



UNIVERSITÉ FRANÇOIS RABELAIS DE TOURS

École Doctorale EMSTU

LABORATOIRE : GREMAN, UMR 7347, Université de Tours-CNRS-CEA-INSA

THÈSE présentée par :

Rémi ROUFFAUD

soutenue le : 18 Décembre 2014

pour obtenir le grade de : Docteur de l'université François - Rabelais de Tours

Discipline/ Spécialité : Sciences de l'Ingénieur/ Acoustique

**Modélisation et caractérisation de nouveaux matériaux
piézoélectriques (sans plomb et composites de connectivité 1-3)
pour la transduction ultrasonore**

THÈSE CO-DIRIGÉE PAR :

HLADKY-HENNION Anne-Christine
LEVASSORT Franck

Directeur de Recherche, CNRS
Professeur, Université François-Rabelais de Tours

RAPPORTEURS :

LE CLÉZIO Emmanuel
RICHARD Claude

Professeur, Université de Montpellier 2 (IES)
Professeur, INSA de Lyon

JURY :

DAMJANOVIC Dragan
HLADKY-HENNION Anne-Christine
LE CLÉZIO Emmanuel
LEVASSORT Franck
RICHARD Claude

Professeur, EPFL (Suisse) Président du jury
Directeur de recherche, IEMN (UMR 8520 CNRS)
Professeur, IES (Université de Montpellier 2)
Professeur, GREMAN (Université de Tours)
Professeur, INSA (Lyon)

INVITÉS :

BANTIGNIES Claire
PHAM THI Mai

Vernon SA
Thalès Research&Technology

Résumé

Depuis plusieurs décennies, les matériaux piézoélectriques à base de plomb dominent le marché de la transduction électromécanique du fait de leurs très hautes performances. Or, au début du XXI^{ème} siècle, de nouvelles restrictions européennes apparaissent, poussant à faire disparaître définitivement l'usage de ce matériau dangereux pour l'environnement et la santé. À partir de là, une course est lancée dans la communauté scientifique qui doit trouver de nouveaux matériaux sans plomb aux performances équivalentes. Ce travail de thèse s'inscrit dans ce challenge. Le matériau piézoélectrique sans plomb KNbO_3 a été identifié comme une réelle alternative. Ses caractéristiques sont déterminées en prenant en compte la cohérence de l'ensemble qui est une nouvelle problématique soulevée par les utilisateurs de ces données de matériau. En effet, le résultat des simulations numériques faites par la méthode des éléments finis, entre autres, est sensible à cette absence de cohérence. Partant de ce travail, il est alors possible de simuler correctement, et grâce aux éléments finis, le comportement électromécanique d'une nouvelle structure pseudo-périodique de composite piézoélectrique de connectivité 1-3 conçue pour s'affranchir de limites de fonctionnement actuelles. Les résultats théoriques sont également validés expérimentalement. Enfin, un algorithme de caractérisation multimodale et multiphasique, basé sur l'algorithme génétique, a été réalisé pour obtenir les propriétés de ces matériaux piézoélectriques après leur usinage nécessaire à leur intégration dans un transducteur ultrasonore. Cela permet d'adapter les pièces périphériques à ces nouvelles caractéristiques pour une optimisation ultime des performances des transducteurs finaux fabriqués au cours de cette thèse.

Mots clés : Piézoélectricité, caractérisation, transducteur, ultrason, imagerie

RÉSUMÉ

Table des matières

Introduction	9
I La piézoélectricité et les transducteurs	11
1 Généralités sur la piézoélectricité et les transducteurs ultrasonores	13
1.1 Le matériau piézoélectrique	13
1.1.1 Aspect structurel	13
1.1.2 Grandeurs physiques associées au matériau	15
1.1.3 Résonateur piézoélectrique	18
1.1.4 Les caractéristiques fonctionnelles	21
1.2 Le transducteur ultrasonore	25
1.2.1 Les caractéristiques du transducteur	26
1.2.2 La structure d'un transducteur standard	29
2 Composites piézoélectriques et céramiques texturées	31
2.1 Concept de connectivité	31
2.2 Composite de connectivité 1-3	32
2.2.1 Conditions pour un composite 1-3 efficace	32
2.2.2 Fabrication	33
2.2.3 Les modes parasites	35
2.3 Céramiques texturées	37
3 Transducteurs ultrasonores à base de matériaux piézoélectriques sans plomb	39
3.1 Matériaux sans plomb	39
3.1.1 Céramiques	39
3.1.2 Monocristaux et polymères	40
3.1.3 Composites piézoélectriques de connectivité 1-3 et céramiques texturées	41
3.2 Transducteurs mono- et multi-éléments	43
3.2.1 Mono-éléments	43

3.2.2	Multi-éléments	44
II Caractérisation piézoélectrique		47
4	Outil de caractérisation d'échantillons de formes complexes	49
4.1	Algorithmes d'optimisation	50
4.1.1	Méthode de Nelder-Mead	50
4.1.2	Algorithme génétique (GA)	52
4.2	Fonction objectif	56
4.2.1	Données expérimentales	57
4.2.2	Filtres <i>pré</i> -calcul	57
4.2.3	Traitement <i>post</i> -calcul	60
4.3	Validation sur un composite 1-3	62
4.3.1	Préparation du fantôme numérique	62
4.3.2	Détermination des paramètres de la FO et du GA	63
4.3.3	Résultats de l'algorithme d'optimisation	65
5	Base de données électro-mécanique complète du monocristal KNbO₃	69
5.1	Caractérisation piézoélectrique standard	70
5.1.1	Notation IEEE et KNbO ₃	70
5.1.2	Préparation des échantillons	71
5.1.3	Mesures et détermination des constantes	74
5.2	Consistance de la base de données	81
5.2.1	Critère de quantification de la consistance	82
5.2.2	Application aux mesures de KNbO ₃	83
5.2.3	Caractéristiques fonctionnelles	86
5.3	Étude fréquentielle des caractéristiques en épaisseur	92
5.3.1	Procédé de caractérisation	92
5.3.2	Résultats	92
III Composite 1-3 et structure pseudo-périodique		97
6	Modélisation du composite	99
6.1	Préparation du calcul en FEM	100
6.1.1	Impédance électrique	100
6.1.2	Réponse électro-acoustique	101
6.2	Étude de la structure régulière	103

TABLE DES MATIÈRES

6.2.1	Dépendance à la fraction volumique	104
6.2.2	Détérioration de la bande passante et de la sensibilité	106
6.3	Une structure pseudo-périodique	108
6.3.1	Modification du pas	108
6.3.2	Modification de l'agencement	110
6.3.3	Structures équivalentes régulières	114
7	Validation expérimentale	117
7.1	Fabrication et protocole de mesure des échantillons	117
7.1.1	Fabrication	117
7.1.2	Protocole de mesure	120
7.2	Caractérisation des phases d'un composite 1-3 de PZ27	122
7.2.1	Paramètres spécifiques	122
7.2.2	Résultats	124
7.3	Comparaison pseudo/régulier par amincissement	125
7.3.1	Mesures et observations	126
7.3.2	Interprétation	129
7.3.3	Conclusion	130

TABLE DES MATIÈRES

Introduction

Depuis 1954 et la mise en évidence des performances de la céramique Titano-Zirconate de Plomb (PZT) [1], ce matériau a dominé le marché piézoélectrique depuis plus de 50 ans. Les compositions dérivées, mais toujours à base de plomb, dévoilent des caractéristiques électromécaniques encore jamais vues [2] comme un $k_{33} > 90\%$ pour des monocristaux de PZN-PT ou PMN-PT. Malgré ces atouts indéniables, l'augmentation des demandes de ce matériau inquiète les autorités car la présence de plomb est un danger pour l'environnement et la santé. En effet, lors du frittage, de l'oxyde de plomb s'évapore dans l'atmosphère et après l'usage du matériau, aucune solution n'existe pour la recyclage. L'Union Européenne réagit en incluant le PZT comme matériau dangereux à substituer par d'autres alternatives. Plus particulièrement, en 2006, le parlement européen adopte les directives WEEE (**W**aste **E**lectrical and **E**lectronic **E**quipment) et RoHS (**R**estriction of the use of certain **H**azardous **S**ubstances) [3, 4]. Certains des équipements se trouvant dans les maisons ou les industries ne doivent pas avoir une quantité de plomb supérieur à 10% de leur poids total. Pour le moment, les appareils médicaux (sondes d'imagerie) sont épargnés par cette loi mais, lorsqu'un matériau sans plomb aussi performant fera son apparition, les céramiques PZT risquent d'être interdites. De nombreux pays dans le monde suivent cette démarche : la Suisse, la Norvège, l'État de Californie aux USA et la Turquie ont appliqué également les directives européennes. En Asie, avec la Corée du Sud, la Chine ou le Japon, la liste des substances dangereuses est un peu différente et les proportions également. En Australie, Nouvelle-Zélande et Thaïlande, le nombre de propositions de loi augmentent [5].

Dans ce contexte international, il est alors évident que la recherche sur les matériaux sans plomb est devenue très importante.

INTRODUCTION

Première partie

La piézoélectricité et les transducteurs

Chapitre 1

Généralités sur la piézoélectricité et les transducteurs ultrasonores

Pierre et Jacques Curie ont découvert l'effet piézoélectrique en 1880 [6]. Ils arrivent à le mettre en évidence dans de nombreux cristaux dont la tourmaline ou le sel de Rochelle. La piézoélectricité est l'interaction entre les domaines électrique et mécanique. L'effet direct est l'apparition d'une polarisation électrique due à une contrainte mécanique. Les frères Curie ont vérifié l'année suivante l'existence de l'effet inverse prédit par Gabriel Lippmann sur le quartz : le cristal se déforme sous l'effet d'un champ électrique. L'observation de la piézoélectricité s'est faite dans la continuité des travaux entrepris sur la pyroélectricité qui est l'interaction entre les domaines électrique et thermique, nom donné par Sir David Brewster en 1824 [7].

La première application pratique de ce phénomène s'est faite pendant la Première Guerre Mondiale, en France, où Paul Langevin l'utilise pour la mise en place du sonar (**SO**und **N**avigation **A**nd **R**anging) en élaborant le premier transducteur ultrasonore [8].

Dans ce chapitre, les conditions de l'effet piézoélectrique et ses caractéristiques seront détaillées dans une première partie pour continuer, dans une deuxième partie, sur son application : le transducteur ultrasonore.

1.1 Le matériau piézoélectrique

Tous les matériaux ne possèdent pas les caractéristiques indispensables pour être piézoélectriques. La propriété diélectrique est la première des conditions nécessaires : le matériau ne possède pas de charges électriques pouvant se déplacer à l'échelle macroscopique. Dans le langage courant, il est qualifié d'isolant. Dans un premier temps, la classification des matériaux piézoélectriques sera donnée. Les lois physiques régissant leur comportement sont également rappelées.

1.1.1 Aspect structurel

Il faut aborder dans un premier temps la structure du matériau à l'échelle microstructurale où l'organisation des atomes de la maille élémentaire permet sa classification

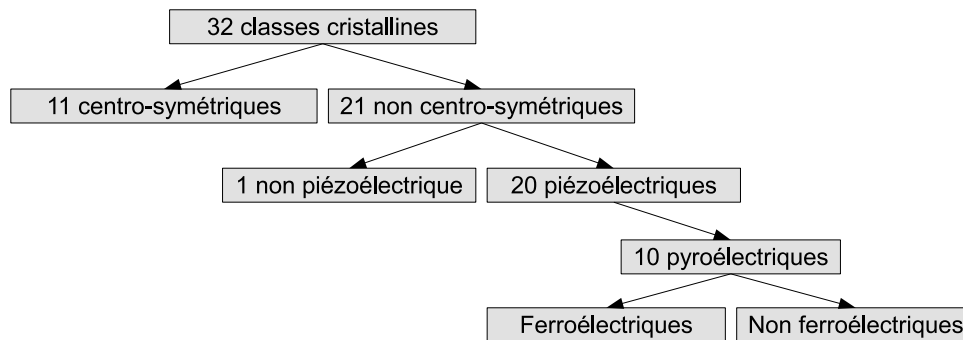


FIGURE 1.1 – Propriétés des classes cristallines [9].

cristallographique et donne les conditions pour obtenir des propriétés piézoélectriques. À l'échelle macroscopique, c'est l'arrangement spatial des mailles qui différencie la nature du matériau final comme une céramique polycristalline d'un monocristal par exemple.

La structure cristalline L'effet piézoélectrique n'apparaît que dans les classes cristallines ne contenant pas de centre de symétrie. Sur les 32 existantes, seulement 21 sont non centro-symétriques dont 20 piézoélectriques. Parmi ces 20 dernières classes, seulement 10 possèdent une polarisation spontanée qui varie avec la température. Elles sont dites pyroélectriques. Enfin, dans cette dernière catégorie, il existe les matériaux ferroélectriques qui, en plus de posséder une polarisation spontanée, peuvent en changer la direction sous l'effet d'un champ électrique externe. Ces catégories sont résumées dans la figure 1.1. La ferroélectricité, bien que mise en évidence en 1921 [10] dans le sel de Rochelle, n'a vraiment été étudiée qu'à partir des années 50 avec la découverte des structures perovskites [11]. Il s'agit d'une structure cristalline commune type ABO_3 . Parmi elles, le titanate de barium ($BaTiO_3$) qui sera utilisé dans ce travail de thèse.

Chaque maille cristalline est caractérisée par ses trois axes cristallographiques \vec{a} , \vec{b} et \vec{c} et la disposition de ses atomes. La figure 1.2.a) donne l'exemple d'une maille élémentaire cubique ($\vec{a} \perp \vec{b} \perp \vec{c}$ et $\|\vec{a}\| = \|\vec{b}\| = \|\vec{c}\|$). À l'échelle d'observation supérieure, l'ensemble des mailles élémentaires, toutes orientées de la même manière, se nomme une cristallite (Fig 1.2.b)). Enfin, l'ensemble des cristallites formera le matériau final et nous nous intéresserons plus particulièrement à deux types d'organisation finale : le monocristal et la céramique polycristalline.

Le monocristal Le monocristal est le cas d'une cristallite mais généralisé à l'ensemble du matériau final. C'est un matériau dont toutes les cristallites sont orientées dans la même direction. Il a de très bonnes propriétés piézoélectriques mais aussi optiques, par rapport à d'autres types de structures. La croissance ou la création de monocristal est un domaine de recherche très développé car la production de masse et à bas coût est un enjeu important sur le marché des matériaux de haute performance. Généralement, toutes les cristallites des monocristaux trouvés chez les fournisseurs ne sont pas orientées dans la même direction. Ce monocristal est qualifié de polydomaine en opposition au monocristal « monodomaine » qui est un pléonasme.

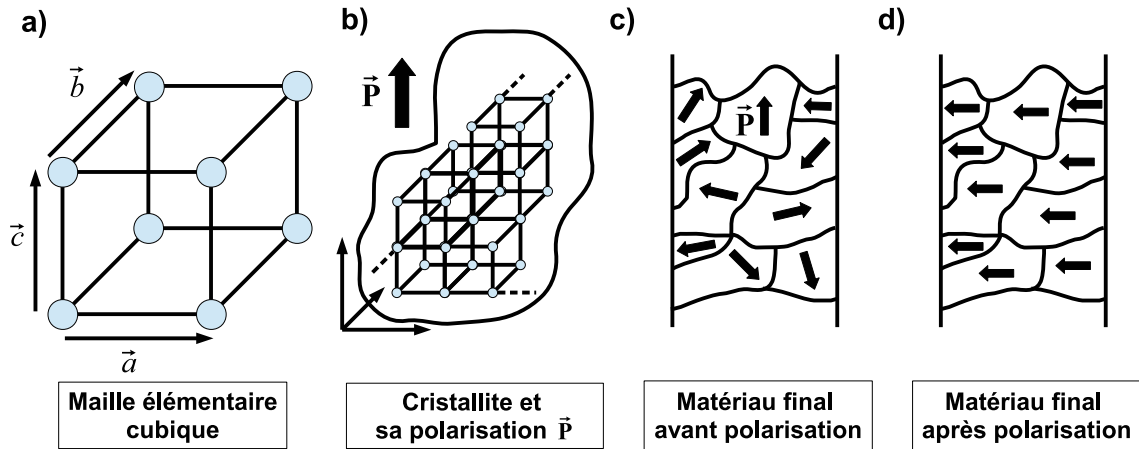


FIGURE 1.2 – Les différentes échelles d'organisation de la matière

Actuellement, en piézoélectricité, la céramique reste l'alternative qui possède un rapport performance-coût le plus intéressant.

Les céramiques Dans les céramiques, les liaisons inter-atomes sont iono-covalentes et non pas seulement covalentes comme pour le monocristal [12]. C'est une différence importante puisque ce type de liaison est non-directionnelle, c'est à dire qu'elle peut se déformer. Au départ, une poudre de céramique est préparée. La cohésion des grains de cette poudre se fait par une étape de frittage qui est une montée en température pour permettre la fusion de ces derniers. Elle est souvent effectuée sous pression. Après cette étape, le matériau est dense mais, chaque grain possédant un moment dipolaire, ils sont, en moyenne, orientés dans toutes les directions (Fig. 1.2.c)). Il est donc nécessaire de passer par une étape de polarisation, c'est à dire l'application d'un champ électrique externe, pour orienter tous les grains dans la même direction et ainsi donner au matériau final une polarisation rémanente macroscopique (Fig. 1.2.d)). La polarisation permet donc d'obtenir un matériau piézoélectrique à partir d'un matériau ferroélectrique.

Après avoir décrit les deux principales catégories de matériaux utilisés en piézoélectricité, la prochaine section présente les lois physiques qui les régissent.

1.1.2 Grandeurs physiques associées au matériau

Comme nous l'avons vu précédemment, de nombreux matériaux piézoélectriques sont accompagnés par des effets pyroélectriques qui peuvent modifier les caractéristiques élastiques, diélectriques et piézoélectriques. Ces effets sont assez faibles pour que l'influence thermique ne soit pas prise en compte dans ce manuscrit [13].

Après avoir, dans une première partie, décrit les grandeurs physiques mises en jeu dans un matériau piézoélectrique, les relations comportementales de ce dernier seront données.

Élasticité et propriété diélectrique L'élasticité est la capacité d'un matériau à se déformer sous l'application de contraintes puis à retrouver sa forme initiale. La piézoélec-

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

tricité s'inscrit dans la théorie de l'élasticité qui s'appuie sur les hypothèses de matériau continu et homogène, de petites déformations devant les dimensions géométriques du corps et des forces appliquées inférieures aux valeurs limites du domaine élastique. Le but est de déterminer les déformations du matériau résultantes des forces qui lui sont appliquées en fonction de ses caractéristiques intrinsèques.

Les variables du domaine mécanique sont les déformations S_{ij} et les contraintes T_{ij} où i et j varient de 1 à 3 et représentent les trois directions d'un repère orthogonal de l'espace à 3 dimensions [14]. Ce sont des tenseurs d'ordre deux. Les composantes du tenseur des déformations sont données par la relation :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad (1.1)$$

où u_i est la composante du vecteur de déplacement selon l'axe x_i . Comme une déformation est un rapport de distance, elle est sans unité. Les contraintes apparaissent dans le matériau pour essayer de le ramener à son état d'origine lorsqu'il est déformé par des forces extérieures. Elles sont définies de la manière suivante :

$$T_{ik} = \frac{dF_i}{d\sigma_k} \quad (1.2)$$

où F_i est la composante de la force F selon l'axe i et σ_k est la projection de la surface σ où s'applique la force selon la direction k . Une contrainte s'exprime en N.m^{-2} (ou Pa).

En 1675, Robert Hooke a énoncé une loi de comportement d'élasticité où l'allongement du matériau est proportionnel à la force qui lui est appliquée dans le cas de petites déformations. C'est à partir de là que le tenseur des contraintes T peut être relié avec le tenseur des déformations S suivant la relation :

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl} \quad (1.3)$$

où c_{ijkl} est le tenseur des constantes élastiques. En inversant la relation, le tenseur des souplesses s se définit par

$$S_{ij} = s_{ijkl} T_{kl} \quad (1.4)$$

Les tenseurs des contraintes et des déformations étant symétriques, il en est de même pour les deux autres tenseurs c et s d'ordre 4. Il est montré que les tenseurs S et T ont seulement 6 termes indépendants. C'est pour cela que nous utiliserons la notation contractée des indices (i, j) , appelée notation de Voigt, passant donc d'un tenseur d'ordre 4 à une matrice de dimensions 6×6 :

$$(11) = 1, (22) = 2, (33) = 3, (23) = (32) = 4, (13) = (31) = 5 \text{ et } (12) = (21) = 6. \quad (1.5)$$

Cependant, les composantes des tenseurs ne sont pas toujours strictement égales aux composantes des tenseurs contractés [13]. Les contractions sont donc explicitées ci-dessous pour

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

chaque tenseur.

$$\begin{array}{ll}
 \text{Contraintes :} & T_{ij} \rightarrow T_\lambda \\
 \text{Déformations :} & \begin{cases} S_{ij} \rightarrow S_\lambda \text{ pour } i = j \\ 2S_{ij} \rightarrow S_\lambda \text{ pour } i \neq j \end{cases} \\
 \text{Constantes élastiques :} & c_{ijkl} \rightarrow c_{\lambda\mu} \\
 \text{Souplesses élastiques :} & \begin{cases} s_{ijkl} \rightarrow s_{\lambda\mu} \text{ pour } i = j \text{ et } k = l \\ 2s_{ijkl} \rightarrow s_{\lambda\mu} \text{ pour } i = j \text{ et } k \neq l \text{ ou } \textit{vice versa} \\ 4s_{ijkl} \rightarrow s_{\lambda\mu} \text{ pour } i \neq j \text{ et } k \neq l \end{cases}
 \end{array}$$

Dans le domaine électrique, les deux variables généralement utilisées sont le champ électrique E (en V/m) et le déplacement électrique D (en C/m²) qui sont deux tenseurs d'ordre 1. La relation constitutive les reliant, dans le cas d'un matériau homogène et à comportement linéaire, est :

$$D_i = \epsilon_{ij} E_j \quad \text{ou} \quad E_i = \beta_{ij} D_j \quad (1.6)$$

où ϵ et β sont respectivement les tenseurs de rang 2 de la permittivité diélectrique et de la constante d'imperméabilité. Pratiquement, les valeurs de permittivité diélectrique sont normalisées par rapport à celle du vide, ϵ_0 , qui vaut approximativement $8,85 \cdot 10^{-12}$ F.m⁻¹. Il s'agit de la permittivité relative (ou constante diélectrique). Enfin, le matériau piézoélectrique étant un dipôle diélectrique, une polarisation \vec{P} lui est également associée et qui relie \vec{D} à \vec{E} par :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (1.7)$$

Relations fondamentales de la piézoélectricité Comme expliqué précédemment, l'effet piézoélectrique est un couplage entre le domaine mécanique et électrique. En thermodynamique, il s'agit d'un cas particulier de phénomène de couplage qui est considéré comme une transformation d'énergie quasi-statique. L'énergie libre dans le système peut être déterminée grâce à deux paramètres appropriés dans les deux domaines. Les relations fondamentales de la piézoélectricité découlent du choix de la fonction thermodynamique pour décrire cette énergie. Elles sont listées dans la dernière colonne de la Table 1.1. Généralement, les variables mécaniques utilisées sont les déformations S et les contraintes T . Pour les variables électriques, le déplacement électrique D et le champ électrique E seront choisis. Les relations fondamentales de la piézoélectricité peuvent s'écrire de 4 manières différentes en choisissant donc les couples de variables indépendantes. Il est important de différencier les types de variables qui peuvent être extensives (proportionnelle à la taille du système) ou intensives (indépendante de la quantité de matière) car, lorsqu'elles sont mélangées, certaines grandeurs piézoélectriques caractéristiques, comme le coefficient de couplage (détaillé partie 1.1.4), se calculent différemment [13]. Finalement, la table 1.1 regroupe ces différentes écritures où les indices tensoriels ont été volontairement omis pour la clarté des équations. Les tenseurs piézoélectriques d'ordre 3 (h , d , g et e) sont ainsi définis. Ils permettent le couplage entre les deux domaines. La notation contractée pourra être également utilisée et elle suivra l'écriture :

$$e_{(i)(jk)} = e_{\alpha\beta} \quad (1.8)$$

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

Les constantes du matériau se déterminent en fixant certaines variables. Ces variables sont précisées en exposant des constantes. Les relations entre les constantes élastiques, piézoélectriques et diélectriques du matériau sont détaillées table 1.2. Il est nécessaire d'insister ici sur toutes les manières d'écrire les relations de la piézoélectricité car elles seront utilisées dans le travail sur la consistance des bases de données des matériaux dans le chapitre 5.

TABLE 1.1 – Les différentes écritures des relations fondamentales de la piézoélectricité

Variables indépendantes	Type	Relations piézoélectriques	Fonction thermodynamique
S, D	Extensif	$\begin{cases} T = c^D S - h D \\ E = -h S + \beta^S D \end{cases}$	Énergie libre d'Helmholz
T, E	Intensif	$\begin{cases} S = s^E T + d E \\ D = d T + \epsilon^T E \end{cases}$	Énergie libre de Gibbs
T, D	Mixte	$\begin{cases} S = s^D T + g D \\ E = -g T + \beta^T D \end{cases}$	Énergie élastique de Gibbs
S, E	Mixte	$\begin{cases} T = c^E S - e E \\ D = e S + \epsilon^S E \end{cases}$	Énergie électrique de Gibbs

TABLE 1.2 – Relations entre les constantes du matériau en notation tensorielle complète.
Le symbole $\delta_{(ij)(kl)}$ est le symbole de Kronecker.

$$\begin{array}{lll}
\beta_{np}\epsilon_{pm} = \delta_{nm} & c_{ijpq}s_{pqkl} = \delta_{(ij)(kl)} & d_{nij} = \epsilon_{nm}^T g_{mij} = e_{nkl} s_{klij}^E \\
\beta_{nm}^S - \beta_{nm}^T = g_{nkl} h_{mkl} & c_{ijkl}^D - c_{ijkl}^E = e_{mij} h_{mkl} & e_{nij} = \epsilon_{nm}^S h_{mij} = d_{nkl} c_{klij}^E \\
\epsilon_{nm}^T - \epsilon_{nm}^S = d_{nkl} e_{mkl} & s_{ijkl}^E - s_{ijkl}^D = d_{mij} g_{mkl} & g_{nij} = \beta_{nm}^T d_{mij} = h_{nkl} s_{klij}^D \\
& & h_{nij} = \beta_{nm}^S e_{mij} = g_{nkl} c_{klij}^D
\end{array}$$

1.1.3 Résonateur piézoélectrique

Dans cette section, les bases sur la propagation du son dans un milieu sont données ainsi que le cas particulier d'un résonateur mécanique. Ces informations aident à la compréhension du comportement vibratoire d'un échantillon piézoélectrique qui sert à la caractérisation piézoélectrique d'un matériau.

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

Équation d'onde La propagation du son dans un milieu non-piézoélectrique est régie par l'équation de propagation [14] :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (1.9)$$

où ρ est la masse volumique du milieu. L'équation peut être résolue en cherchant une solution qui est une combinaison de deux ondes planes, f et g , se propageant dans deux directions opposées :

$$u(\vec{r}, t) = f(\vec{n} \cdot \vec{r} - vt) + g(\vec{n} \cdot \vec{r} + vt) \quad (1.10)$$

où les vecteurs \vec{n} et \vec{r} sont, respectivement, un vecteur unitaire normal au front d'ondes et le vecteur du repère de l'espace. v est la vitesse de l'onde dans le milieu et t est le temps. En écriture complexe, la solution de l'onde est de la forme $\exp(j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r}))$ où ω est la pulsation et \vec{k} , le vecteur d'onde. Le vecteur unité \vec{n} est égal $\vec{k}/|\vec{k}|$. C'est l'approximation en ondes planes. Lorsque cette hypothèse est faite, l'équation (1.9) se ré-écrit sous la forme :

$$\Gamma_{il} P_l = \rho v^2 P_i \quad (1.11)$$

où P_i et ρv^2 sont respectivement le vecteur propre et la valeur propre de Γ_{il} qui s'appelle le tenseur de Christoffel. Il est défini par :

$$\Gamma_{il} = c_{ijkl} n_j n_k \quad (1.12)$$

où les indices i, j, k, l varie de 1 à 3 pour les 3 directions de l'espace. En résolvant l'équation (1.11), chaque composante de la solution (et il y en a donc 3) s'exprime en fonction d'une constante élastique effective c_{eff} définie pour chaque mode :

$$v = \sqrt{c_{\text{eff}}/\rho} \quad (1.13)$$

Finalement, trois types d'ondes se propagent dans chaque direction : deux ondes quasi-transversales et une onde quasi-longitudinale.

Résonateur mécanique La fréquence de ces ondes planes dépend évidemment de la fréquence de l'excitation qui est imposée au milieu. Cependant, le milieu, grâce à ses dimensions finies dans le cas des solides, va exacerber certaines ondes à des fréquences particulières. Ce type de solide est appelé résonateur mécanique et les fréquences particulières sont les fréquences de résonance mécanique qui seront notées $f_{\lambda/2}$. L'onde qui s'y propage sera en majeure partie reflétée sur les parois du solide à cause de la rupture d'impédance (cf 1.1.4). L'interférence des ondes incidente et reflétée sera constructive et formera des ondes stationnaires pour une longueur d'onde λ égale à $2d/N$ où d est la dimension du matériau dans le sens du vecteur d'onde et $N \in \mathbb{N}$. La fréquence de résonance vérifiera

$$f_{\lambda/2} = \frac{Nv}{2d} \quad (1.14)$$

La propagation du son dans un milieu piézoélectrique s'accompagne d'un champ électrique

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

par le couplage piézoélectrique. À l'équation du mouvement se rajoute les équations de Maxwell. Cependant, la vitesse du son est très faible devant celle de l'onde électromagnétique. L'approximation quasi-électrostatique peut être faite, c'est à dire que le champ électrique change tellement lentement qu'il peut être considéré comme en équilibre à chaque fois. Les conditions électriques sont alors

$$\text{div} \vec{D} = 0 \quad \text{et} \quad \vec{r} \otimes \vec{E} = 0. \quad (1.15)$$

et se traduisent donc par

$$n_i D_i = 0 \quad \text{et} \quad n_n E_m - n_m E_n = 0, \quad (1.16)$$

ce qui signifie que

$$\vec{D} \perp \vec{k} \quad \text{et} \quad \vec{E} \parallel \vec{k}. \quad (1.17)$$

Ces conditions permettent la détermination de c_{eff} qui est détaillée dans de nombreux ouvrages dont celui d'Ikeda [13]. Pour résumer, lorsque :

- $\vec{P} \parallel \vec{k}$, les coefficients diagonaux de c^D déterminent c_{eff} . Cette condition crée alors un effet longitudinal.
- $\vec{P} \perp \vec{k}$, c_{eff} est donnée par les éléments non-diagonaux de c^E . Ce sera l'effet transverse.

Ce sont les deux cas extrêmes mais il est évident que la polarisation peut être ni perpendiculaire, ni parallèle au vecteur d'onde. Les effets longitudinaux et transversaux seront combinés. Il est important de garder en tête ces deux types de conditions électriques qui amènent à deux types d'effets de propagation car c'est la base d'une caractérisation piézoélectrique correcte.

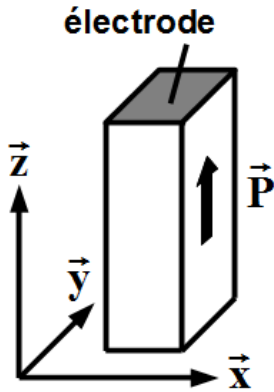


FIGURE 1.3 – Échantillon piézoélectrique en forme de barre excité à ses extrémités.

Exemple Pour rattacher ces bases à un exemple concret qui servira également dans le chapitre 5 de caractérisation piézoélectrique, le cas d'un barreau est expliqué en s'appuyant sur le schéma 1.3.

Tout d'abord, la géométrie de l'échantillon spécifique qui respecte la norme IEEE [15] sera plus précisément détaillée dans le chapitre correspondant mais la dimension selon l'axe \vec{z} doit être nettement supérieure aux deux autres. Dans ce cas, le mode observé se propagera selon la direction \vec{z} donc $\vec{k} \parallel \vec{z}$. Or la polarisation \vec{P} du matériau est dirigé selon l'axe \vec{z} . Nous obtenons donc la condition $\vec{P} \parallel \vec{k}$ décrite auparavant et qui définit l'effet longitudinal de l'onde. La constante c_{eff} est donc déterminée par les coefficients diagonaux de c^D . Pour ce cas précis et par simplification de l'expression [13], c_{eff} est égale à $1/s_{33}^D$.

Cette constante élastique est donc liée par la relation (1.13) à la vitesse et vaut :

$$s_{33}^D = \frac{1}{\rho v^2} \quad (1.18)$$

La vitesse v sera calculée grâce à la mesure de $f_{\lambda/2}$ (les détails de cette mesure sont donnés dans la partie suivante) grâce à la relation (1.14).

1.1.4 Les caractéristiques fonctionnelles

Dans le cadre de la transduction électromécanique, la grandeur la plus importante est le coefficient de couplage électromécanique, noté k , qui traduit l'efficacité du matériau à convertir l'énergie mécanique en énergie électrique et *vice-versa*. Ensuite, l'impédance acoustique Z_a du matériau est décisive quand le transfert d'énergie mécanique doit être maximal entre le matériau et le milieu environnant. Enfin, l'impédance électrique Z du matériau a un rôle important pour un bon transfert d'énergie électrique entre la source électrique et le matériau. Outre leur définition qui sera donnée, la méthode de détermination pour chaque grandeur est spécifiée.

L'impédance acoustique Notée Z_a , l'impédance acoustique est caractéristique d'un matériau et est définie comme le rapport de la pression acoustique sur la vitesse de déplacement du milieu. Elle s'exprime en Rayleigh (Rayl). Plus généralement, elle se détermine par

$$Z_a = \rho v \quad (1.19)$$

où ρ est la masse volumique en kg/m^3 du matériau et v la vitesse de déplacement m/s . Pour un transfert optimal d'énergie entre deux milieux, il est nécessaire d'avoir les impédances acoustiques Z_1 et Z_2 des milieux concernés les plus proches pour réduire le coefficient de réflexion énergétique R_{Z_a} et maximiser le coefficient de transmission énergétique T_{Z_a} qui vaut :

$$R_{Z_a} = \left(\frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} \right)^2 \quad \text{et} \quad T_{Z_a} = \frac{4Z_1 Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (1.20)$$

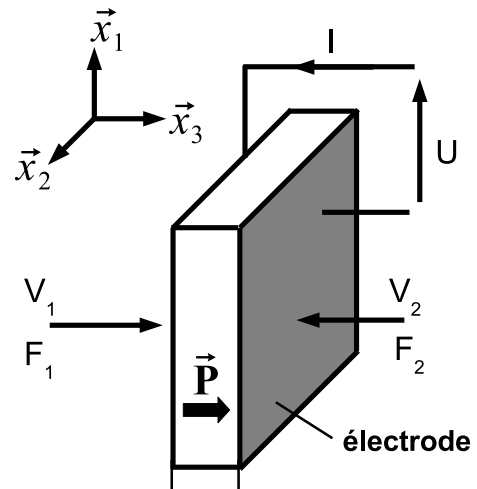
L'impédance électrique Utilisée pour décrire l'opposition d'un système électrique au passage d'un courant alternatif sinusoïdal, l'impédance électrique Z s'exprime en Ohm (Ω) et est définie par :

$$Z = \frac{U}{I} = R + jX \quad (1.21)$$

où U est la tension (en volt) aux bornes du dipôle considéré, I le courant (en ampère) le traversant, R la résistance (ou partie réelle de l'impédance) et X la réactance (ou partie imaginaire de l'impédance). L'admittance Y , exprimée en Siemens (S), est aussi utilisée et se définit par :

$$Y = \frac{1}{Z} = G + jB \quad (1.22)$$

où G est la conductance et B la susceptance. Pratiquement, pour déterminer l'impédance électrique du matériau piézoélectrique, il faut le considérer métallisé sur deux faces opposées où lui sont appliquées les forces F_1 et F_2 correspondant aux charges des différents milieux environnant. Les vitesses de déplacement des surfaces métallisées sont notées v_1 et v_2 comme le montre la figure 1.4. Pour modéliser cette configuration,



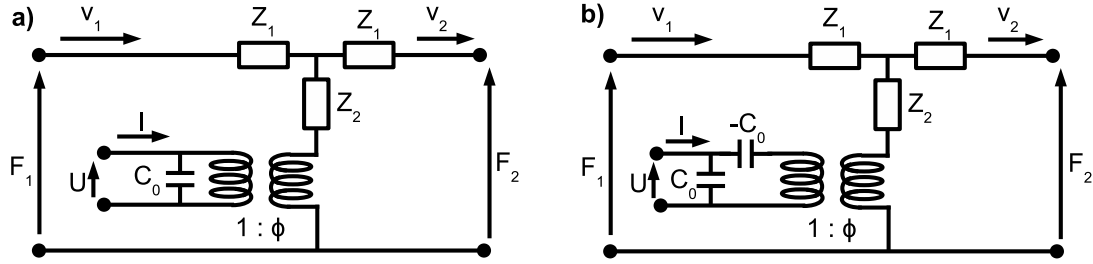


FIGURE 1.5 – Circuit électrique équivalent de Mason pour a) l'effet transverse et b) l'effet longitudinal.

Mason [16] fut le premier à donner un circuit électrique équivalent avec quatre terminaux dans la branche mécanique, correspondant aux deux faces avec les électrodes et deux terminaux dans la branche électrique. Ce modèle à une dimension est valable pour un mode pur, c'est à dire découplé des autres et pour cela, certains *ratio* doivent être respectés [15]. Dans l'exemple de la figure 1.4, si le mode observé se propage selon la direction \vec{x}_3 , l'épaisseur d doit être nettement inférieure aux autres dimensions. Il s'agit du mode épaisseur d'une plaque qui sera donc longitudinal puisque $\vec{P} \parallel \vec{k}$.

Le circuit électrique équivalent de Mason se construit de deux manières différentes pour pouvoir modéliser les deux types d'effet (longitudinal et transverse) [13]. Ils sont donnés figure 1.5. Dans ce schéma, le matériau est considéré comme une capacité C_0 où vient s'appliquer un transformateur électromécanique représentant la piézoélectricité. Les impédances Z_1 et Z_2 sont les impédances mécaniques des faces du matériau qui s'expriment en fonction de l'impédance caractéristique $Z_0 = Z_a A$ où A est l'aire de la surface de l'électrode. Leur valeur est :

$$\begin{cases} Z_1 &= jZ_0 \tan(\omega d/2v) \\ Z_2 &= -jZ_0 / \sin(\omega d/v) \end{cases} \quad (1.23)$$

où d est la distance inter-électrodes et v la vitesse de l'onde qui se propage dans le milieu piézoélectrique, dans la direction \vec{x}_3 pour notre exemple. Enfin, le rapport Φ du transformateur représentant la piézoélectricité se déduit des équations fondamentales de la piézoélectricité pour un mode spécifique. Typiquement, pour un mode de résonance, l'allure de l'admittance est donnée figure 1.6 où f_r et f_a sont respectivement les fréquences de résonance ($|Y| \rightarrow \infty$) et d'antirésonance ($|Y| = 0$) du système. Les résonances ou antirésonances électriques apparaissent uniquement à des fréquences où le mode qui se propage impose aux électrodes à se déplacer en opposition de phase. Dans ce cas, seules les harmoniques impaires sont visibles d'un point de vue électrique, soit les multiples $(2N + 1)f_{\lambda/2}$. Grâce à la mesure de l'admittance électrique du matériau et plus particulièrement aux

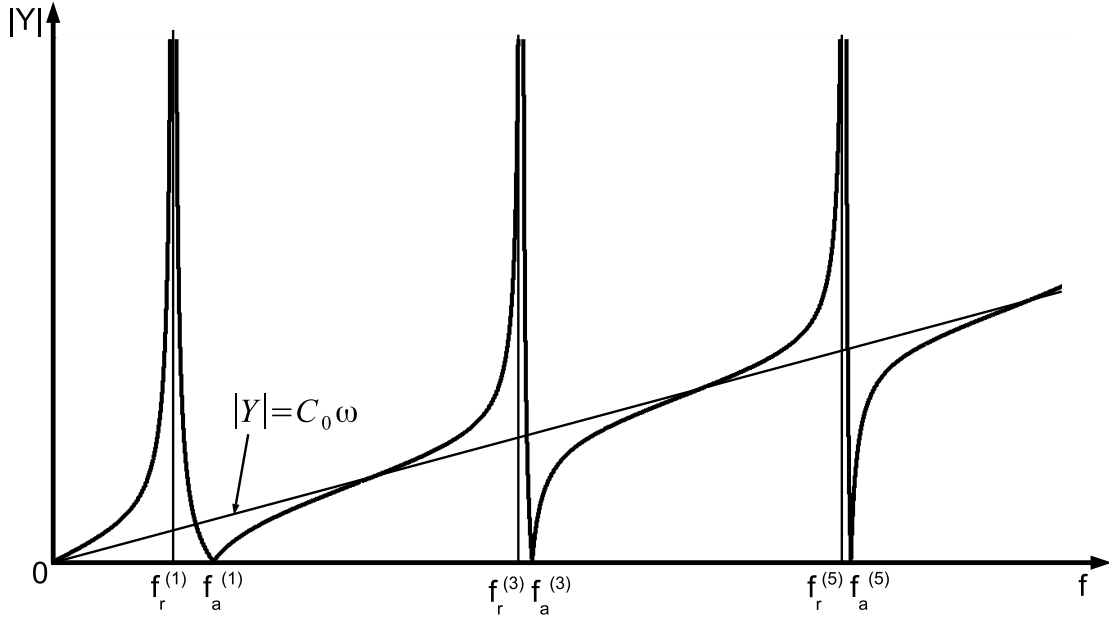


FIGURE 1.6 – Module de l'admittance électrique (Y) d'un résonateur piézoélectrique en fonction de la fréquence (f).

fréquences de résonance et d'antirésonance, la valeur de c_{eff} peut être déterminée au mode fondamental en utilisant les relations 1.13 et 1.14 :

$$c_{\text{eff}} = \rho(2df_{\lambda/2})^2 \quad (1.24)$$

Puisque que la fréquence intéressante pour déterminer c_{eff} est $f_{\lambda/2}$ et que les mesures électriques donnent f_r et f_a , il est nécessaire de connaître la relation liant ces fréquences qui est détaillée dans l'ouvrage d'Ikeda [13](pp.107-115) :

$$f_{\lambda/2} = f_a \text{ pour l'effet longitudinal en circuit ouvert} \quad (1.25)$$

$$\text{et } f_{\lambda/2} = f_r \text{ pour l'effet transversal en court-circuit.} \quad (1.26)$$

Dans le cas de l'exemple de la figure 1.4, le circuit électrique équivalent est le schéma fig. 1.5.a). Si la polarisation est orientée selon l'axe \vec{x}_1 et que le reste est identique, le mode de cisaillement en épaisseur (k_{15}) sera observé. Il lui est attribué cependant l'effet longitudinal car \vec{P} est toujours colinéaire à \vec{k} qui est maintenant colinéaire à \vec{x}_1 pour ce mode particulier [13]. Cette précision est faite pour ne pas confondre les noms « onde de compression » et « onde de cisaillement » avec les qualificatifs « longitudinal » et « transverse » tels qu'ils sont définis dans ce manuscrit en fonction des conditions (1.17). Un mode de compression peut être accompagné par l'effet transverse comme le mode latéral k_{31} (défini dans de nombreux ouvrages [17, 14]). Son circuit électrique équivalent sera donc celui de la figure 1.5.b).

Le coefficient de couplage électromécanique Expliqué brièvement dans l'introduction, le coefficient de couplage garantit la conversion d'énergie entre deux domaines. Il est

1.1. LE MATÉRIAU PIÉZOÉLECTRIQUE

défini pour chaque type de mode de vibration du matériau piézoélectrique et son expression sera donnée au moment utile (pour les modes de vibration considérés) dans le manuscrit. Cependant, sa forme générale est donnée par :

$$k^2 = \frac{U_{int}^2}{U_{elas}U_{elec}} \quad (1.27)$$

où U_{int} , U_{elas} , U_{elec} sont, respectivement, les énergies d'interaction, élastique et électrique. Pratiquement, le coefficient de couplage pour un mode se calcule grâce aux fréquences de résonance et d'antirésonance en dissociant toujours l'effet longitudinal de l'effet transversal :

– pour l'effet longitudinal,

$$k^2 = \frac{\pi f_r}{2 f_a} \tan \left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_a} \right) \quad (1.28)$$

– pour l'effet transversal,

$$\frac{k^2}{1 - k^2} = \frac{\pi f_a}{2 f_r} \tan \left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_r} \right) \quad (1.29)$$

L'expression (1.29) peut, théoriquement, dépasser la valeur 1 mais, le coefficient de couplage étant défini comme un ratio d'énergies, l'écart entre f_r et f_a pour lequel cela se produirait ne sera jamais atteint. Le coefficient de couplage se calcule avec les fréquences de résonance et d'antirésonance seulement dans le cas où le mode étudié n'est pas couplé à un autre. Comme il a été vu dans la section « propagation du son et résonateur mécanique », les ondes qui se propagent selon les normales aux surfaces du résonateur seront les ondes visibles sur l'impédance électrique. Pour que ces modes ne soient pas couplés, il a été déterminé un rapport de 8 au minimum entre les dimensions du résonateur [15]. Les coefficients de couplage utilisés sont donc uniquement les coefficients de couplage de mode dit « pur », c'est à dire, qui ne sont pas couplés, même si la définition est parfaitement bonne pour des modes couplés.

Cependant, jusqu'ici, les pertes élastique et diélectrique du matériau piézoélectrique n'ont pas été prises en compte. Elles jouent pourtant un rôle très important dans la détermination des fréquences de résonance. En effet, les fréquences de résonance mesurées sur l'admittance, par exemple, notées f_m pour $|Y| \rightarrow \infty$ et f_n pour $|Y| = 0$ diffèrent des fréquences f_r et f_a définies précédemment à cause de ces pertes.

Pertes élastique et diélectrique Premièrement, pour tenir compte des pertes élastiques, un coefficient de viscosité η est introduit dans l'équation du mouvement (1.9) selon une seule dimension :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c^* \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (1.30)$$

où $c^* = c + j\omega\eta$. La constante élastique c^* dépend donc de la fréquence mais, cette dépendance étant unique pour chaque matériau et dans un souci d'écriture générale des équations (c'est à dire pour n'importe quel matériau), les pertes élastiques seront prises en compte en utilisant un terme constant pour la partie complexe :

$$c^* = c' + jc'' \quad (1.31)$$

1.2. LE TRANSDUCTEUR ULTRASONORE

Les pertes élastiques sont données par $\tan \delta_m$ qui est le rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle :

$$\tan \delta_m = c''/c' \quad (1.32)$$

À partir de cette définition, le facteur de qualité Q qui donne la forme de la résonance s'exprime également à l'aide des pertes élastiques :

$$Q^{-1} = \tan \delta_m \quad (1.33)$$

Enfin, les pertes diélectriques seront introduites de la même façon :

$$\tan \delta_e = \epsilon''/\epsilon' \quad (1.34)$$

Les deux types de perte sont insérés dans les circuits équivalents par deux résistances placées pour l'une dans la branche électrique et pour l'autre dans la branche mécanique. De ce fait, l'expression de l'admittance est modifiée et les fréquences de résonance et d'antirésonance, notées respectivement f_m et f_n , sont modifiées. Ces dernières sont différentes des fréquences f_r et f_a qui ont servi à calculer le coefficient de couplage k . En écrivant l'expression analytique des admittances, on remarque que f_r et f_a sont nécessairement comprises dans l'intervalle $[f_m, f_n]$ comme le

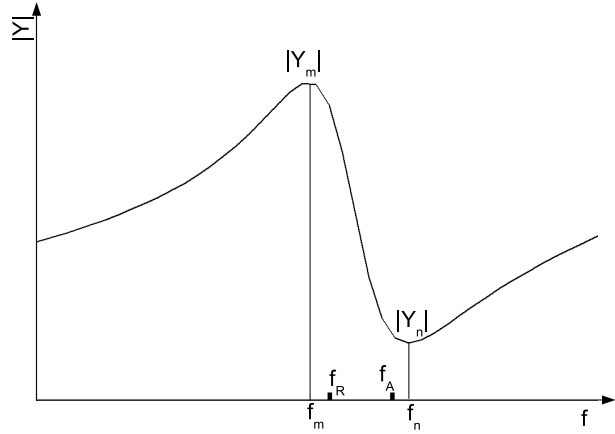


FIGURE 1.7 – Dépendance fréquentielle de la valeur absolue de l'admittance.

montre la figure 1.7. C'est pour cela qu'il faut être très vigilant en utilisant les expressions (1.28) et (1.29) car, de cette manière, les valeurs de coefficients de couplage sont en permanence surestimées. Pour la détermination des coefficients de couplage de modes de compression à effet longitudinal, le modèle de schéma électrique équivalent développé au laboratoire et basé sur le schéma KLM [18] qui prend en compte les pertes électrique et mécanique sera utilisé. Pour les effets transverses, les couples (f_m, f_n) et (f_r, f_a) seront confondus, introduisant ainsi une erreur. Elle sera néanmoins très faible grâce aux matériaux couramment utilisés qui ont de très faibles pertes.

1.2 Le transducteur ultrasonore

Un transducteur est un système permettant de convertir une énergie d'un domaine physique à un autre. Le matériau piézoélectrique est donc un transducteur électromécanique qui permet une conversion d'énergie entre le domaine électrique et mécanique et *vice versa*. Néanmoins, le terme « transducteur » sera utilisé pour un système plus complet autour de ce matériau représenté figure 1.8 et composé :

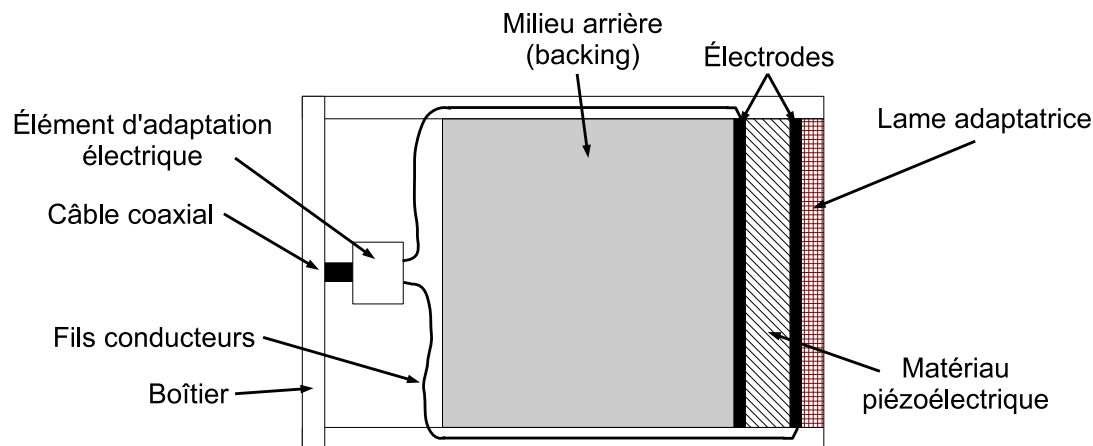


FIGURE 1.8 – Représentation d'un transducteur ultrasonore plan classique

- d'un milieu arrière qui permet l'absorption des ondes acoustiques,
- d'une lame adaptatrice pour l'adaptation d'impédance acoustique,
- et d'un élément pour l'adaptation d'impédance électrique.

Ce schéma de transducteur est fait pour fonctionner avec le mode épaisseur du matériau piézoélectrique, décrit dans la partie précédente. Dans un premier temps, les grandeurs physiques d'intérêt pour l'évaluation des performances d'un transducteur sont décrites. Puis, le rôle des éléments ajoutés autour du matériau piézoélectrique dans l'amélioration des paramètres d'évaluation est expliqué.

1.2.1 Les caractéristiques du transducteur

En général, les transducteurs sont évalués sur des paramètres électromécaniques (appréciation de la conversion d'énergie) comme la fréquence de résonance, la bande passante et la sensibilité ainsi que des paramètres acoustiques, en mesure directe, tels que les résolutions axiale et latérale ou la profondeur de champ.

Propriétés électromécaniques Pour accéder aux propriétés fréquentielles, la réponse électroacoustique (REA) doit être mesurée. Le mesure de la REA se fait généralement dans l'eau puisque son impédance acoustique est proche de celle du corps humain pour les applications en imagerie médicale. Il est ensuite placé avec sa face avant parallèle à un miroir acoustique. Le miroir acoustique a pour rôle de réfléchir l'énergie qui lui est envoyée. Il aura donc une impédance très différente de l'eau (cf relation (1.20)). Enfin, grâce à un oscilloscope et un générateur, le signal électrique émis $V_{\text{émis}}$ et le signal électrique de réception $V_{\text{écho}}$, appelé « écho », sont visualisés. Cette mesure est illustrée figure 1.9. Le régime impulsionnel, avec une impulsion électrique en signal d'entrée, est le plus utilisé et cette mesure s'appelle le « pulse-echo ». Autrement, un *burst* peut être envoyé pour imposer une fréquence précise au transducteur. Il s'agit d'un signal sinusoïdal parfait avec un nombre de cycles fini. Cette mesure s'appellera, dans ce manuscrit, le « burst-echo ». Ce dernier type de mesure est plus précis mais beaucoup moins rapide. En effet, la REA (ou

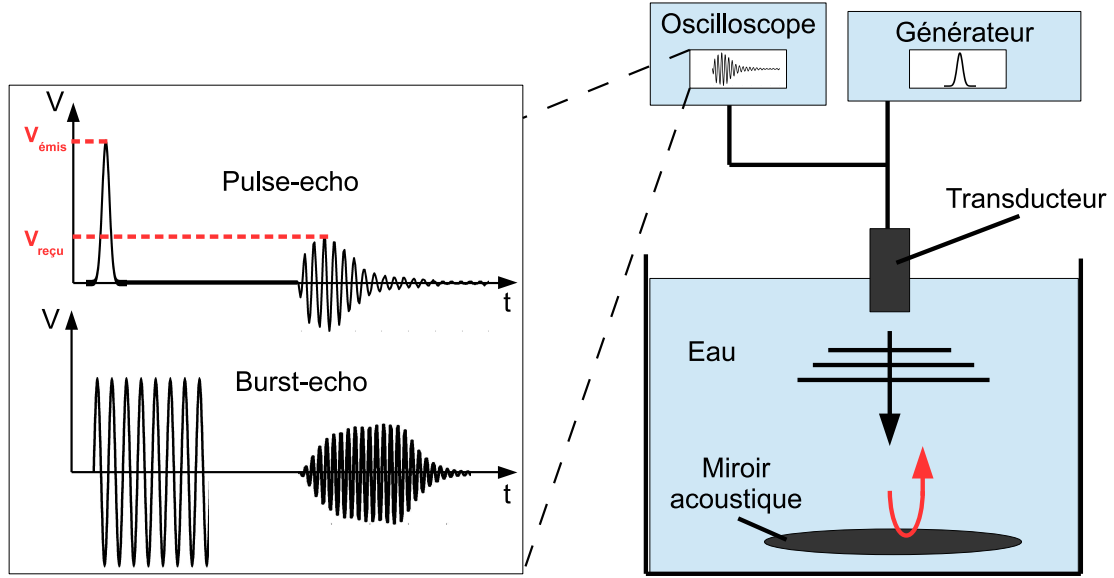
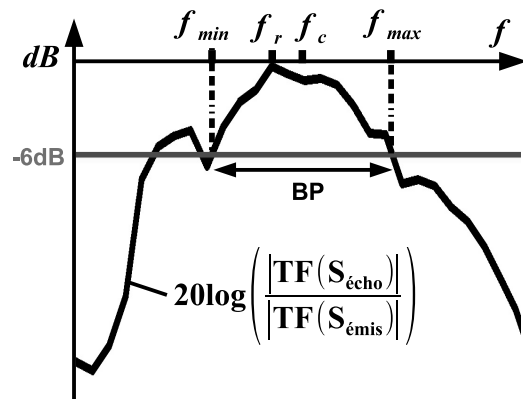


FIGURE 1.9 – Schéma d'une mesure de réponse électro-acoustique.

spectre fréquentiel) est construite fréquence par fréquence, ce qui signifie que le nombre de mesures à faire correspond au nombre de fréquences désirées (il faut donc du temps). La précision est néanmoins augmentée car toute l'énergie envoyée en entrée du transducteur est concentrée dans une seule fréquence et plus il y a d'énergie pour une mesure, plus la mesure est précise. C'est donc à l'utilisateur d'évaluer son compromis temps/précision. Lorsqu'une des deux mesures est faite, les paramètres qui suivent sont définis sur les transformées de Fourier (TF) de ces signaux électriques d'entrée et de sortie. Pour obtenir le spectre fréquentiel final correct H , la TF de l'écho doit être systématiquement normalisée par la TF du signal émis. H est habituellement tracé sous la forme logarithmique ($20 \log(|H|)$) qui a donc des valeurs négatives et exprimées en dB. La valeur maximale de ce spectre sera obtenue pour la fréquence de résonance f_r du mode de vibration le plus rayonnant qui est le mode épaisseur pour ce type de transducteur. Lorsque H est normalisé par rapport à sa valeur maximale, il existe un intervalle de fréquences dans lequel toutes les valeurs de H sont supérieures à -6dB. Cet intervalle $[f_{min}, f_{max}]$ s'appelle la bande passante (BP). La fréquence centrale du transducteur f_c est le centre de cet intervalle qui n'est pas forcément égal à f_r . La bande passante relative à -6dB se définit alors par

$$BP_{-6dB} = (f_{max} - f_{min})/f_c \quad (1.35)$$

Toutes ces grandeurs sont résumées sur la figure 1.10. La BP peut se définir selon différents seuils de sensibilité. Les BP à -20dB et -40dB sont aussi étudiées en imagerie médicale. Pour mesurer une BP, le pulse-echo est suffisant puisque le spectre est systématiquement normalisé donc le niveau absolu n'est pas nécessaire. L'autre grandeur importante est la sensibilité. Elle peut s'exprimer en fonction du rap-



port de l'amplitude maximale $A_{\text{reçu}}$ de l'écho du signal électrique dans la domaine temporel sur l'amplitude maximale du signal électrique temporel envoyé $A_{\text{émis}}$ soit :

$$\text{Sensibilité} = 20 \log \left(\frac{A_{\text{reçu}}}{A_{\text{émis}}} \right)$$

D'autre part, la sensibilité en fréquence peut être également utilisée et sera simplement la valeur maximale en décibels du spectre fréquentiel à la fréquence f_r . Dans ce cas, la valeur absolue du spectre pour une fréquence est extrêmement important. Cette mesure sera donc faite en burst-écho.

Les paramètres de caractérisation du transducteur expliqués ici seront les principaux critères d'appréciation dans ce manuscrit.

Propriétés acoustiques Les critères d'évaluation spatiale se déterminent grâce à des mesures directes du champ de pression créé par le transducteur. C'est l'étude du faisceau acoustique formé. Cette mesure s'effectue grâce à un hydrophone qui balaie l'espace face au transducteur pour récupérer la pression maximale en chaque point. C'est une mesure par transmission à l'inverse d'une mesure par réflexion comme celle de la REA ou de la sensibilité.

Le faisceau acoustique formé peut être focalisé ou non. Si le transducteur est fabriqué tel que sur la figure 1.8, il s'agit d'un transducteur plan. Le front d'onde sera plan et il n'y aura pas de point particulier dans l'espace où la pression sera maximale. En revanche, si, par diverses techniques, des interférences dans le milieu de propagation se font de façon constructive, apparaîtra alors un point spécifique de l'espace où la pression sera maximale (P_{max}) : le point focal (même définition pour les ondes électromagnétiques). Cette focalisation peut être physique en ajoutant une lentille ou en courbant la face avant du transducteur, mais aussi électronique en excitant plusieurs transducteurs plans côte à côte, avec des retards temporels calculés pour des interférences contrôlées (barrette linéaire).

Expérimentalement, la tâche focale est définie comme le volume autour du point focal P_{max} , comme l'illustre la figure 1.11. Les limites de ce volume sont à choisir mais, généralement, les points de l'espace où la pression P est égale à $P_{\text{max}/2}$ sont choisis comme limite. La

tâche focale est alors appelée également « volume à -6dB ». Toutes les pressions des points P_{int} de ce volume vérifient donc :

$$\frac{P_{\text{max}}}{2} < P_{\text{int}} < P_{\text{max}} \quad (1.36)$$

À partir de la définition de la tâche focale, 3 caractéristiques peuvent être extraites : 2 résolutions latérales et la profondeur de champ. Il s'agit simplement des 3 paramètres

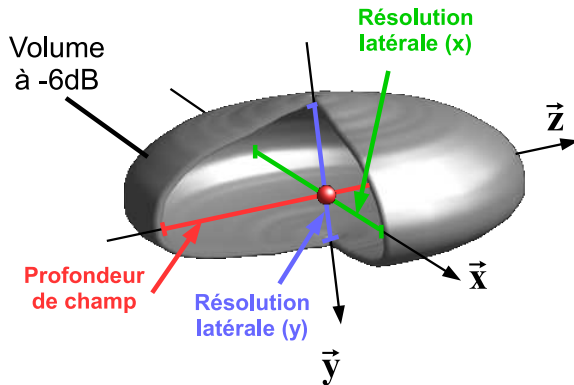


FIGURE 1.11 – Illustration d'une tâche focale en 3 dimensions où le centre du repère (sphère rouge) est la valeur maximale de la pression P_{max} .

caractéristiques d'un ellipsoïde. En prenant l'axe \vec{z} du repère comme la normale à la surface du transducteur produisant la tâche focale de la figure 1.11, le paramètre carac-

téristique selon cette direction est appelé profondeur de champ (ou résolution axiale). Les deux autres caractéristiques de l'ellipsoïde sont les résolutions axiales. Elles sont représentées sur la figure 1.11. Pratiquement, la résolution axiale peut se déterminer sur l'enveloppe de l'écho tel qu'il est défini sur la figure 1.9. Cette enveloppe atteint un maximum d'amplitude $V_{\text{reçu}}$ pour un temps t_{max} . Les temps t_{inf} et t_{sup} encadrent t_{max} et l'enveloppe y vaut $V_{\text{reçu}}/2$. La différence de ces deux temps est $\Delta t_{\text{-6dB}}$. La résolution axiale R_{ax} se calcule alors de la manière suivante :

$$R_{ax} = \frac{v \times \Delta t_{\text{-6dB}}}{2} \quad (1.37)$$

où v est la vitesse de propagation de l'onde dans le milieu. Pour les deux types de résolution (latérale et axiale), plus leur valeur est faible et plus la capacité à distinguer deux objets proches sera grande.

1.2.2 La structure d'un transducteur standard

Maintenant que les paramètres d'évaluation d'un transducteur électromécanique ont été définis, nous allons voir de quelle manière chaque élément constituant le transducteur final améliore ces performances.

La lame adaptatrice L'adaptation acoustique en face avant du transducteur est souvent nécessaire pour un transfert optimal de l'énergie acoustique. En effet, l'impédance acoustique d'un matériau piézoélectrique est environ de 34MRa et, dans les applications sous-marines ou médicales, le milieu de propagation a une impédance acoustique de 1.5MRa (impédance de l'eau). Cette différence d'impédances empêche une bonne transmission d'énergie (équation (1.20)). La solution est d'intercaler une lame qui vérifie [19], en régime harmonique :

- $e_{\text{lame}} = \lambda_{\text{lame}}/4$, où e_{lame} est l'épaisseur de la lame adaptatrice et λ_{lame} la longueur d'onde de l'onde s'y propageant.
- et $Z_{a,\text{lame}} = \sqrt{Z_{a,\text{piezo}} \times Z_{a,\text{milieu}}}$.

Cependant, les transducteurs sont utilisés en régime impulsionnel et la lame doit vérifier de nouvelles conditions pour lesquelles l'épaisseur reste proche du quart de la longueur d'onde et son impédance acoustique vaut $\sqrt[3]{Z_{a,\text{piezo}} \times Z_{a,\text{milieu}}^2}$. Au lieu de rajouter une seule lame, il peut y en avoir 2 voire plus pour une meilleure adaptation mais un compromis doit être trouvé entre la difficulté de fabrication et le gain en transmission.

Le milieu arrière Lors de la conception d'un transducteur, le deuxième élément important est le milieu arrière ou *backing*. En effet, collé sur l'autre face du matériau piézoélectrique, il a pour rôle d'absorber une partie de l'énergie émise par cette face. Comme le montre la figure 1.12, lorsqu'une impulsion acoustique est créée par le matériau piézoélectrique, une partie de l'énergie se propage vers la face avant du transducteur alors que

1.2. LE TRANSDUCTEUR ULTRASONORE

le reste se dirige vers la face arrière. Si le milieu arrière est mal adapté (figure 1.12.a), une grande partie de l'énergie qui s'y dirigeait est réfléchie à l'interface pour revenir vers la face avant. L'onde acoustique sortante de la face avant dure alors dans le temps. Une grande partie de l'énergie émise au départ est ainsi récupérée. A l'inverse (figure 1.12.b), avec un milieu arrière adapté, une grande partie de l'énergie émise est transmise au milieu arrière et sera dissipée. L'onde sortante sera alors de faible durée et moins énergétique. Quand l'onde sortante est de courte durée, la BP est plus large et la sensibilité plus faible que pour une onde sortant de durée plus longue qui aura une BP étroite et une grande sensibilité. Le choix du milieu arrière est donc un compromis entre la BP et la sensibilité.

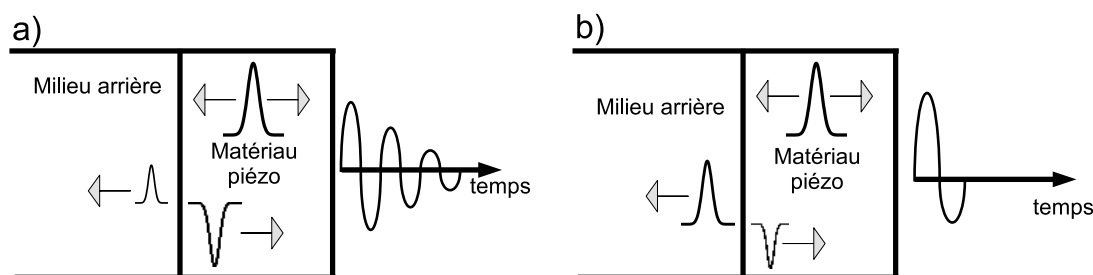


FIGURE 1.12 – Schéma de l'influence d'un milieu arrière a) non-adapté et b) adapté sur la propagation d'une impulsion acoustique.

L'adaptation électrique De même que pour l'adaptation d'impédance mécanique du transducteur vers le milieu de propagation, une adaptation d'impédance électrique est nécessaire pour un transfert optimal entre le transducteur et la source électrique. Habituellement, l'impédance électrique du système où se branche le transducteur est purement réelle et est égale à 50Ω . Adapter électriquement le transducteur consiste essentiellement à éliminer la partie imaginaire de son impédance électrique. Pour ce faire, une inductance en série ou en parallèle est ajoutée la plupart du temps. Pour approcher la valeur de la partie réelle, un transformateur peut être utilisé. Ce sont ici les moyens les plus simples mais l'adaptation électrique est généralement plus complexe qui dépend spécifiquement de chaque type de sonde fabriqué.

Chapitre 2

Composites piézoélectriques et céramiques texturées

Le matériau piézoélectrique étant le cœur du transducteur électromécanique, même si les éléments l'entourant améliorent ses performances, de nombreux scientifiques travaillent sur son amélioration. Dans cette optique, il existe la voie chimique pour « créer » un matériau à partir de nouveaux mélanges d'espèces chimiques ou la voie physique qui s'applique à la fabrication de matériaux composites artificiels qui est l'assemblage d'au moins deux composants non miscibles. C'est cette dernière voie qui nous intéresse pour la suite. Dans les composites piézoélectriques, la combinaison d'une phase polymère et d'une phase piézoélectrique est la plus largement répandue. L'intérêt de cette association est l'obtention de propriétés qui améliorent les performances du transducteurs. La sensibilité va dépendre essentiellement de la phase piézoélectrique alors que la phase polymère apportera une impédance acoustique faible et une meilleure flexibilité pour la fabrication de transducteurs incurvés.

2.1 Concept de connectivité

Pour décrire simplement l'agencement des phases polymère et piézoélectrique dans le matériau composite, Newnham [20] a défini le concept de connectivité. Lorsqu'un cube représentatif du matériau composite est considéré, la connectivité est le nombre de dimensions dans laquelle la phase est inter-connectée avec elle-même. Ce sera une connectivité i - j , où $i, j \in [0, 3]$ et sont des nombres entiers. Le premier chiffre décrit la phase piézoélectrique et le second, le polymère. Dans ce cas, il existe 10 connectivités différentes qui sont représentées figure 2.1. Les caractéristiques électro-mécaniques du composite piézoélectrique dépendent énormément de cet agencement. Les composites les plus performants pour les transducteurs à ce jour sont les composites piézoélectriques de connectivité 1-3 pour des raisons détaillées dans la section 2.2. Dans ce manuscrit, le modèle de composites à connectivité 0-3 est utilisé pour simuler le comportement des céramiques texturées qui ne sont cependant pas des composites. Il s'agit ici de composites pour la transduction ultrasonore. Cela ne veut pas dire que pour des applications différentes, les mêmes connectivités sont retenues comme peut le montrer le cas de la connectivité 2-2 dans le filtrage

fréquentiel [21].

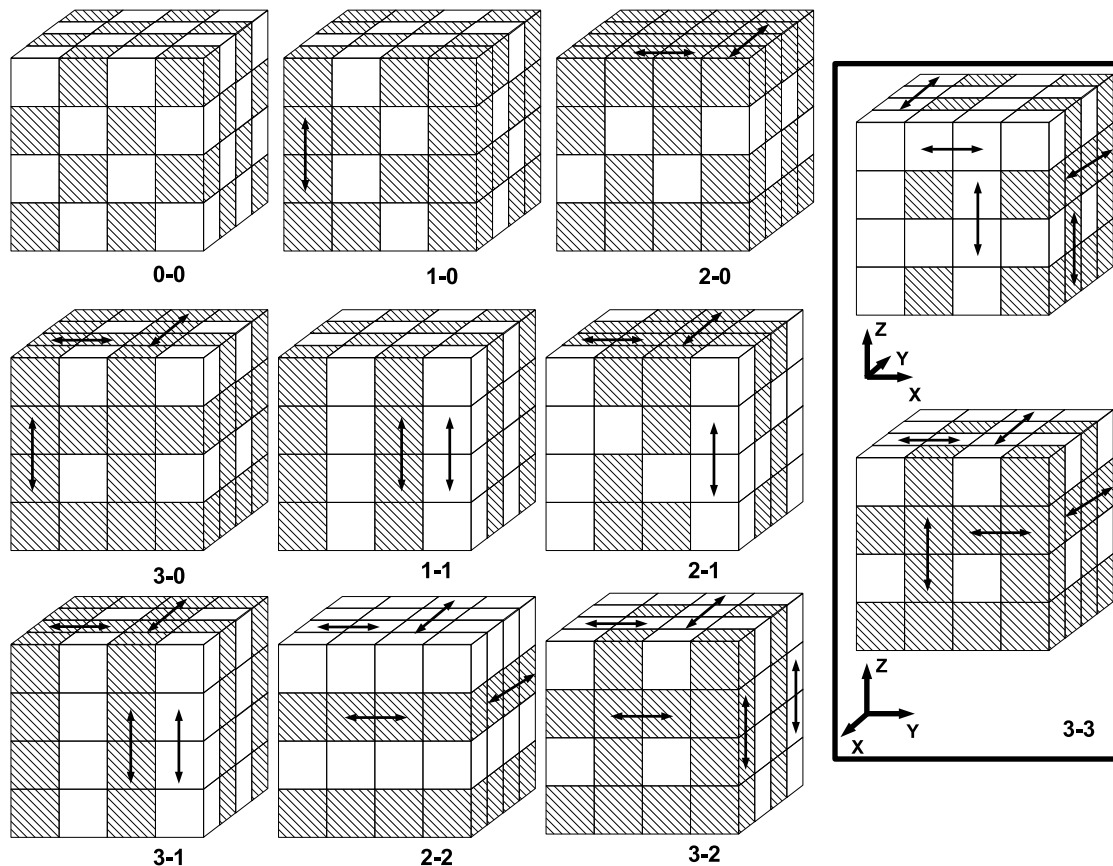


FIGURE 2.1 – Représentation des 10 connectivités possibles pour un composite piézoélectrique bi-phasique. Les flèches représentent les dimensions inter-connectées avec elles-mêmes.

2.2 Composite de connectivité 1-3

L'intérêt du composite piézoélectrique de connectivité 1-3 est sa grande sensibilité par rapport au même matériau piézoélectrique seul, ainsi que sa faible valeur d'impédance acoustique grâce à l'introduction du polymère. La sensibilité du matériau est directement liée à la valeur de son coefficient de couplage du mode longitudinal en épaisseur k_t . En imagerie, les transducteurs ultrasonores sont optimisés pour fonctionner avec ce mode épaisseur mais certains *design* s'appuient sur d'autres modes comme le k_{33} ou k'_{33} .

2.2.1 Conditions pour un composite 1-3 efficace

Dans un premier temps, un composite piézoélectrique de connectivité 1-3 type est représenté figure 2.2 avec la définition de deux distances caractéristiques qui sont le « kerf »

2.2. COMPOSITE DE CONNECTIVITÉ 1-3

(rainure en français) et le « pitch » (pas en français). Il s'agit donc de barreaux à section carrée de matériau piézoélectrique plongés dans un polymère. Sur la représentation du composite 1-3, ces barreaux ont un arrangement périodique mais la réalité peut être tout autre comme le montre la fabrication de certains prototypes [22].

Pour que ce type de composite soit performant, il est nécessaire que son k_t soit élevé. Le mode épaisseur du composite doit son existence au mode longitudinal se propageant selon la longueur du barreau piézoélectrique que l'on appellera le mode barreau dans ce manuscrit et dont le coefficient de couplage s'écrit k_{33} . Il est donc évident que la justification de la fabrication d'un composite 1-3 tient au fait que le k_{33} du matériau piézoélectrique doit être supérieur à son propre k_t , ce qui est normalement le cas mais des mesures contradictoires (Chapitre 5) montrent le contraire. Il est facile de le savoir si ses caractéristiques sont connues car les expressions analytiques de ces deux coefficients de couplage sont :

$$k_{33}^2 = \frac{d_{33}^2}{s_{33}^E \epsilon_{33}^T} \quad \text{et} \quad k_t^2 = \frac{e_{33}^2}{c_{33}^D \epsilon_{33}^S} \quad (2.1)$$

Un autre paramètre important dans la conception de composites est la fraction volumique de matériau piézoélectrique et se définit par :

$$v_f = \frac{v^p}{(v^p + v^r)^2} \quad (2.2)$$

où v^p est le volume de matériau piézoélectrique et v^r est le volume du polymère qui est, dans la plupart des cas, de la résine. Grâce à un modèle d'homogénéisation [23, 24], il est possible de prévoir les caractéristiques électromécaniques du composite final en fonction de la fraction volumique v_f si les caractéristiques des deux phases sont connues. Pour comprendre l'effet de la fraction volumique sur le k_t du composite, ce coefficient de couplage a été tracé figure 2.3 pour une céramique PZT standard et de la résine epoxy. Ce couple de matériau est le plus utilisé pour ses hautes performances. Plusieurs connectivités sont comparées et les performances de la connectivité 1-3, pour toutes fractions volumiques confondues, sont au-dessus. Les points remarquables sont la valeur nulle du k_t pour $v_f = 0$ car la résine n'est pas piézoélectrique et la valeur du k_t pour $v_f = 1$ qui n'est autre que la valeur du k_t du matériau piézoélectrique seul. Entre ces deux valeurs, le k_t passe par un maximum autour de $v_f = 0.6$. En général, sur ce type de courbe, il existe toujours un plateau dans un intervalle de fraction volumique proche de $[0.3, 0.8]$. Dans cet intervalle, la valeur de k_t du composite est quasiment égale au k_{33} du matériau piézoélectrique. La courbe noire en pointillés est le cas d'une connectivité 1-3 et illustre le cas d'un matériau dont le k_{33} est inférieur à son k_t . La fabrication d'un composite 1-3 pour ce matériau n'a donc aucune utilité.

2.2.2 Fabrication

Le mode de fabrication des composites 1-3 influence leurs propriétés finales. Pour en comprendre les raisons, les différentes méthodes sont détaillées dans cette partie.

La méthode « Dice and Fill » Proposée par Savakus [25], cette méthode de fabrication est la plus largement répandue pour des raisons de facilité de mise en œuvre et elle est

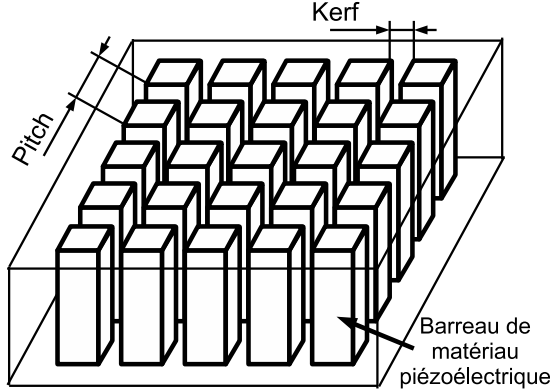


FIGURE 2.2 – Schéma d'un composite piézoélectrique de connectivité 1-3.

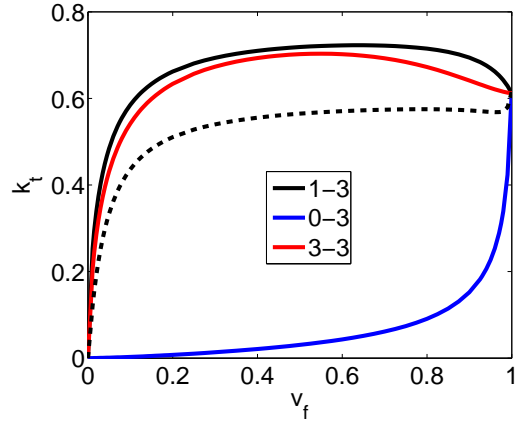


FIGURE 2.3 – Coefficient de couplage k_t du composite 1-3 en fonction de la fraction volumique v_f pour du PZT/Epoxy (trait plein) et KNN/Epoxy (trait pointillé).

donc de faible coût. Dans un premier temps, il est nécessaire de se procurer une plaque de matériau piézoélectrique dont la surface conditionnera la taille finale du composite 1-3. Ses dimensions latérales doivent être plus de 8 fois supérieures à son épaisseur pour que les modes radiaux soient découplés du mode épaisseur [15]. Ensuite, une scie fait des rainures pour laisser une série de barreaux qui aura donc un agencement régulier. C'est l'étape « Dice » traduit en français par « découper en dés ». Une fois les plots découpés, le polymère en phase liquide est coulé dans les rainures faites par la scie. Sa polymérisation n'a lieu qu'après son coulage. Il s'agit de l'étape « Fill » ou « remplir » en français. Le principe général a été expliqué ici mais il existe évidemment de nombreuses variantes [26, 27, 28, 29]. Le schéma récapitulatif de la méthode est représenté figure 2.4.a).

La méthode par lamination En 1985, un brevet américain propose une nouvelle méthode de fabrication [30] qui s'appelle la technique par lamination et Smith insiste sur les atouts de cette méthode [31]. Cette technique sera surtout utilisée quelques années plus tard pour la fabrication de composites de grande surface à base de monocristaux [32, 33] puisque les monocristaux produits ne peuvent pas avoir de dimensions suffisantes pour un découpage en « Dice and Fill ».

Il s'agit tout d'abord de faire un empilement en alternant une couche de polymère et une couche de matériau piézoélectrique (étape 1 de la figure 2.4.b)). Ceci fait, l'empilement est découpé en tranche dans le sens de sa hauteur (étape 2) puis des couches de polymère sont intercalés (étape 3). Enfin, un re-découpage est nécessaire (étape 4) pour obtenir le composite 1-3 (étape 5). Une variante de cette méthode est utilisée durant ce travail de thèse pour la fabrication d'une nouvelle structure de composite 1-3. Elle sera détaillée le moment voulu.

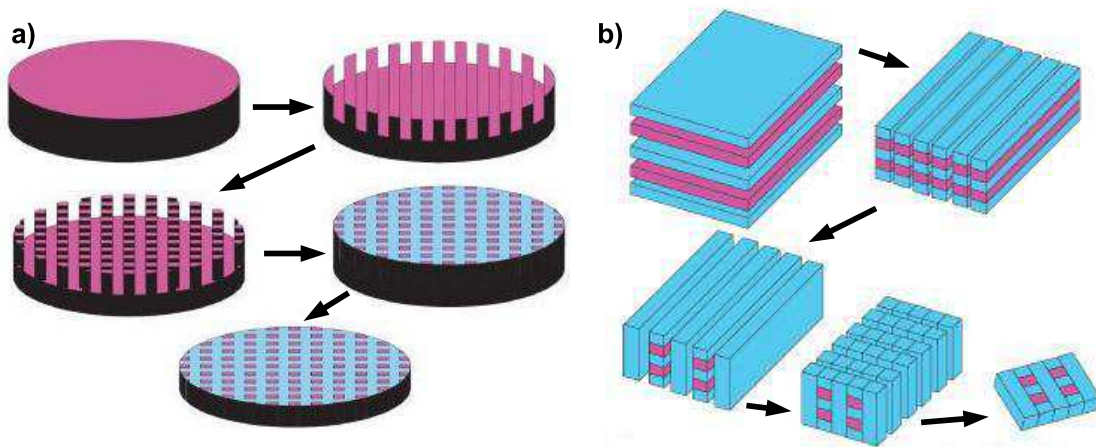


FIGURE 2.4 – Schéma des méthodes de fabrication des composites 1-3 par a) « Dice and Fill » et b) lamination. Le polymère est en bleu et le matériau piézoélectrique en rose. [34]

2.2.3 Les modes parasites

Dans le cas des composites 1-3 avec des plots de céramiques régulièrement espacés, la périodicité de la structure permet l'existence de certains modes transverses. Ils sont appelés les modes parasites car ils détériorent les performances du composite 1-3. Ces modes ont aussi le qualificatif « latéral » car la périodicité de la structure qui permet leur existence est dans le plan parallèle aux électrodes.

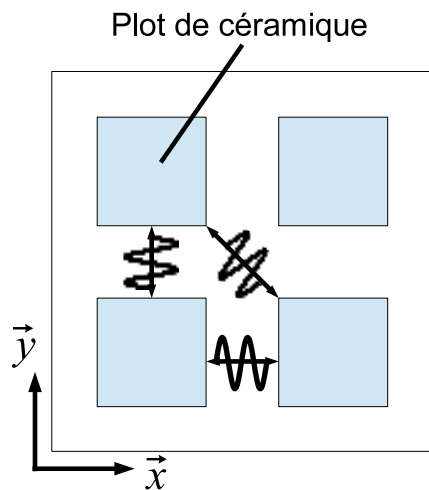


FIGURE 2.5 – Les deux premiers modes latéraux dans un composite 1-3.

La création des modes latéraux Ces modes parasites se créent grâce au couplage de deux effets qui sont :

- la réflexion due à une rupture d'impédance à l'interface entre le polymère et la céramique
- et la diffraction de Bragg qui se produit dans un réseau périodique.

Gururaja *et al.* [35] ont été les premiers à identifier les deux premiers modes latéraux qui sont des ondes stationnaires se formant pour l'un selon la diagonale du plot et pour l'autre selon sa médiane (figure 2.5). Ils ont ensuite été étudiés théoriquement [36] en utilisant le formalisme de Bloch-Floquet appliqué à la propagation d'onde de Lamb dans de telles structures et donnent de bons résultats. Puis un modèle, basé sur l'analyse de la propagation des ondes transverses dans un milieu périodique 2D, améliore la

précision des résultats [37] pour les deux premiers modes latéraux. Grâce à ces modèles analytiques, les fréquences précises des modes latéraux peuvent être prédites. L'information qui en émane est la dépendance du mode latéral principalement à la largeur du kerf et donc des propriétés du polymère.

En parallèle, des études utilisant le calcul par éléments finis (voir chapitre 6) ont aussi été réalisées [38, 39, 40]. Ce travail complémentaire a pour but d'établir les conditions pour lesquelles les modes latéraux détériorent les performances de composite 1-3 en rendant la valeur du k_t plus faible ou en diminuant la bande passante. Cela arrive lorsque les modes latéraux sont trop proches en fréquence du mode utile (ou mode épaisseur). C'est ainsi que Hladky *et al.* préconise de respecter la condition :

$$\frac{h}{p} > 3 \quad (2.3)$$

où h est la hauteur du plot et p le pas de la structure. De cette manière, les modes latéraux sont assez éloignés pour ne pas détériorer le k_t du mode épaisseur. Cependant, ce critère est donné pour une fraction volumique v_f faible ($< 30\%$). En effet, lorsque v_f augmente, ce rapport peut être inférieur à 3. Hayward *et al.* [41] définissent la grandeur Q_{dil} qui quantifie le déplacement de la surface du composite de manière homogène (mode piston) grâce au calcul par éléments finis. Grâce aux valeurs des noeuds du maillage, Q_{dil} s'exprime par :

$$Q_{dil} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i A_i}{d_{max} A_t} \quad (2.4)$$

où d_i est le déplacement normal à la surface d'un noeud, A_i est l'aire entre quatre noeuds voisins, n le nombre de noeuds de la surface, d_{max} le déplacement maximal existant entre tous les noeuds et A_t l'aire totale de la surface. La valeur de Q_{dil} retenue dans ce travail pour considérer que la surface se déplace de façon homogène est 90%. Comme mentionné précédemment, ce genre de critère doit tenir compte de la fraction volumique du composite donc il est précisé que la fréquence du premier mode latéral f_{L1} doit vérifier également :

$$\begin{aligned} f_{L1} &> 2f_a \quad \text{pour } v_f > 20\% \\ f_{L1} &> 3f_a \quad \text{pour } v_f < 20\% \end{aligned}$$

où f_a est la fréquence d'antirésonance du composite. Les critères Q_{dil} et f_{L1} devant être respectés, ils introduisent le MPAR (**M**aximum **P**illar **A**spect **R**atio) qui n'est autre que la valeur limite de l'inverse du ratio défini en (2.3). Il est évident que des valeurs de MPAR indépendantes des caractéristiques des matériaux et dépendantes uniquement de la géométrie (hauteur, pas et fraction volumique) ne sont pas possibles. La publication d'abaques pour des couples de matériaux donnant ces MPAR est donc nécessaire comme le montre les premières études faites par Hayward *et al.* [41]. Pour conclure, la définition d'un paramètre, indépendant des matériaux, qui indique la limite précise de fonctionnement du mode épaisseur d'un composite semble difficile. Dans ce cas, la majorité des fabricants préfère utiliser la limite du cas le plus critique : $h/p > 3$.

La demande, dans le domaine de l'imagerie, d'une résolution toujours plus grande nécessite des transducteurs fonctionnant plus haut en fréquence. Pour ce faire, l'épaisseur des composites est réduite et le MPAR (ou équivalent) ne peut plus être respecté à cause des limites

2.3. CÉRAMIQUES TEXTURÉES

technologiques pour la fabrication par « Dice and Fill ». Ont démarré alors les recherches sur de nouvelles structures de connectivité 1-3 qui diminuent ou suppriment l'existence des modes latéraux.

La suppression des modes latéraux La première idée porte sur la forme des plots pour atténuer l'amplitude des ondes [39, 42, 43, 44]. L'effet des plots de formes carrée, triangulaire ou circulaire a été quantifié par des mesures de k_t du composite ou de l'amplitude de l'impédance électrique pour les modes latéraux. L'idée de plots en forme de pyramide a également émergé. La figure 2.6 résume les principales formes de plots essayées. Tous ces travaux se sont portés sur les formes des plots avec, à la clé, des fabrications de transducteurs avec ces mêmes composites [45]. L'effet positif de la géométrie des plots sur l'atténuation des modes latéraux n'est pas marqué, excepté pour Brown *et al.* avec la structure de la figure 2.6.d) où la bande passante n'est pas du tout affectée à l'inverse d'un composite équivalent avec des plots carrés.

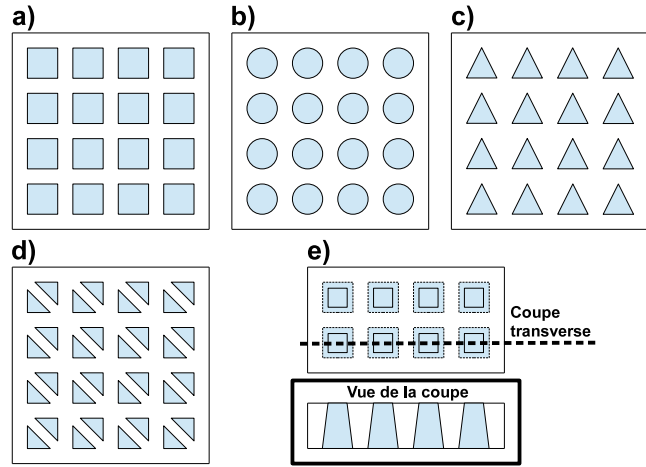


FIGURE 2.6 – Exemples basiques des différentes formes de plots des composites 1-3.

Avec l'apparition de nouvelles méthodes de fabrication [28], les scientifiques commencent à travailler sur la rupture de la périodicité du réseau. Ainsi, des composites piézoélectriques de connectivité 1-3 aléatoires ont vu le jour [46, 45, 22] et ces nouvelles structures sont visibles sur la figure 2.7. Yang *et al.* comparent leur structure à des structures équivalentes périodiques sur leur bande passante et l'allure de ces BP est nettement améliorée. Cette différence entre l'aléatoire et le périodique est moins visible sur la publication d'Harvey *et al.* Enfin, aucune comparaison avec un équivalent régulier n'est faite pour la structure, figure 2.7.b). Les moyens mis en oeuvre pour la fabrication de ces structures sont coûteux. Dans cette thèse, l'idée d'une structure aléatoire sera donc combinée avec une méthode de fabrication moins onéreuse qu'est la technique par lamination.

2.3 Céramiques texturées

La céramique texturée est un mélange de deux matériaux. Comme il sera expliqué par la suite, elle ne peut pas être considérée comme un matériau composite car les deux espèces peuvent réagir entre elles. Cependant, l'organisation de la structure finale est assimilée à une connectivité 0-3 ou 3-0 dans ce manuscrit pour la modélisation de son comportement. L'atout essentiel de ce type de matériau est l'obtention de caractéristiques piézoélectriques

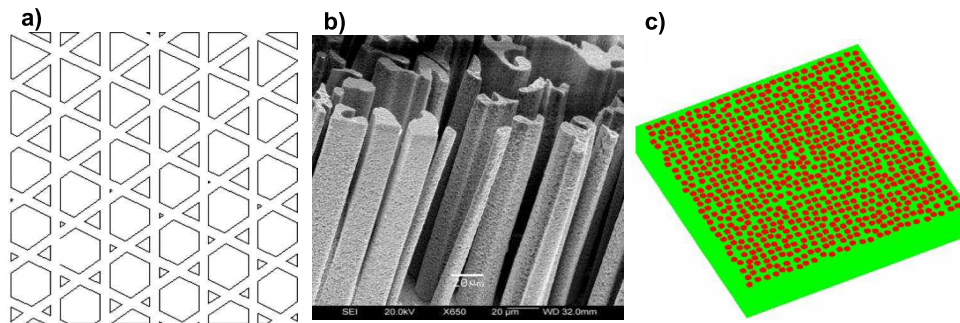


FIGURE 2.7 – Les structures piézoélectriques aléatoires de connectivité 1-3 de a) Yang *et al.* [45], b) Jiang *et al.* [22] et c) Harvey *et al.* [46].

aussi bonnes que les monocristaux qui sont, comme expliqué dans la partie 1.1.1, la référence en terme de performance. En 1998, Tani [47] montre que si les grains de monocristal sont orientés dans la céramique, les propriétés piézoélectriques sont augmentées.

Fabrication Le principe de fabrication d’une céramique texturée est l’introduction de particules de céramiques de grande taille qui se nomment des « templates » dans une poudre de céramique qui se trouve aussi sous le nom de « matrice ». Ces templates sont généralement de forme lamellaire, de type plaquette. Leur rôle est de favoriser la croissance de nouvelles phases dans une direction bien déterminée et d’améliorer l’orientation des grains de la matrice environnante dans la même direction. Pour évaluer l’orientation globale des templates et des grains de la matrice dans la direction privilégiée, le taux de texturation est défini comme le pourcentage de ces entités orientées dans la bonne direction.

La méthode essentiellement utilisée pour la fabrication des céramiques texturées est la TGG (**T**emplated **G**rain **G**rowth). Suvaci *et al.* [48] ont montré que les templates croissent mieux dans une poudre de céramique très dense. Lorsque l’opération de densification est faite, les grains de la matrice et les templates vont croître durant le frittage. Il s’agit d’une montée en température qui peut s’accompagner d’une mise sous pression de la céramique. Sous l’effet de la chaleur, les grains de la matrice vont se « souder » pour former un ensemble compact à l’inverse d’une simple poudre. Durant le frittage, la croissance des grains et des templates va s’effectuer grâce à la phase liquide qui se trouve entre eux avec laquelle ils réagissent et ils vont également se ré-orienter. Pour l’optimisation de ce procédé, le contrôle de la quantité de la phase liquide et la dispersion homogène des templates dans la matrice sont essentiels. Le même matériau peut être utilisé pour la poudre et les templates comme il est souvent fait avec la BaTiO_3 . Cependant, l’utilisation de deux matériaux différents peut être avantageuse si les matériaux réagissent entre eux pour une meilleure croissance et plus rapide, comme par exemple le BNT-BT.

En voyant la composition et la méthode de fabrication des céramiques texturées, il est maintenant plus clair qu’elles puissent être assimilées à un type de composite piézoélectrique de connectivité 0-3 avant frittage et 3-0 après frittage. L’intérêt est de vérifier si le modèle d’homogénéisation [24] qui est utilisé pour les composites peut s’appliquer aux céramiques texturées.

Chapitre 3

Transducteurs ultrasonores à base de matériaux piézoélectriques sans plomb

Ce chapitre a pour but de recenser les performances des matériaux piézoélectriques sans plomb déjà publiées dans la littérature. Il n'a pas pour objectif de le faire de façon exhaustive mais, en ne relevant que les matériaux qui ont ensuite été utilisés et intégrés dans la fabrication de transducteurs ultrasonores. Il sera donc composé de 2 parties principales. La première décrit les performances des matériaux piézoélectriques obtenus sous différentes formes puis la seconde donne les caractéristiques des transducteurs intégrant ces matériaux.

3.1 Matériaux sans plomb

Plusieurs articles de revue sur ces matériaux piézoélectriques ont déjà été publiés [5, 49, 50, 51]. Ils listent toutes les compositions explorées avec la délivrance de quelques caractéristiques. Comme précisé précédemment, nous nous attacherons ici à ne retenir que les matériaux utilisés pour la fabrication de transducteurs. La description faite ci-dessous des performances de ces matériaux s'est effectuée en les regroupant par type de structure : les céramiques, les monocristaux, les piezocomposites 1-3 et les céramiques texturées.

3.1.1 Céramiques

Pour les céramiques piézoélectriques sans plomb, il existe aujourd'hui deux principales familles qui sont le BaTiO_3 (BT), découvert en 1950 [52, 53] et le KNbO_3 (KN), en 1951 [54]. Il s'agit de structures pérovskites. L'intérêt porté à ces matériaux a fortement augmenté à partir des années 2000 et aujourd'hui, les matériaux (céramiques ou monocristaux) qui délivrent de bonnes propriétés piézoélectriques sont fabriqués à partir de compositions chimiques complexes dérivées. Le tableau 3.1 résume les propriétés mécaniques, diélectriques et piézoélectriques de matériaux déjà publiés par la communauté scientifique internationale. Dans ce tableau, seuls les matériaux utilisés par la suite pour la fabrication de transducteurs

ultrasonores ont été recensés. De plus, les caractéristiques d'un PZT standard (Ferroperm PZ27 [55]) ont été ajoutées afin de servir de référence.

En 2004, Saito *et al.* [56] montrent que la combinaison du KNbO_3 et NaNbO_3 avec le LiTaO_3 (LT) et le LiSbO_3 (LS) est prometteuse pour l'obtention de hautes caractéristiques piézoélectriques. Depuis, les céramiques à base de $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ (KNN) sont devenues un axe de recherche très important. Tardivement (en 1998), les matériaux $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})\text{TiO}_3$ (NBT) [57] et $(\text{K}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})\text{TiO}_3$ (KBT) [58] suscitent à nouveau l'attention des chercheurs au vu de leurs possibilités alors qu'ils étaient déjà connus depuis 1961 [53].

Pour les compositions à base de BT, les propriétés du BZT-50BCT (n°C1 du tableau 3.1) sont vraiment très prometteuses, spécialement la valeur de son coefficient piézoélectrique d_{33} qui est supérieure à celle du PZ27. Ce nouveau matériau a été découvert en 2009 par Liu *et al.* [59]. Ils prévoient des d_{33} entre 1500 et 2000 pC/N pour la forme monocristalline de cette composition. Sa haute valeur de constante diélectrique est aussi un avantage pour son intégration dans des transducteurs dont les éléments sont de faibles tailles. En général, les k_t des céramiques BT sont supérieurs à 40% voire 50% pour le cas particulier d'un BNKLT (n°C3).

La variation des valeurs des k_t pour les céramiques à base de KN est plus large mais reste, en moyenne, supérieure à 40%. Les valeurs de k_{33} des compositions n°C8 et C11 sont remarquables car elles atteignent 60%. Comme pour les céramiques BT, les constantes diélectriques couvrent une large gamme de valeurs allant de 400 à 1500. La figure 3.1.a) est une photographie de la microstructure de la céramique n°C6 (tableau 3.1) possédant un coefficient de couplage en mode épaisseur supérieur à 50%. Nous pouvons noter que les compositions n°C2 et C3 (tableau 3.1) sont similaires (BNKLT) et possèdent des propriétés très proches, en particulier si la composition dénommée BNKLT-76 [60] (non mentionnée dans le tableau 3.1) est prise ($d_{33}=174\text{pC/N}$, $k_t=0.522$ et $k_p=0.367$). Ces résultats montrent une reproductibilité des propriétés pour des céramiques fabriquées par des laboratoires différents. Enfin, pour 3 des compositions de céramiques mentionnées dans le tableau 3.1 (n°C11, C12 et C13), les auteurs montrent l'influence importante sur les propriétés piézoélectriques des variations minimales de compositions pour le KNN-LT-LS.

3.1.2 Monocristaux et polymères

Parmi les monocristaux (tableau 3.1), le ZnO et LiNbO_3 sont utilisés depuis longtemps comme le prouve certains travaux datant de 1966 [61, 62]. Le ZnO , malgré un k_t assez faible, est un matériau très bien adapté pour la fabrication de films épais comme le montre la photo figure 3.1.b) dont l'épaisseur est de $18\mu\text{m}$. Le LiNbO_3 a, pour sa part, un coefficient de couplage comparable aux céramiques sans plomb (49%). Il est d'ailleurs encore très utilisé pour la conception des transducteurs haute fréquence. Se positionnant comme de nouvelles alternatives à ces deux monocristaux, le KNbO_3 et le NBT-BT présentent un meilleur k_t avec notamment celui du KNbO_3 qui est largement supérieur à ceux des matériaux à base de plomb. À l'inverse des céramiques, les constantes diélectriques sont très faibles, ce qui peut être critique pour certaines applications de transduction haute-fréquence (HF). Enfin, les polymères PVDF [63] et copolymères PVDF(TrFe) sont des matériaux piézoélectriques toujours utilisés pour la fabrication de transducteur haute-fréquence. En effet, malgré des valeurs de k_t et ϵ_r faibles, ils sont disponibles en fines feuilles (de quelques microns à

3.1. MATÉRIAUX SANS PLOMB

quelques dizaines de microns), malléables pour la fabrication de transducteurs focalisés et ils possèdent une faible impédance acoustique. Ces caractéristiques sont également mentionnées dans le tableau 3.1.

Le monocristal KNbO_3 , par sa haute valeur de k_t , sera le matériau sans plomb principalement étudié dans ce manuscrit. La recherche bibliographique correspondante est détaillée dans la partie 5 qui lui est dédiée. Les valeurs de k_t qu'il peut fournir dépassent celles des monocristaux à base de plomb [64].

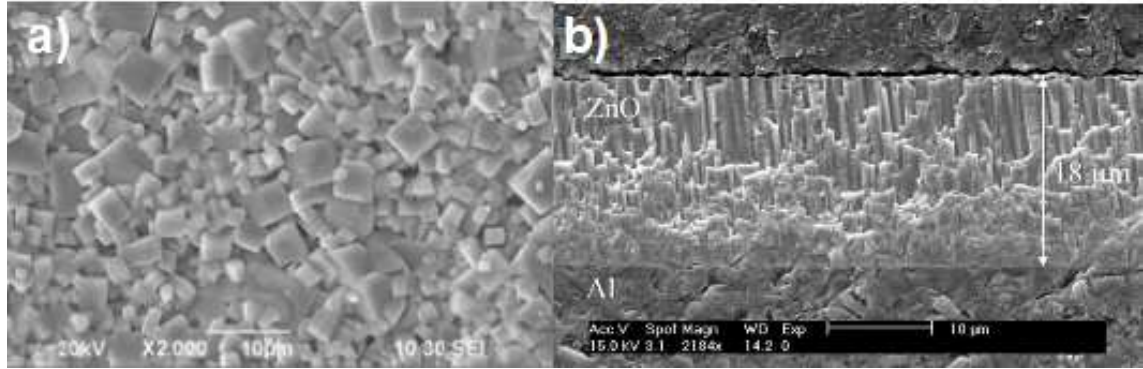


FIGURE 3.1 – Photos des structures de a) KNLN-NS [65] et de b) ZnO [66] avec le substrat d'aluminium et la couche supérieure de parylène.

3.1.3 Composites piézoélectriques de connectivité 1-3 et céramiques texturées

Quelques compositions du tableau 3.1 ont été utilisées pour la fabrication de composite 1-3 (tableau 3.2). Comme souvent, les k_t sont augmentés par rapport aux céramiques seules avec des valeurs supérieures à 70%. À l'inverse, la constante diélectrique diminue logiquement mais en gardant tout de même des valeurs assez élevées. Les fractions volumiques du matériau piézoélectrique dans le composite sont ici assez variables (entre 25% et 52%). Notons également que le composite n°C20 (contrairement aux 2 autres mentionnés dans le tableau 3.2) n'a pas été fabriqué par « Dice and Fill » [25] mais en alignant des fibres piézoélectriques de façon aléatoire dans une matrice polymère (voir la photographie de la figure 3.2). Enfin, n'oublions pas les céramiques texturées qui sont les moins nom-

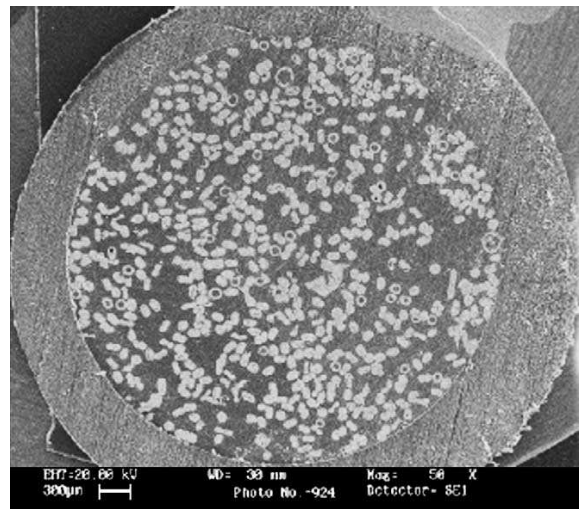


FIGURE 3.2 – Photo d'un composite 1-3 de fibres céramiques/epoxy [84].

TABLE 3.1 – Caractéristiques piézoélectriques des matériaux sans plomb utilisés dans la fabrication de transducteurs ultrasonores.

(d_{33} : constante piézoélectrique, ϵ_r : constante diélectrique relative $\epsilon_{33}^{S,T}/\epsilon_0$, k_t (resp. k_p et k_{33}) : coefficient de couplage électromécanique du mode épaisseur (resp. du mode radial et du mode barreau), $\tan \delta$: pertes diélectriques à une fréquence donnée.)

N°	Matériau	d_{33} (pC/N)	k_t	k_p	k_{33}	ϵ_r	$\tan \delta$
C0	PZ27 [55]	425	0.469	0.592	0.699	914 (ϵ_{33}^S)	0.017 (1kHz)
	Céramiques						
C1	BZT-50BCT [67]	597	0.41	-	-	2817 (ϵ_{33}^S)	0.02 (1kHz)
C2	BNKLT-88 [60]	84	0.45	0.177	0.47	353 (ϵ_{33}^S)	0.017 (1kHz)
C3	BNKLT [68]	163	0.524	0.328	-	785 (ϵ_{33}^T)	0.022 (1kHz)
C4	BSZT [69]	300	0.45	-	-	1346 (ϵ_{33}^S)	0.025 (5MHz)
C5	BNT [70]	-	-	-	-	1018 (ϵ_{33}^T)	0.058 (1kHz)
C6	KNLN-NS [65]	305	0.51	0.51	-	1502 (ϵ_{33}^T)	0.023 (-)
C7	KNN-LSO [71]	-	-	-	-	766 (ϵ_{33}^S)	0.07 (1kHz)
C8	KNN-CN [72]	93	0.45	0.40	0.57	432 (-)	-
C9	KNN-SO [73]	166	0.47	0.49	-	586 (-)	0.017 (-)
C10	KNN-LT [74]	245	0.42	-	-	890 (ϵ_{33}^S)	0.045 (-)
C11	KNN-LT-LS [75]	300	0.45	0.44	0.60	1590 (ϵ_{33}^T)	0.017 (1kHz)
C12	KNN-LT-LS [76]	210	0.369	0.348	0.491	1173 (ϵ_{33}^T)	0.026 (1kHz)
C13	KNN-LT-LS [77]	175	0.39	0.25	-	506 (ϵ_{33}^S)	0.023 (1kHz)
C14	KNN/BNT [78]	-	-	-	-	848 (ϵ_{33}^T)	0.029 (1kHz)
	Monocristaux						
C15	KNbO ₃ [79]	62	0.67	-	0.78	139 (ϵ_{33}^T)	0.2 (1kHz)
C16	NBT-BT [80]	210	0.52	-	-	80 (ϵ_{33}^S)	-
C17	ZnO [81]	26	0.28	-	-	-	-
C18	LiNbO ₃ [82]	35	0.49	-	-	39 (ϵ_{33}^S)	-
	Polymères						
C19	P(VDF-TrFe) [83]	-	0.3	-	-	5(-)	-

3.2. TRANSDUCTEURS MONO- ET MULTI-ÉLÉMENTS

TABLE 3.2 – Caractéristiques piézoélectriques de composites 1-3 et céramiques texturées déjà utilisés dans la fabrication de transducteurs ultrasonores.

(Q_m : facteur de qualité mécanique, v_f : Fraction volumique, LF : Facteur de Lotgering)

N°	Matériau	d_{33} (pC/N)	k_t	k_p	ϵ_r	Q_m	
	Composites 1-3						v_f
C20	BNBT-6 [84]	72	0.71	-	588(-)	-	0.3
C21	NKLNT [88]	140	0.655	-	302 (ϵ_{33}^T)	18	0.25
C22	NBT-BT [89]	360	0.73	-	600 (ϵ_{33}^T)	-	0.52
	Céramique texturée						LF
C23	BNKLT [90]	300	0.56	0.39	-	-	0.6

breuses dans cette liste de matériaux sans plomb mais qui peuvent également délivrer de très bonnes propriétés piézoélectriques comme la n°C23 le montre.

Pour conclure cette présentation des principaux matériaux piézoélectriques sans plomb, ils présentent des performances équivalentes à la céramique PZT standard mais il n'existe pas un matériau unique qui puisse servir pour toutes les applications précisant de matériaux piézoélectriques. En effet, contrairement au PZT qui a toutes ses caractéristiques piézoélectriques élevées, les matériaux sans plomb vont exacerber quelques très bonnes propriétés mais pour une application donnée. Par exemple, la céramique C1 sera choisie si un fort d_{33} et ϵ_r sont souhaités alors que le monocristal C15 sera utile pour sont excellent k_t et k_{33} . Pour nos applications en imagerie médicale, ce sont justement ces deux dernières propriétés les plus importantes. En retenant donc le KNbO_3 , sous sa forme monocristalline, qui possède jusqu'à présent les plus hauts k_t et k_{33} des matériaux sans plomb (mesurés par Kari *et al.* [79] et prévus par d'autres études [85, 86, 87]), il serait alors judicieux de fabriquer un composite 1-3 avec ce matériau pour obtenir des propriétés piézoélectriques optimales.

3.2 Transducteurs mono- et multi-éléments

Toutes les propriétés des transducteurs réalisés avec les matériaux énumérés dans les tableaux 3.1 et 3.2 sont données dans le tableau 3.3 (les numéros correspondant des compositions sont rappelés). La liste est triée par ordre croissant des fréquences centrales des transducteurs.

3.2.1 Mono-éléments

Céramiques Bien que couvrant une large gamme de fréquence, la majorité des transducteurs mono-éléments réalisés avec les céramiques sont haute fréquence (HF), au-delà de 20MHz. Suivant le *backing* choisi, les bandes passantes (BP) varient énormément mais certaines sont élevées comme les n°T10 et T11 qui ont chacun une lame adaptatrice. Le transducteur T8, avec 2 lames adaptatrices, a aussi de très bonnes performances HF avec une BP de 70% et des pertes d'insertion de 14%. Aujourd'hui, très peu de transducteurs

3.2. TRANSDUCTEURS MONO- ET MULTI-ÉLÉMENTS

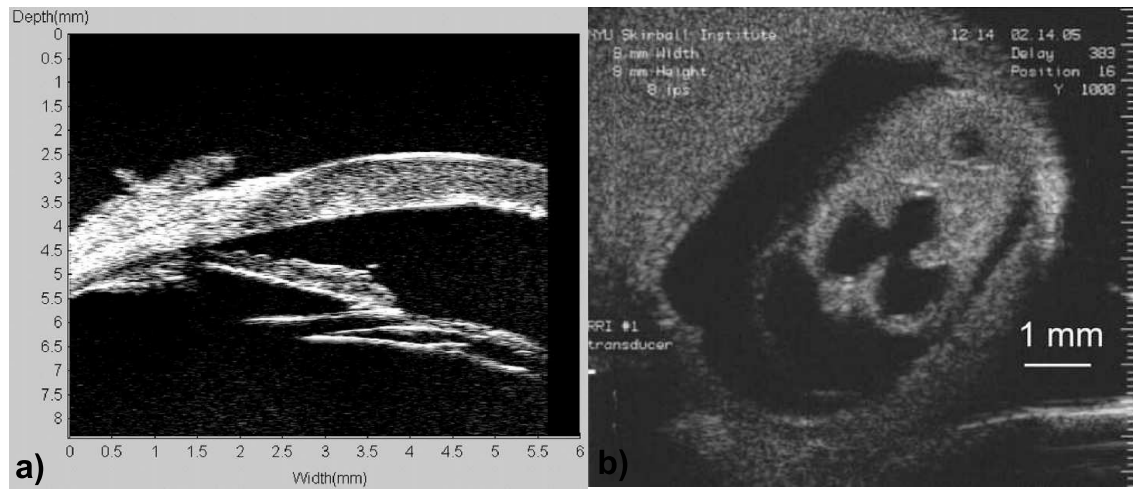


FIGURE 3.3 – Les images a)d'un oeil [91] et b)d'un embryon de souris [92] faites avec des transducteurs sans plomb.

sont focalisés pour l'utilisation en imagerie médicale. Dans les informations fournies par les équipes de recherche, les valeurs de pertes d'insertion doivent être prises avec précaution car selon la méthode de mesure utilisée, leurs valeurs peuvent fortement varier.

Monocristaux Cannata, Snook *et al.* ont réussi à mettre au point une méthode de fabrication pour obtenir des transducteurs HF performants. Les transducteurs n°T17 et T20, à base de LiNbO_3 en sont des exemples. Ils sont focalisés avec 2 lames adaptatrices pour des applications d'imagerie comme le montre l'image d'un oeil sur la figure 3.3.a). De même, ils ont aussi obtenu des images de l'oeil avec les transducteurs T21 et T22 (ZnO).

Céramiques texturées et polymères Jusqu'à présent, la seule céramique texturée intégrée dans un transducteur ultrasonore a été fabriquée à l'université polytechnique de Hong Kong lors d'un travail de thèse [93]. Les propriétés piézoélectriques sont améliorées par rapport à la céramique équivalente simple BNKLT. C'est cette augmentation de ces propriétés qui est d'ailleurs mise en avant dans cette même thèse. Les copolymères P(VDF-TrFe), avec le transducteur T26 par exemple, produisent également de belles images comme le montre celle d'un embryon de souris (figure 3.3.b)) faite par Ketterling *et al.*

3.2.2 Multi-éléments

Le nombre de transducteurs multi-éléments recensés est très inférieur à celui des mono-éléments. Le transducteur T30 est une barrette linéaire de 8 éléments avec le composite 1-3 n°C22. Aucune information supplémentaire à celle du tableau n'est donnée. La caractérisation de cette barrette linéaire haute-fréquence a été faite élément par élément en utilisant la traditionnelle méthode de pulse-echo dans l'eau. Un transducteur annulaire à 2 éléments a également été fabriqué (n°T31) pour l'imagerie harmonique. L'élément central est utilisé comme émetteur avec une fréquence centrale de 20MHz. L'anneau (élément externe) est le

3.2. TRANSDUCTEURS MONO- ET MULTI-ÉLÉMENTS

TABLE 3.3 – Caractéristiques acoustiques des transducteurs ultrasonores à base de matériau sans plomb classés par fréquence centrale.
(f_c : fréquence centrale, PI : Perte d'Insertion, LA : le nombre de Lames Adaptatrices)

N°	Matériau	f_c (MHz)	BP _{-6dB} (%)	PI(%)	LA	focalisé
Mono-éléments						
Céramiques						
T1	C3 - BNKLT [68]	1.84	63.6	23.3	1	non
T2	C6 - KNLN-NS [65]	3.2	55	25	1	non
T3	C12 - KNN-LT-LS [76]	5.51	50.4	-	1	non
T4	C11 - KNN-LT-LS [75]	5.83	59	-	1	non
T5	C2 - BNKLT [60]	22.29	61.36	28.6	1	non
T6	C13 - KNN-LT-LS [77]	26.3	71.8	21	1	non
T7	C1 - BZT-50BCT [67]	30	53	18.7	2	non
T8	C9 - KNN-SO [73]	40	70	14	2	non
T9	C10 - KNN-LT [74]	40	45	18	2	non
T10	C4 - BSZT [69]	42.2	76.4	26	1	non
T11	C5 - BNT [70]	98	86	62	1	non
T12	C14 - KNN/BNT [94]	171	47	50	1	non
T13	C14 - KNN/BNT [78]	193	34	-	1	non
T14	C7 - KNN-LSO [71]	197	50	-	1	non
T15	C14 - KNN/BNT [94]	324	35	60	1	non
Monocristaux						
T16	C15 - KNbO ₃ [79]	9.1	69	15	2	non
T17	C18 - LiNbO ₃ [95]	22	72	19.5	2	oui
T18	C16 - NBT-BT [80]	25.39	46.16	31.89	1	non
T19	C18 - LiNbO ₃ [96]	60	80	25	2	non
T20	C18 - LiNbO ₃ [91]	78	73	13.5	2	oui
T21	C17 - ZnO [66]	105	51	47	1	oui
T22	C17 - ZnO [97]	200	28	29	1	oui
T23	C17 - ZnO [81]	750	-	-	-	non
Céramiques texturées						
T24	C23 - BNKLT [93]	3.41	33	37	1	non
Polymères						
T25	C19 - P(VDF-TrFe) [83]	23	102	-	0	oui
T26	C19 - P(VDF-TrFe) [92]	31	113	44	0	oui
Composite 1-3						
T27	C22 - NBT-BT [89]	4.2	102	21	1	non
T28	C20 - BNBT-6 [84]	14.3	80	34.8	0	oui
T29	C21 - NKNLT [88]	29	90	-	1	non
Multi-éléments						
T30	C22 - NBT-BT [89]	3.2	104	30	1	non
T31	C18 - LiNbO ₃ [98]	30	50	-	2	oui
T32	C19 - P(VDF-TrFe) [99]	35	36	-	0	oui

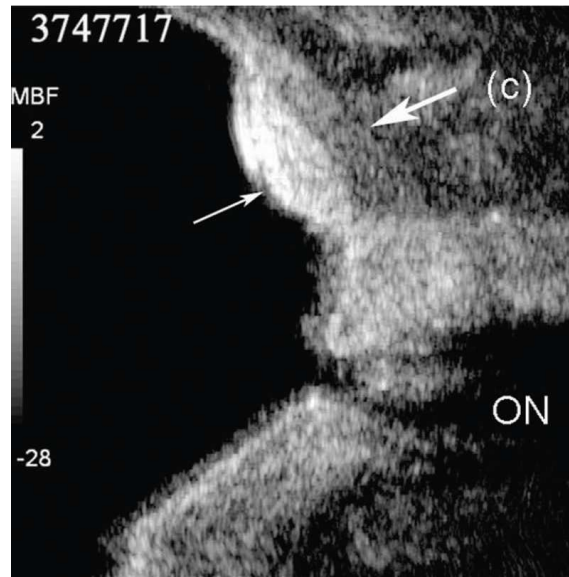


FIGURE 3.4 – Image d'un grain de beauté sur la choroïde d'un oeil humain [98].

récepteur avec une fréquence centrale de 40MHz. L'image 3.4 montre un grain de beauté sur une des parois du globe oculaire, la choroïde, faite avec ce transducteur bi-fréquence. Un réseau annulaire de 8 anneaux (n°T32), à base de copolymère, fait par Ketterling *et al.* a aussi donné de très bons résultats pour l'imagerie médicale haute-fréquence.

Conclusion À ce jour, le nombre de transducteurs mono-éléments réalisés avec des matériaux piézoélectriques sans plomb est clairement plus grand que celui de multi-éléments. Ceci s'explique simplement par le fait que beaucoup de transducteurs ont été réalisés dans un objectif d'étude de faisabilité et une conception technologiquement complexe (comme pour les multi-éléments) n'est pas encore nécessaire.

Pour conclure ce chapitre sur l'état de l'art des transducteurs ultrasonores à base de matériaux sans plomb, il est clair que les matériaux sans plomb ont déjà de bonnes performances mais leur intégration dans des transducteurs complexes n'est pas encore réalisée. Pour ce travail de thèse, un des objectifs sera de sélectionner un matériau piézoélectrique sans plomb suffisamment performant (à caractériser au préalable) pour la fabrication d'un démonstrateur permettant d'être intégré dans un système échographique pour aller jusqu'à l'application (imagerie médicale).

Deuxième partie

Caractérisation piézoélectrique

Chapitre 4

Outil de caractérisation d'échantillons de formes complexes

Contexte Comme il sera fait dans le chapitre suivant, pour suivre le protocole standard de caractérisation piézoélectrique, il est nécessaire de préparer un nombre important d'échantillons du matériau. Les constantes matériau ainsi obtenues et ses caractéristiques *in situ*, c'est-à-dire en condition réelle de fonctionnement, peuvent être très différentes. En effet, l'usinage d'une céramique ou d'un monocristal peut détériorer significativement son efficacité. Pour éviter ce décalage, nous proposons une méthode de caractérisation multimodale et multiphasique sur des échantillons déjà usinés. Il sera alors possible d'utiliser plusieurs modes de vibration à la fois pour la caractérisation du matériau comme le cas d'un anneau piézoélectrique qui a des modes légèrement couplés. Si elle est appliquée à un matériau composite, cette méthode peut également donner les caractéristiques des différentes phases le composant dans son mode de fonctionnement.

Afin de rendre cet outil performant, un algorithme d'optimisation (algorithme génétique [100]) et une méthode de résolution numérique (méthode par éléments finis) seront couplés. Le calcul par éléments finis, fait par le logiciel ATILA [101], nous permettra d'obtenir le résultat pour une structure à trois dimensions et ainsi pouvoir travailler sur des modes couplés. L'algorithme génétique (**Genetic Algorithm**), lui, proposera judicieusement des caractéristiques de matériaux à évaluer pour converger vers la solution. Le choix du GA pour l'algorithme d'optimisation permet l'utilisation d'un grand nombre de paramètres à déterminer au détriment d'un temps de calcul rapide et d'avoir une indépendance totale à une situation initiale qui est normalement indispensable à des méthodes de recherche par gradient.

Les quelques cas d'applications développés par la suite sont le cas d'un anneau (mode épaisseur couplé avec ses deux modes radiaux) qui sera intégré dans un transducteur et le cas d'un composite 1-3 standard (mode épaisseur et le mode latéral) qui nous permet la détermination de nouvelles constantes, complétant celles obtenues par le modèle KLM.

Problème Avant toute chose, une étude de la structure à caractériser s'impose pour analyser les modes qui s'y propagent et ainsi, sélectionner les constantes du matériau principalement mises en jeu. Par exemple, pour le mode épaisseur, seules les constantes

C_{33}^D , e_{33} et ϵ_{33}^S auront une influence prépondérante. Si des modes se couplent à ce dernier, il faudra alors ajouter les nouvelles constantes qui les caractérisent. Pour résumer, cette analyse de structure nous donnera le nombre d'éléments contenus dans notre variable x qui est notre jeu de paramètres à déterminer comme, par exemple :

$$x = \{c_{11}^E, c_{12}^E, c_{13}^E, \dots, c_{33}^E, e_{31}, e_{32}, \dots, \epsilon_{33}^S\}.$$

L'observable utilisée ici pour identifier les paramètres fonctionnels est l'impédance électrique complexe expérimentale en fonction de la fréquence du matériau à caractériser.

Dans ce chapitre, nous décrivons les choix généraux faits pour résoudre ce problème d'optimisation qui se décompose en deux grandes parties :

- L'**algorithme d'optimisation** qui choisit un nouveau jeu de paramètres x en tenant compte du résultat des solutions proposées auparavant pour tendre vers la solution finale.
- La **fonction objectif** (FO) qui quantifie la ressemblance, en attribuant un score, entre la courbe d'impédance électrique mesurée et la courbe d'impédance électrique simulée à l'aide d'une solution x . On la notera f_{obj} . Dans notre cas, plus les impédances électriques se ressemblent, plus le score attribué à la solution sera petit avec un objectif de valeur à zéro.

Enfin, ce nouvel outil de caractérisation sera validé en utilisant un échantillon test créé par simulation numérique dont tous les paramètres et propriétés sont donc initialement connus.

4.1 Algorithmes d'optimisation

Il existe de nombreuses catégories d'algorithmes d'optimisation qui dépendent de la complexité du problème. En effet, les techniques utilisées pour résoudre un problème dont la solution analytique est connue ne sont pas les mêmes que pour la résolution de problèmes sans expression explicite. Le but étant de trouver le minimum global de la FO, il est alors plus difficile de déterminer la combinaison exacte des paramètres qui donnera une valeur faible pour un problème sans solution analytique. La difficulté s'accroît si une faible variation sur la combinaison exacte engendre une très grande variation sur la valeur de la FO. Ce sont dans ces deux dernières propositions que s'insère notre problème.

Les algorithmes d'optimisation permettant un tel type de résolution sont les métaheuristiques. Nous nous intéresserons plus particulièrement à l'algorithme génétique qui appartient à la famille des algorithmes évolutionnistes et qui est connu pour son adaptation à un grand nombre de problèmes[102]. Pour confirmer sa nécessité, il sera comparé à l'algorithme codé dans Matlab[103, 104] basée sur la méthode de Nelder-Mead[105] qui s'appuie sur le concept du simplexe, très largement utilisé pour l'obtention rapide d'une solution.

4.1.1 Méthode de Nelder-Mead

Simplexe Le simplexe est la forme géométrique convexe la plus simple dans un espace à n dimensions comprenant $n + 1$ sommets. Pour une dimension, la forme convexe la plus simple est le segment (2 sommets). A 2 dimensions, il s'agira du triangle et un tétraèdre pour un espace à 3 dimensions. Ces 3 exemples sont illustrés sur la Figure 4.1.

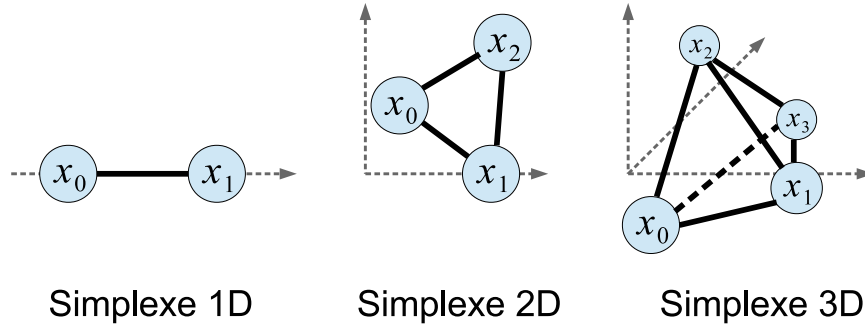


FIGURE 4.1 – Illustration des simplexes pour une, deux et trois dimensions avec le nom des sommets correspondants.

Algorithme L'espace de recherche de la solution possède n dimensions qui est aussi le nombre de paramètres contenus dans la variable x . A l'initialisation, un simplexe est créé où le premier sommet est la condition initiale x_0 . Ses composantes (ou coordonnées) sont notées $x_{0,1}, x_{0,2}, \dots, x_{0,n}$ et les autres sommets sont créés en changeant successivement un paramètre de x_0 . Ainsi, l'ensemble des sommets sera défini par :

$$\begin{cases} x_0 &= \{x_{0,1}, x_{0,2}, \dots, x_{0,n}\} \\ x_1 &= \{x_{0,1} \pm 0.05 \times x_{0,1}, x_{0,2}, \dots, x_{0,n}\} \\ x_2 &= \{x_{0,1}, x_{0,2} \pm 0.05 \times x_{0,2}, \dots, x_{0,n}\} \\ \dots & \\ x_n &= \{x_{0,1}, x_{0,2}, \dots, x_{0,n} \pm 0.05 \times x_{0,n}\} \end{cases}$$

où le facteur 0.05 a été choisi lors d'une étude de convergence [103]. Il peut y avoir différentes méthodes pour créer le premier simplexe. Tout ce qui est décrit ici est l'algorithme déjà implémenté dans Matlab [104] sous le nom de la fonction *fminsearch* et les choix faits pour cette programmation ne seront pas discuté ici. L'algorithme suit les étapes suivantes :

1. Chaque sommet du simplexe est classé selon son score donné par la FO, comme par exemple :

$$f_{\text{obj}}(x_2) < f_{\text{obj}}(x_n) < \dots < f_{\text{obj}}(x_{n-5}).$$

2. Le sommet qui a le plus grand score, ici $f_{\text{obj}}(x_{n-5})$ et qui sera renommé x_{max} , est remplacé par un nouveau sommet x_{new} qui est la réflexion de x_{max} par rapport au centre de gravité de tous les autres n sommets, noté x_G :

$$x_{\text{new}} = x_G + (x_G - x_{\text{max}})$$

3. Le score de ce nouveau sommet x_{new} est calculé. Si $f_{\text{obj}}(x_{\text{new}}) < f_{\text{obj}}(x_{\text{max}})$, le simplexe s'étire en calculant un sommet x_{etir} qui se trouve deux fois plus loin :

$$x_{\text{etir}} = x_G + 2 \times (x_G - x_{\text{max}}).$$

Dans ce cas, le simplexe se trouve dans une partie de l'espace où f_{obj} varie peu. Il peut donc s'étirer loin en une seule fois sans prendre de risque de manquer une

variation locale et importante de la valeur de f_{obj} .

A l'inverse, lorsque $f_{\text{obj}}(x_{\text{new}}) > f_{\text{obj}}(x_{\text{max}})$, le simplexe se contracte en calculant le sommet x_{cont} :

$$x_{\text{cont}} = x_{\text{max}} + 1/2 \times (x_{\text{G}} - x_{\text{max}}).$$

En itérant cette opération, la convergence vers une solution se dessine.

A la solution finale, tous les sommets du simplexe sont confondus au regard de la tolérance choisie. Le désavantage de cette méthode est la forte dépendance à la situation initiale donnée, sans oublier la baisse de ses performances lorsque le nombre de dimensions augmente. Cette méthode peut être combinée à un autre algorithme d'optimisation (par exemple le recuit simulé [106]). Cela lui permet d'avoir une probabilité plus faible de rester dans un minimum local.

Dans le cas de la dégradation des propriétés des matériaux piézoélectriques, nous ne pouvons pas nous permettre d'être fortement dépendants d'une situation initiale. En effet, les propriétés du matériau acheté peuvent être similaires à celles données par les bases de données des constructeurs pour les mêmes compositions mais avec quelques variations tout de même importantes. De plus, la préparation d'échantillons avec des formes et tailles imposées pour l'excitation de modes recherchés se fait souvent par usinage. Or, l'usinage participe aussi au changement (souvent dans le sens de la dégradation) de certaines propriétés piézoélectriques qui sont directement liées aux valeurs des paramètres du matériau. Ces paramètres, par cet opération, s'éloignent encore plus des valeurs initiales proposées par le fournisseur. En prenant les données constructeur, le risque de donner une situation initiale trop éloignée de la solution finale existe, entraînant la méthode de Nelder-Mead dans un minimum local. Le choix de l'algorithme génétique qui est indépendant de la situation initiale, nous paraît donc plus approprié.

4.1.2 Algorithme génétique (GA)

Dans une première partie, le vocabulaire lié à ce type d'algorithme est défini ainsi que son fonctionnement général. Ensuite seulement, le détail des choix des paramètres conditionnant l'algorithme dans notre cas est donné.

4.1.2.1 Vocabulaire et fonctionnement

Vocabulaire Le vocabulaire des algorithmes génétiques est celui du domaine qui l'inspire : la biologie. Notre jeu de paramètres x est appelé **individu**. Dans la littérature, le terme « chromosome » apparaît mais chaque individu ne comportant qu'un chromosome, l'équivalence est évidente. Chaque paramètre est un **gène** de l'individu (il y en a n). Une **génération** est un ensemble de p individus.

Principe L'idée de ce type d'algorithme est de faire évoluer une population (souvent tirée aléatoirement au départ) à p constant sur g générations en appliquant différents opérateurs (croisement, mutation, etc.) tendant à l'améliorer. Plus g est grand, plus les individus finaux seront performants.

4.1. ALGORITHMES D'OPTIMISATION

Le grand intérêt de cette méthode est l'exploration vaste de l'espace des solutions. La probabilité est donc plus forte de trouver l'optimum globale de la FO. Toutefois, il faut noter que ce type de méthode n'est pas extrêmement précis sur la solution finale. La solution obtenue peut-être affinée par une méthode de gradient, comme celle de Nelder-Mead décrite précédemment, qui examine un voisinage plus proche.

Des contraintes sur les valeurs que peuvent prendre chaque gène sont imposées. Elles seront comprises entre deux bornes, minimale et maximale, qui restent cependant assez larges pour ne pas brider l'algorithme.

La population initiale Le point de départ (1^{ère} génération) est un nombre fini d'individus p fixé par l'utilisateur. Le nombre d'individus conditionne le déroulement de l'algorithme : plus p est grand, moins de générations sont nécessaires pour converger vers une solution. Pour la création aléatoire de notre première génération, toute loi de distribution entre les bornes de chaque gène peut être utilisée.

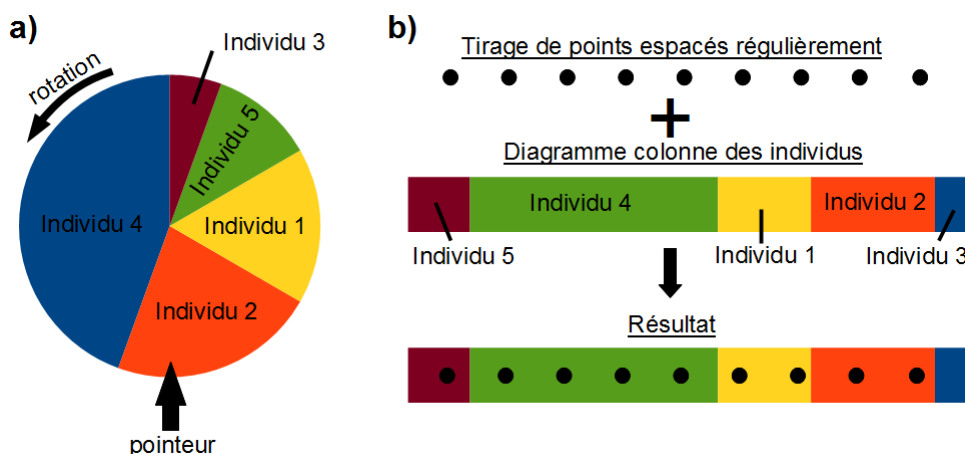


FIGURE 4.2 – Les opérateurs de sélection **a)** roulette biaisée et **b)** tirage stochastique.

L'opérateur de sélection Cet opérateur sera chargé de sélectionner les $p/2$ individus qui resteront dans la prochaine génération et serviront de parents. Il existe essentiellement trois méthodes [107] :

- La roulette biaisée permet de donner à tous les individus une chance d'être sélectionnés mais, qui est proportionnelle à leur score. Il faut imaginer un diagramme circulaire (communément appelé « camembert ») où chaque aire représente un individu. Cette aire est d'autant plus grande que l'individu est performant. La figure 4.2.a) l'illustre. Elle tourne puis le pointeur choisit l'individu sélectionné. Cette méthode présente l'inconvénient de laisser une chance aux plus mauvais individus et donc la possibilité, même si elle est réduite, de sélectionner uniquement des mauvais. Au contraire, si un individu est très performant, c'est à dire avec un score nettement supérieur à tous les autres, il sera sélectionné quasiment à chaque fois. La chute de diversité dans la population provoquera une convergence prématurée. Pour palier à ce type de problème, une étape de remise à l'échelle est souvent utilisée. Il s'agit de redonner

une nouvelle valeur aux scores bruts de la FO en suivant une loi « de tout ou rien », logarithmique ou autres.

- La sélection universelle stochastique a les mêmes défauts que la précédente car le déroulement est *quasi* similaire mais au lieu d'avoir une roue qui tourne, le choix se fera par la fusion d'une ligne de points régulièrement espacés avec un segment dont les parties dépendent du score de chacun. Elle est très peu utilisée car elle n'introduit que peu de diversité. Elle est également illustrée Figure 4.2.b).
- La sélection par tournoi est la plus simple à mettre en œuvre et aussi celle qui donne souvent les résultats les plus satisfaisants. Il s'agit simplement de tirer 2 individus (ou parfois plus) et de les faire « combattre ». Celui qui a le meilleur score gagne.

L'opérateur de croisement Une fois la sélection faite, la population ne contient que $p/2$ individus. Il faut donc en recréer $p/2$ pour rester à p constant. L'opérateur de croisement va tirer $p/4$ couples en utilisant un opérateur de sélection choisi et les faire « reproduire » entre eux. Deux enfants seront produits pour chaque couple, dont les gènes sont une combinaison de ceux des parents. Seulement deux méthodes, les plus communes, sont retenues ici et illustrées sur la figure 4.3 pour 10 gènes :

- Un ou plusieurs points de croisement sont tirés aléatoirement. Les parties entières de gènes parentaux comprises entre ces points de croisement sont « recollées » entre elles pour former l'enfant. C'est l'opérateur « points de croisement » (Figure 4.3.a)).
- Un vecteur aléatoire binaire de même dimension que les parents est créé. Les valeurs 1 seront les gènes venant d'un parent et les valeurs 0 viendront de l'autre parent (Figure 4.3.b)).

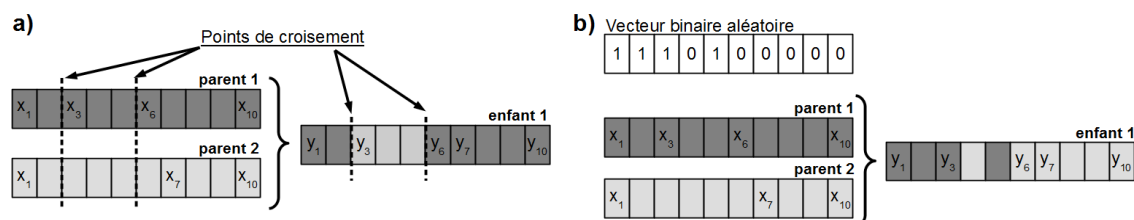


FIGURE 4.3 – Les opérateurs de croisement **a)** « points de croisement » et **b)** « vecteur aléatoire ». La lettre x_i est le nom du gène i du parent x . La lettre y représente un enfant.

L'opérateur de mutation Après la re-formation d'une génération complète de p individus, l'opération la plus importante de l'algorithme génétique s'applique : la mutation. Pour chaque individu de la population, chacun de ses gènes a une probabilité souvent faible de muter et de prendre une valeur aléatoire dans tout l'espace des solutions. Cette opération introduit de la diversité et elle évite donc une convergence prématurée. Elle nous garantit aussi d'atteindre potentiellement tous les points de l'espace.

4.1.2.2 Paramétrisation spécifique à notre analyse

Pour chaque étape décrite précédemment, le choix de la méthode utilisée et des valeurs des paramètres associés (points de croisement, taux de mutation, etc.) se fait empirique-

ment. Dans l'implémentation de l'algorithme sous Matlab [104], un grand nombre de choix est possible et plusieurs essais, pour observer la convergence et la diversité introduite, sont nécessaires. Plus la population de départ est grande, plus l'espace des solutions doit être exploré. Il est d'ailleurs fortement recommandé d'augmenter le nombre d'individus lorsque le nombre de gènes dans un chromosome augmente (espace plus vaste). De plus, il est mathématiquement démontré que pour un nombre de générations infini, l'algorithme converge vers l'optimum global de la fonction.

Les gènes Pour chaque gène, deux valeurs maximale et minimale en valeur absolue sont fixées. La valeur minimale sera notée \lim_{inf} de la valeur initiale et la valeur maximale sera \lim_{sup} . Ces valeurs sont le choix de l'utilisateur mais pour le cas d'un algorithme génétique, il est préférable qu'elles soient grandes pour ne pas contraindre l'algorithme de recherche. Une étape de normalisation est nécessaire car les différences d'ordre de grandeur des gènes qui peuvent atteindre 10^{24} , ce qui peut donner plus de poids à certains. De plus, la précision sur chaque paramètre en faisant travailler l'algorithme sur des valeurs entières pourra être maîtrisée.

Problème d'entiers S'agissant d'un algorithme d'optimisation, un pas important doit être franchi entre les théoriciens du GA et les personnes qui codent par le langage informatique cette théorie. Cette dernière a été expliquée dans la première partie mais, en fonction de ce qui est attendu, certains opérateurs peuvent être modifiés. Par exemple, pour notre cas, le recherche se fera avec des nombres entiers pour maîtriser précisément les changements sur nos paramètres et réduire les possibilités dans l'espace de recherche fixé. Afin de mieux comprendre ces propositions, le paramètre élastique c_{11}^E est choisi et s'exprime en 10^9Pa . En le normalisant par 10^7 et en travaillant avec des entiers, le plus petit changement qui pourra être fait sur lui sera 1.10^7 (la précision pour ce paramètre). De plus, ce changement minimum de 1.10^7 supprime aussi toutes les valeurs comprise entre deux nombres successifs, ce qui réduit considérablement les possibilités de l'espace de recherche. Ce besoin des nombres entiers engendre des difficultés d'encodage des gènes. En effet, le premier codage mis au point fut le « Binary-Coded Genetic Algorithm » [108] (BCGA) qui a été immédiatement suivi par un codage en réel (Real-Coded Genetic Algorithm) [109], plus intuitif quant à la nature des problèmes d'ingénierie actuels à résoudre. Enfin, la contrainte des paramètres entiers n'a été développée que récemment, en 2009 [110]. Pour chaque type d'encodage, les opérateurs de l'algorithme génétique sont à re-définir. L'utilisation de la méthode MI-LXPM (Mixed Integer Laplace Crossover Power Mutation) est l'une des seules méthodes existantes pour des paramètres entiers. Les deux opérateurs modifiés sont détaillés ci-dessous. Les fonctions et les valeurs de paramètres choisis sont choisis par l'inventeur de ces opérateurs.

La technique de croisement « Laplace Crossover » [111] se nomme ainsi car elle suit la loi de distribution de Laplace dont la densité de probabilité s'exprime par

$$f(x|a, b) = \frac{1}{2b} \exp\left(\frac{-|x - a|}{b}\right)$$

où a est appelé le paramètre de position et b le paramètre d'échelle. Premièrement, deux nombres sont pris aléatoirement suivant une distribution uniforme $u_i, r_i \in [0, 1]$. Ensuite,

le nombre β est créé comme suit :

$$\beta_i = \begin{cases} a - b \log(u_i), & u_i, r_i \leq \frac{1}{2} \\ a + b \log(u_i), & u_i, r_i > \frac{1}{2} \end{cases}$$

Les valeurs $a = 0$ et $b = 0,35$ sont fixées car elles s'adaptent le mieux à une large gamme de problèmes. Les deux enfants $y^{(1)} = \{y_1^{(1)}, y_2^{(1)}, \dots, y_n^{(1)}\}$ et $y^{(2)} = \{y_1^{(2)}, y_2^{(2)}, \dots, y_n^{(2)}\}$ sont obtenus des parents $x^{(1)} = \{x_1^{(1)}, x_2^{(1)}, \dots, x_n^{(1)}\}$ et $x^{(2)} = \{x_1^{(2)}, x_2^{(2)}, \dots, x_n^{(2)}\}$ de la manière suivante :

$$\begin{aligned} y_i^{(1)} &= x_i^{(1)} + \beta |x_i^{(1)} - x_i^{(2)}| \\ y_i^{(2)} &= x_i^{(2)} + \beta |x_i^{(1)} - x_i^{(2)}| \end{aligned}$$

Cette création se traduit par une proximité des deux enfants si leurs parents sont proches entre eux et leur éloignement si leurs parents le sont également. Contrairement à l'explication générale du déroulement de l'algorithme génétique où toute la nouvelle population est créée par *crossover*, une probabilité de croisement p_c est définie entre 0 et 1. Il s'agit de la fraction de la nouvelle population créée par *crossover*, le reste des individus étant la copie conforme de leurs parents. La valeur de p_c retenue est 0,8.

L'opérateur de mutation « Power Mutation » [111] est basé sur une fonction de distribution de puissance $f(x) = px^{p-1}$, $0 \leq x \leq 1$. p est l'index de distribution et sa valeur, $p = 4$, a aussi été choisie. Un nombre aléatoire t entre 0 et 1 est pris. Ensuite, la loi de distribution ci-dessus est appliquée pour obtenir un nombre s . Le nouveau gène y créé à partir du gène parent x suit la règle suivante :

$$y = \begin{cases} x - s(x - x^l) & \text{si } t < r \\ x + s(x^u - x) & \text{si } t \geq r \end{cases}$$

où $t = \frac{x-x^l}{x^u-x}$ et x^l et x^u sont les valeurs limites inférieures et supérieures du gène, respectivement. r est un nombre aléatoire de distribution uniforme entre 0 et 1. Enfin la valeur de p_m , la probabilité de mutation de chaque gène, sera fixée à 0,005 [104].

Autres paramètres Pour conclure sur les paramètres choisis pour notre cas, il est généralement conseillé de prendre une population qui fait au moins dix fois le nombre de gènes mis en jeu [107]. Les individus de départ sont choisis aléatoirement suivant une distribution uniforme entre les bornes de chaque gène. La sélection par tournoi est l'opérateur de sélection choisi.

4.2 Fonction objectif

Sans la deuxième partie de notre optimisation, l'algorithme d'optimisation ne pourrait pas fonctionner puisque la FO est construite pour évaluer chaque individu selon les critères choisis. Lors de l'attribution d'un score à un individu, l'étape la plus longue est le calcul *via* ATILA [101]. Cette section est donc divisée en trois paragraphes : l'acquisition de l'impédance, les filtres *pré-calcul* et le traitement *post-calcul*. A chaque sortie de filtre, l'individu qui ne passera pas sera pénalisé par une haute valeur de son score. La pénalisation correspond à la valeur donnée à l'individu ne passant pas le filtre et cette valeur portera le même nom que le filtre dont elle découle.

4.2.1 Données expérimentales

La FO attribue un score à une courbe d'impédance électrique simulée. Plus l'allure de la courbe simulée se rapproche de celle de la courbe expérimentale, plus le score diminue pour être nul lorsque les deux courbes se superposent exactement. Il est donc important de décrire les conditions d'acquisition des deux courbes expérimentales qui sont mesurées, pour l'une, sur une large gamme fréquentielle et, pour l'autre, sur une gamme de fréquences plus restreinte.

La courbe « Zoom » Cette courbe est le zoom sur la partie intéressante de l'impédance. L'intervalle d'étude $[f_{start}, f_{end}]$ doit satisfaire à l'observation des pics de résonance et d'anti-résonance des modes. m sera le nombre de modes présents (sans les harmoniques) sur notre courbe $\Re(Z)$ ou $\Re(Y)$ (où \Re est la partie réelle et \Im pour l'imaginaire). Les figures 4.4a et 4.4b sont des exemples de courbe expérimentale « zoom » dont l'algorithme a besoin pour un composite de connectivité 1-3. Avec l'intervalle $[f_{start}, f_{end}]$ qui est égal à $[0.3\text{MHz}, 1.5\text{MHz}]$, la ROI est la plus petite possible tout en étant assez grande pour voir le mode épaisseur (impédance de grande amplitude) et 3 modes plus haut en fréquence.

La courbe « Epsilon » La deuxième acquisition, illustrée figure 4.4c, se fait sur une large gamme fréquentielle, ici $[50\text{kHz}, 20\text{MHz}]$ même si l'intervalle intéressant est petit. L'intérêt est de pouvoir en extraire la forme de la partie imaginaire de l'impédance électrique Z . En « fittant » $\Im(Z)$ mesurée par la fonction $1/(jC_0\omega)$, C_0 qui est la capacité bloquée du matériau, est déterminé. À partir de sa valeur, la permittivité diélectrique du matériau à déformation constante ϵ_{ii}^S , où i est la direction perpendiculaire aux électrodes, est déterminée par la relation suivante :

$$C_0 = \frac{\epsilon_{ii}^S S}{e} \quad (4.1)$$

où S est la surface commune aux deux électrodes, e est l'épaisseur du matériau entre les deux électrodes.

Habituellement, il est plus simple et plus rapide de relever la valeur de $\Im(Z)$ à la fréquence d'un mode rejeté (typiquement à 2 fois la fréquence d'antirésonance) par les conditions électriques de l'échantillon. Cependant, dans un cas multimodal comme ici, il est difficile de trouver une fréquence à laquelle se trouvent toutes les harmoniques rejetées des modes observés. Par exemple, la fréquence du mode latéral d'un composite de connectivité 1-3 peut se trouver à deux fois la fréquence fondamentale de son mode épaisseur.

4.2.2 Filtres *pré-calcul*

Lorsque l'algorithme génétique fournit un individu, la mise en place de filtres simples permet un premier tri pour éviter des calculs par éléments finis inutiles. En effet, le calcul pour un individu qui ne peut pas exister d'un point de vue physique ou qui, par un calcul rapide, est trop éloigné de la solution, serait une perte de temps. Ces filtres pénalisent les solutions qui ne les franchissent pas en leur attribuant un score très élevé.

4.2. FONCTION OBJECTIF

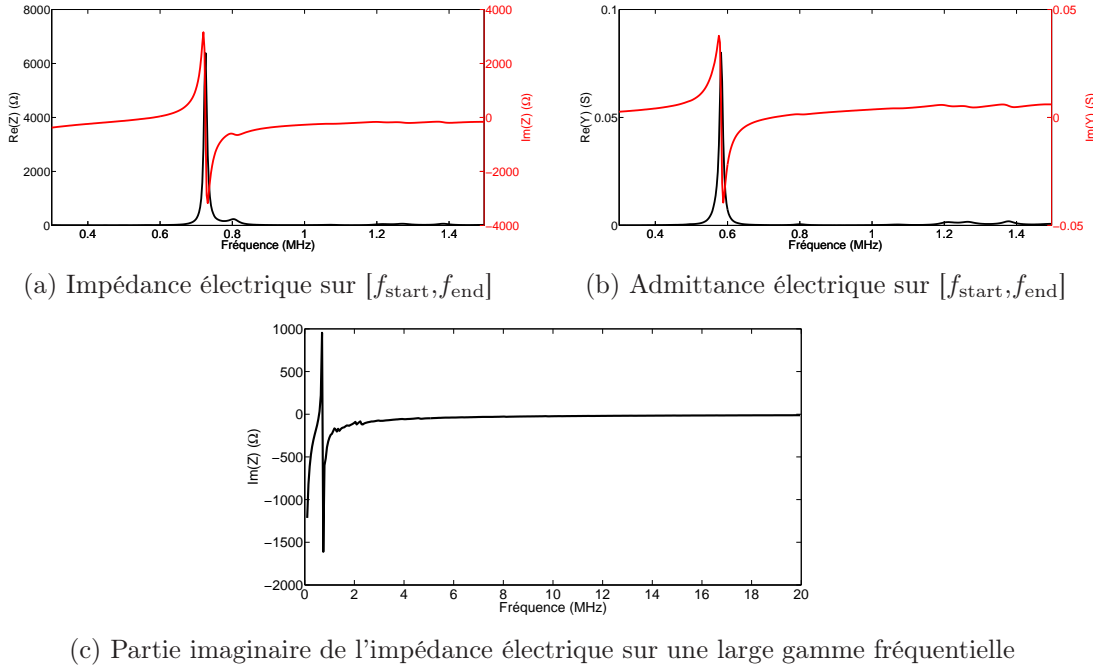


FIGURE 4.4 – Les courbes expérimentales nécessaires pour une caractérisation multimodale ou multiphasique correcte.

Les coefficients de couplage électromécanique Analytiquement, douze coefficients de couplage électromécanique, notés k , peuvent se calculer directement avec les constantes du matériau [13, 17] et leurs valeurs doivent être comprises entre 0 et 1, ce qui est physiquement essentiel (voir la définition du paragraphe 1.1.4). Ce sera le premier filtre, appelé filtre k , que l'individu devra passer. S'il ne le franchit pas, il écoperà de la « pénalisation k » P_k qui est une valeur arbitraire utilisée comme score de l'individu. Il faut s'assurer que cette valeur soit la plus haute possible que la FO puisse attribuer. Dans le tableau 4.1, le détail des expressions des coefficients de couplage est donné en suivant les notations définies par Ikeda [13].

Conditions sur les constantes. Pour la stabilité thermodynamique d'un monocristal piézoélectrique, Aleshin *et al.* ont donné des inégalités que doivent respecter les constantes élastiques, piézoélectriques et diélectriques entre elles dans le cas de matériaux à symétrie tétragonale [112] et orthorhombique [113]. L'utilisation de ces filtres est faite également pour la caractérisation de céramique même s'ils sont surement trop restrictifs pour ce cas là, le but étant d'éliminer un maximum de solutions potentielles sans supprimer la meilleure solution existante. Du moment que l'algorithme trouve des solutions satisfaisantes, ce filtre n'est pas remis en question.

La stabilité thermodynamique décrite par Sirotin *et al.* [114] se traduit par la définition positive d'une matrice réduite des modules électro-élastiques définis dans la partie 5.2 ainsi que de ses mineurs principaux. Par exemple, pour une structure tétragonale, la matrice ré-

4.2. FONCTION OBJECTIF

TABLE 4.1 – Coefficients électromécaniques utilisés et exprimés selon la notation d'Ikeda [13] et les définitions données dans le chapitre 1.1.2.

k_{31}^2	k_{33}^2	$k_p^{2[1]}$	$k_p'^{2[2]}$	$k_{31}'^{2[3]}$	$k_{31}''^{2[4]}$
$\frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \epsilon_{33}^T}$	$\frac{d_{33}^2}{s_{33}^E \epsilon_{33}^T}$	$\frac{2}{1-\sigma} \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \epsilon_{33}^T}$	$\frac{2}{1+\sigma'} \frac{e_{31}^2}{c_{11}^E \epsilon_{33}^{RT}}$	$\frac{e_{31}'^2}{\tilde{c}^E \epsilon'^{WT}}$	$\frac{e_{31}''^2}{\tilde{c}'^E \epsilon'^{WT}}$
$k_{33}'^{2[5]}$	k_t^2	k_e^2	k_{15}^2	k_{5e}^2	$k_h^2^{[6]}$
$\frac{e_{33}'^2}{\tilde{c}_{33}^D \epsilon_{33}^{RT}}$	$\frac{e_{33}^2}{c_{33}^D \epsilon_{33}^S}$	$\frac{e_{31}^2}{c_{11}^E \epsilon_{33}^S}$	$\frac{e_{15}^2}{c_{55}^D \epsilon_{11}^S}$	$\frac{e_{15}^2}{c_{55}^E \epsilon_{11}^S}$	$\frac{d_h^2}{s_h^E \epsilon_{11}^T}$

[1] $\sigma = -s_{12}^E / s_{11}^E$

[2] $\sigma' = c_{12}^E / c_{11}^E, \epsilon_{33}^{RT} = \epsilon_{33}^T - (1 - k_{33}^2)$

[3] $e_{31}' = e_{31} - e_{33} c_{13}^E / c_{33}^E, \tilde{c}^E = 1 / s_{11}^E (1 - \sigma^2), \epsilon'^{WT} = \epsilon_{33}^T (1 - k_{31}^2)$

[4] $e_{31}'' = e_{31} (1 - c_{12}^E / c_{11}^E) / c_{33}^E, \tilde{c}'^E = c_{11}^E - (c_{12}^E)^2 / c_{11}^E$

[5] $e_{33}' = e_{33} - e_{31} c_{13}^E / c_{11}^E, \tilde{c}_{33}^D = c_{33}^D - (c_{13}^D)^2 / c_{11}^D$

[6] $d_h = 2d_{31} + d_{33}, s_h^E = 2(s_{11}^E + s_{12}^E) + 4s_{13}^E + s_{33}^E$

duite aux coefficient piézoélectriques d_{31} et d_{33} des modules électro-élastiques doit vérifier :

$$\begin{vmatrix} \epsilon_{33}^T & d_{31} & d_{31} & d_{33} \\ d_{31} & s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E \\ d_{31} & s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E \\ d_{33} & s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E \end{vmatrix} > 0 \quad (4.2)$$

L'expression 4.2 est bien une inégalité entre les constantes des tenseurs, exclusivement. Chaque nouveau mineur principal donne ainsi une nouvelle inégalité à satisfaire. L'individu qui ne passera pas ce filtre se verra assigné la « pénalisation thermo », notée P_{thermo} .

Le modèle d'homogénéisation (cas des composites) Contrairement aux deux précédents filtres qui sont utilisés pour n'importe quel cas, celui-ci ne sera ajouté que pour les composites piézoélectriques de connectivité 1-3. Avec ce filtre, la comparaison à une mesure est indispensable, ce qui diffère aussi des deux premiers filtres. Smith *et al.* ont proposé un modèle d'homogénéisation pour les composites de connectivité 1-3 [23] qui permet, sous réserve de connaître les constantes des deux phases, d'obtenir les caractéristiques fonctionnelles ou homogénéisées du composite final. Ainsi, le coefficient de couplage $k_{t,\text{sim}}$ du mode épaisseur est calculé rapidement avec ces nouvelles caractéristiques et peut être comparé à la mesure $k_{t,\text{mes}}$. Si, à même fraction volumique (voir chapitre 2.2), il a une valeur éloignée à $\pm 5\%$ de la mesure, l'individu est pénalisé (« pénalisation 1-3 », P_{1-3}). La valeur de cette pénalisation sera détaillée pour chaque cas.

Ce filtre peut-être adapté pour d'autres cas de composites piézoélectriques à connectivité différente grâce à un modèle d'homogénéisation plus général [115].

4.2.3 Traitement *post*-calcul

Si le jeu de paramètres a franchi les deux précédents filtres (ou 3 pour le cas d'un composite 1-3), les courbes « epsilon » et « zoom » seront calculées grâce à ATILA. Les étapes suivantes s'appuieront exclusivement sur ces deux nouveaux éléments pour noter l'individu proposé.

Filtre « modes » Un repérage des pics (ou maxima) sur la courbe « zoom » ($\Re(Z)$) nous donne le nombre de modes. S'il est différent de m (nombre de modes sur la courbe expérimentale), l'individu responsable est fortement pénalisé (« pénalisation m », P_m). A ce stade, un ensemble d'individus non-pénalisés se forme et il sera appelé « groupe des prétendants ».

Le repérage est fait de manière aveugle et ne prétend pas reconnaître la nature du mode. Cela pourrait être un handicap si on ne disposait pas de la base de données constructeur du matériau. En effet, l'individu porteur des gènes « constructeur » sera assuré de faire partie du groupe des prétendants car ses données sont déjà assez proches de la réalité et donc ses courbes d'impédance simulées seront semblables à nos mesures. Cet individu garantira la circulation de gènes corrects. Il est possible qu'un jeu de paramètres arrive jusqu'ici et passe cette nouvelle condition de validité alors que les modes qu'il présente sur la courbe d'impédance sont de natures différentes de ceux mesurés. Cela n'est pas nécessairement gênant puisque ses enfants, qui auront donc des gènes défaillants, ne survivront pas longtemps et donc, les gènes portés disparaîtront de la population.

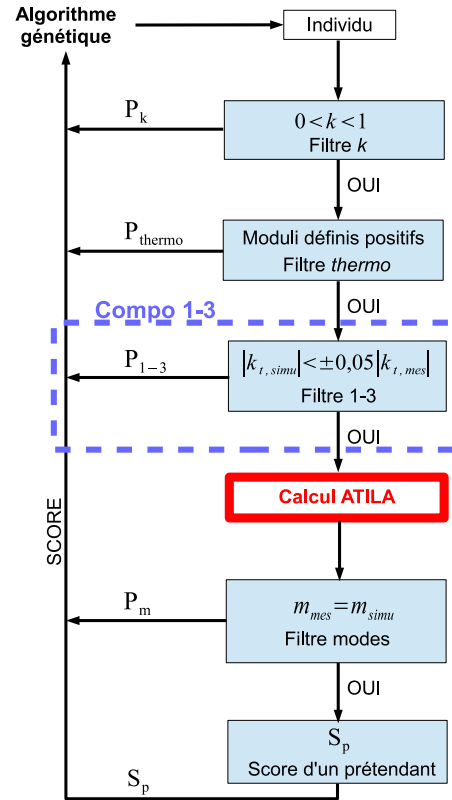


FIGURE 4.5 – Description de la FO

Différenciation au sein du groupe des « prétendants » Au sein du groupe des prétendants, il est nécessaire de faire une différenciation de qualité des individus restants. Ils possèdent tous des courbes d'impédance considérées comme acceptables. Ainsi, les nouveaux critères de sélection qui s'appuient sur les courbes simulées seront les différences avec les courbes mesurées :

- de position en fréquence de la résonance ,
- de la différence fréquentielle entre la résonance et l'antirésonance d'un même mode,
- et de valeur de la capacité bloquée C_0 .

4.2. FONCTION OBJECTIF

Pour calculer l'écart fréquentiel entre les modes simulés et mesurés, ils doivent être appairés par nature. Dans le cas d'un composite 1-3, les modes seront classés par l'amplitude de l'impédance à leur résonance : la plus grande amplitude est le mode épaisseur alors que les autres seront les modes latéraux (ou autres). Pour les échantillons de formes complexes comme les anneaux, les dimensions imposent un ordre fréquentiel d'apparition des modes. De la même manière que précédemment, si un individu est bien noté alors que l'ordre d'apparition de ses modes est inversé par rapport à la réalité, les enfants engendrés ne pourront pas survivre longtemps.

Pratiquement, les différences de position en fréquence Dif_k^1 , où k est l'indice du mode de résonance concerné, sont calculées comme suit :

$$\text{Dif}_k^1 = \frac{|f_{k,\text{sim}}^r - f_{k,\text{mes}}^r|}{f_{\text{end}}} = \frac{\text{Dif}_{k,r}^1}{f_{\text{end}}} \quad (4.3)$$

où f_k^r est la fréquence de résonance numérotée k . Les indices *mes* et *sim* distinguent les grandeurs mesurées des grandeurs simulées. La différence est normalisée par rapport à la fréquence maximale de l'intervalle pour ne pas avoir une valeur supérieure à 1 qui est donc la valeur maximale possible pour les Dif_k^1 . Ensuite, la différence, pour un même mode, entre la fréquence de résonance f_k^r et la fréquence d'antirésonance f_k^a s'exprime par :

$$\text{Dif}_k^2 = \frac{||f_{k,\text{sim}}^a - f_{k,\text{sim}}^r| - |f_{k,\text{mes}}^a - f_{k,\text{mes}}^r||}{f_{\text{end}}} = \frac{|\text{Dif}_{k,\text{sim}}^2 - \text{Dif}_{k,\text{mes}}^2|}{f_{\text{end}}} \quad (4.4)$$

Ayant défini ces valeurs, l'échelle des scores est contrôlée et les valeurs pour les pénalisations de chaque filtre peuvent être données. Toutes ces valeurs seront explicitées sur la validation de l'algorithme dans la section suivante.

Enfin, la courbe « epsilon » nous permet de déterminer $C_{0,\text{sim}}$ et de le comparer avec $C_{0,\text{mes}}$ par l'expression :

$$\text{Eps} = |C_{0,\text{sim}} - C_{0,\text{mes}}| / (\text{lim}_{\text{sup}} \times C_{0,\text{const}}) \quad (4.5)$$

où l'indice *const* signifie que la valeur provient du constructeur.

La normalisation « $\text{lim}_{\text{sup}} \times C_{0,\text{const}}$ » permet de ne pas dépasser la valeur 1 pour cette grandeur. Cette valeur s'adapte donc en fonction des intervalles de variation choisis autour des données constructeur. Enfin, le score final d'un individu de ce groupe S_p est la somme de tous les Dif_k^1 , Dif_k^2 et du Eps en les pondérant judicieusement pour insérer un ordre d'importance si cela est souhaité :

$$S_p = \left(\sum_k \alpha_k \text{Dif}_k^1 + \beta_k \text{Dif}_k^2 \right) + \alpha_E \text{Eps} \quad (4.6)$$

La figure 4.5 résume la succession des étapes dans la FO. Pour une meilleure visualisation des grandeurs calculées, la figure 4.6 représente les Dif_k dans le cas de deux modes à ajuster. Il s'agit plus particulièrement d'un mode épaisseur et d'un mode latéral d'un composite 1-3, décrits dans la partie 2.2.3. Le but de l'algorithme d'optimisation est de simplement minimiser ces écarts.

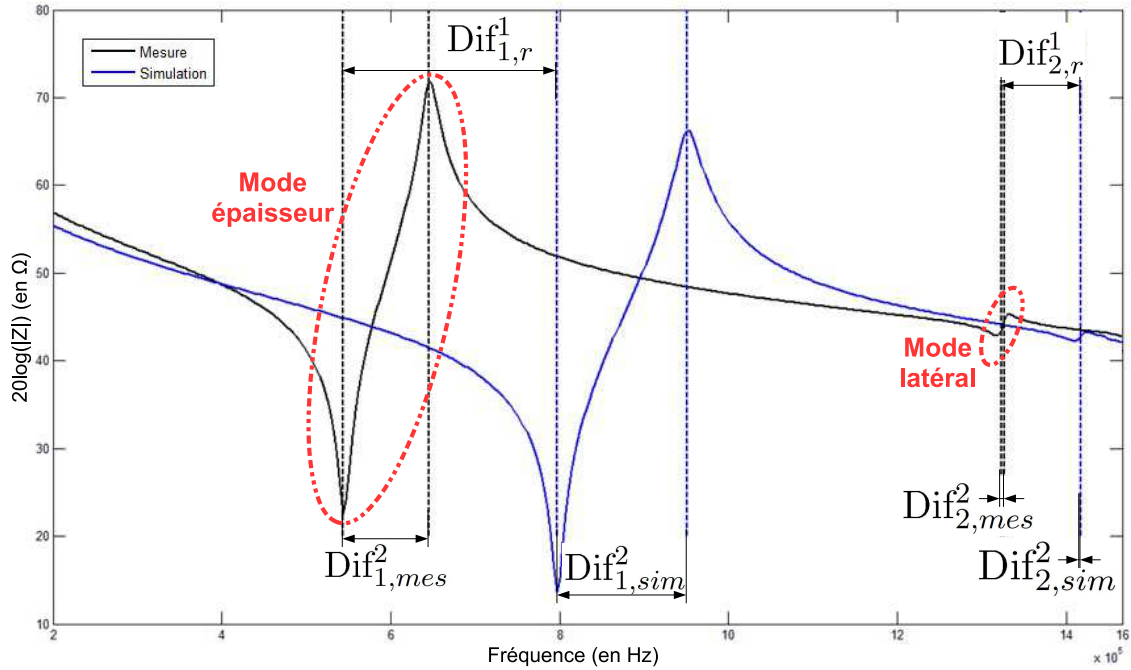


FIGURE 4.6 – Illustrations des grandeurs à minimiser dans l’algorithme d’optimisation avec les courbes d’impédance électrique mesurée et simulée d’un composite 1-3.

4.3 Validation sur un composite 1-3

Après la description générale de l’algorithme d’optimisation, une étape de validation sur un matériau dont les caractéristiques sont connues est requise. Nous emprunterons le terme de « fantôme » pour ce type de matériau qui vient directement du domaine médical et qui nomme des objets aux caractéristiques connus pour tester un appareil. Les observables sur lesquelles l’algorithme fonctionne étant des courbes d’impédance électrique, nous les créerons à partir d’un composite 1-3 modélisé avec ATILA qui nous permet de choisir précisément les caractéristiques des matériaux. Ce fantôme de composite 1-3 pourra donc être qualifié de numérique puisqu’il n’existe pas vraiment. Pour la validation, l’algorithme prendra les courbes d’impédance du fantôme numérique et les traitera comme des courbes expérimentales, le but étant de remonter aux constantes des matériaux entrées sous ATILA.

4.3.1 Préparation du fantôme numérique

La forme géométrique de l’échantillon est un composite 1-3 étudié dans la partie 6.2. La Figure 4.7 représente un quart de la cellule de base d’un composite qui est modélisé. L’épaisseur vaut 2,78 mm. Les détails de la modélisation sont donnés dans la section consacrée 6. Pour le choix des deux matériaux, les caractéristiques de la céramique PZ21 et de la résine Epoxy E501 ont été choisies dans la base de données du fournisseur Ferroperm [55] et du fichier matériau d’ATILA qui rassemble les propriétés de certains matériaux données dans le livre de l’institut américain de physique [116]. Pour l’obtention de modes découplés et

4.3. VALIDATION SUR UN COMPOSITE 1-3

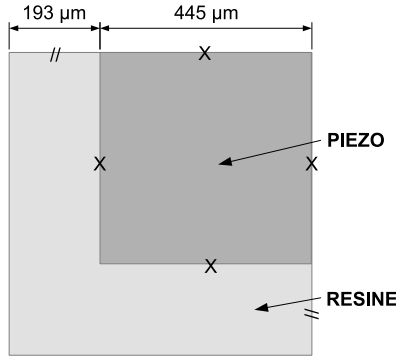


FIGURE 4.7 – La géométrie du composite 1-3 fantôme.

assez proches en fréquence pour pouvoir être traités en une seule fois, les caractéristiques des matériaux ont été légèrement changées et sont rassemblées dans le tableau 4.2. Les pertes mécaniques et diélectriques ont été fixées à 1% des valeurs concernées. La géométrie et les caractéristiques des matériaux utilisés pour le fantôme numérique permettent de concentrer le mode épaisseur et les deux modes latéraux dans l'intervalle [0,4MHz - 2MHz] qui sera l'intervalle de notre courbe expérimentale « Zoom ». Un calcul se fera également sur l'intervalle [50kHz - 20MHz] pour créer la courbe expérimentale « Epsilon ».

TABLE 4.2 – Constantes des matériaux utilisés pour le fantôme numérique de composite 1-3 [55, 116]

c_{11}^E (GPa)	c_{12}^E (GPa)	c_{13}^E (GPa)	c_{33}^E (GPa)	c_{44}^E (GPa)	c_{66}^E (GPa)	e_{31} (C/m ²)	e_{33} (C/m ²)
95,83	57,31	43,71	66,62	26,32	19,23	-11,69	19,99
e_{24} (C/m ²)	ϵ_{11}^S (nF/m)	ϵ_{33}^S (nF/m)	$c_{11}^{\text{résine}}$ (GPa)	$c_{12}^{\text{résine}}$ (GPa)	$\epsilon_{11}^{\text{résine}}$ (nF/m)	ρ_{piezo} (kg/m ³)	ρ_{resine} (kg/m ³)
16,21	18,70	16,38	7,78	3,83	0,03	7780	1100

4.3.2 Détermination des paramètres de la FO et du GA

Pour chaque cas étudié, les paramètres sont à redéfinir pour les deux fonctions de l'optimisation car ils dépendent du nombre de modes observés.

Paramètres de la FO Afin de définir les valeurs de pénalisation pour chaque filtre, la différenciation des individus du groupe des prétendants sert de base. Notre cas se concentre sur le mode épaisseur et les deux modes latéraux du composite. Respectivement à ce qui a été décrit (trois paramètres Dif_k par mode), neuf Dif_k seront calculés pour les trois modes observés ainsi qu'un Eps. La priorité sera donnée au mode épaisseur avec une pondération de 10 pour ses Dif_1^1 et Dif_1^2 . Ensuite vient la pondération de 10 également pour Eps et les Dif_2^1 , Dif_2^2 , Dif_3^1 et Dif_3^2 des modes latéraux restent unitaires (pondérés par 1). Le choix de ces facteurs multiplicatifs s'est fait en fonction de la sensibilité de l'algorithme général après plusieurs essais.

Sachant que les Dif sont inférieurs à 1, le score maximal d'un individu du groupe des prétendants S_p s'élève à 34 en utilisant la définition 4.6. Grâce à cette valeur, il est possible de définir toutes les valeurs de pénalisation P nécessaire au bon fonctionnement de l'al-

4.3. VALIDATION SUR UN COMPOSITE 1-3

gorithme. Pour ce faire, on parcourt l'algorithme dans le sens inverse d'un individu. Les valeurs P se calculent donc successivement :

- La pénalisation que donnera le filtre *post*-calcul est :

$$P_{\text{Dif}} = P_{\text{seuil}} + 10 \times \text{Eps}$$

où P_{seuil} est une valeur fixée, supérieure à S_p pour que l'individu qui hérite de ce score se situe en dehors du groupe des prétendants. On a pris ici $P_{\text{seuil}} = 50$ pour être au-dessus de S_p qui est égal à 34. P_{Dif} est donc compris entre 50 et 60.

- Le deuxième filtre *pré*-calcul est défini par :

$$P_{\text{Smith}} = P_{\text{seuil}} + 220 \times |k_{t,\text{mes}} - k_{t,\text{sim}}|$$

Pour la pénalisation « Smith », seuls les $k_{t,\text{sim}}$ du mode épaisseur éloignés de plus de 0.05 du $k_{t,\text{mes}}$ sont retenus donc leur différence sera supérieure à 0.05. En la multipliant par 220, un minimum de 11 sera assuré d'être ajouté à P_{seuil} . Notre valeur P_{Smith} sera donc comprise entre 61 et 270.

- Enfin, le premier filtre *pré*-calcul et le plus pénalisant aura la valeur :

$$P_{\text{Ikeda}} = 280$$

De cette manière, l'individu qui ne passera pas ce premier filtre de l'algorithme sera l'un des plus mauvais de sa génération.

Comme on peut le voir, il existe un terme variant sur quasiment chaque pénalisation (sauf pour P_{Ikeda}) qui est typique à chaque individu et qui s'ajoute à P_{seuil} . Ce terme est préférable pour que le GA puisse classer les individus. En effet, si le GA a trop d'individus de même score, il sera plus long à la sélection de bons éléments, c'est-à-dire qu'un plus grand nombre de générations serait nécessaire pour converger vers une solution.

Paramètres du GA Le premier critère à définir est le nombre de gènes de l'individu et cela dépend de la nature des modes observés. Dans ce cas, les constantes des matériaux mis en jeu pour le mode épaisseur et les modes latéraux sont :

- pour le matériau piézoélectrique, les constantes c_{11}^E , c_{12}^E , c_{13}^E , c_{33}^E , e_{33} et e_{33}^S
- et pour le polymère, les constantes c_{11} et c_{12} .

L'impédance électrique est sensible à toutes les constantes des matériaux mais, en fonction des modes observés, elle l'est plus pour certaines constantes. Pour évaluer sa sensibilité aux constantes, la variation de la valeur de la FO est la référence. Tout d'abord, la simulation d'une courbe d'impédance ressemblante à celle que l'on veut « fittée » est prise pour modèle. Dans le cas de cette validation, le modèle sera directement la courbe que l'on veut trouver : la courbe d'impédance du fantôme numérique. Ensuite, un nouveau jeu de constantes est créé en changeant un seul paramètre à la fois et en doublant sa valeur. Si la valeur de la FO varie de plus de 1% pour ce nouveau jeu de paramètre (ou individu), ce paramètre est considéré comme sensible et sera à déterminer par l'algorithme d'optimisation. Les autres auront des valeurs par défaut qui seront celles du constructeur ou, pour la validation, la solution du fantôme.

Pour la définition des lim_{sup} et lim_{inf} , leur valeur vaudra 10% des valeurs solutions du fantôme numérique dans un premier temps pour comparer l'algorithme génétique à la

méthode de Nelder-Mead puis, elles seront fixées à 100% pour tester la convergence de l'algorithme d'optimisation. On peut se permettre de resserrer l'espace de recherche à 10% puisque l'on sait que la solution est à l'intérieur. Dans un cas concret, les \lim_{sup} et \lim_{inf} sont définies à partir des données constructeur. Il est alors normal de leur donner de grandes valeurs (supérieures à 10%) pour être sûr d'inclure la solution recherchée dans l'espace de recherche. Notre population contient 200 individus qui évolueront sur 100 générations. Pour une variation de 100% sur les gènes, ces paramètres sont largement suffisant pour explorer tout l'espace de recherche. A chaque génération, les 10 meilleurs individus seront gardés pour la génération suivante et pour ainsi assurer la circulation de gènes de qualité. Ils sont appelés l'élite.

4.3.3 Résultats de l'algorithme d'optimisation

Un paramètre important pour les algorithmes d'optimisation est le temps passé pour trouver une solution. Puisque cela dépend énormément du type de PC utilisé pour les calculs, les temps seront normalisés par rapport au temps de la méthode de Nelder-Mead pour trouver une solution et qui sera notée $t_{Nelder} (\simeq 3 \text{ jours})$.

Confrontation GA vs. Nelder-Mead Afin d'appuyer la nécessité de l'algorithme génétique, le problème est résolu également avec la méthode de Nelder-Mead. La même FO est évidemment utilisée pour une comparaison sensée avec l'algorithme génétique. Les \lim_{sup} et \lim_{inf} sont égales à 10% autour des valeurs du fantôme. Les deux algorithmes ont le même temps pour trouver une solution.

Le tracé de l'impédance électrique simulée pour la meilleure solution trouvée par le GA et par la méthode de Nelder-Mead sont comparés à l'impédance expérimentale du fantôme numérique. Sur la figure 4.8, la solution proposée en utilisant le GA est meilleure que celle trouvée en utilisant la méthode de Nelder-Mead. En effet, la courbe d'impédance du fantôme numérique (expérimentale) est quasiment recouverte par la courbe simulée avec la solution du GA alors qu'un net écart est présent pour la solution de la méthode de Nelder-Mead.

Le tableau 4.3 explicite les solutions trouvées en utilisant le GA et la méthode de Nelder-Mead. Lorsque les valeurs sont comparées à celle de la solution du fantôme numérique en calculant l'écart relatif, on s'aperçoit que toutes les valeurs de la solution du GA sont plus proches que celles trouvées par la méthode de Nelder-Mead. De plus, la méthode de Nelder-Mead a 3 valeurs qui sont proches des limites définies à 10% pour le c_{12}^E , c_{13}^E et le c_{11} . Habituellement, lorsqu'un algorithme d'optimisation est bloqué sur des valeurs limites, c'est souvent le symptôme d'un mauvais choix de la fonction objectif ou une difficulté pour l'algorithme d'optimisation d'explorer tout l'espace de recherche. Étant donné qu'en utilisant la même fonction coût avec le GA, un résultat proche de la solution est trouvée, la conclusion sera la difficulté de la méthode de Nelder-Mead à converger vers l'optimum global. La construction de la FO peut également être discutée sur le résultat du GA. En effet, les paramètres du mode épaisseur (c_{33}^E , ϵ_{33}^S et e_{33}) qui est le plus pondéré dans la FO, sont les plus proches de la solution. Ceci est également vrai pour les constantes c_{11}^E , c_{11} et c_{12} qui influent beaucoup les modes latéraux. Enfin les modes observés seront moins sensibles aux constantes c_{12}^E et c_{13}^E du matériau piézoélectrique. Enfin, la valeur de la FO

parle d'elle-même car elle doit traduire au mieux la qualité du « fit » : plus elle est faible, mieux le fit est fait.

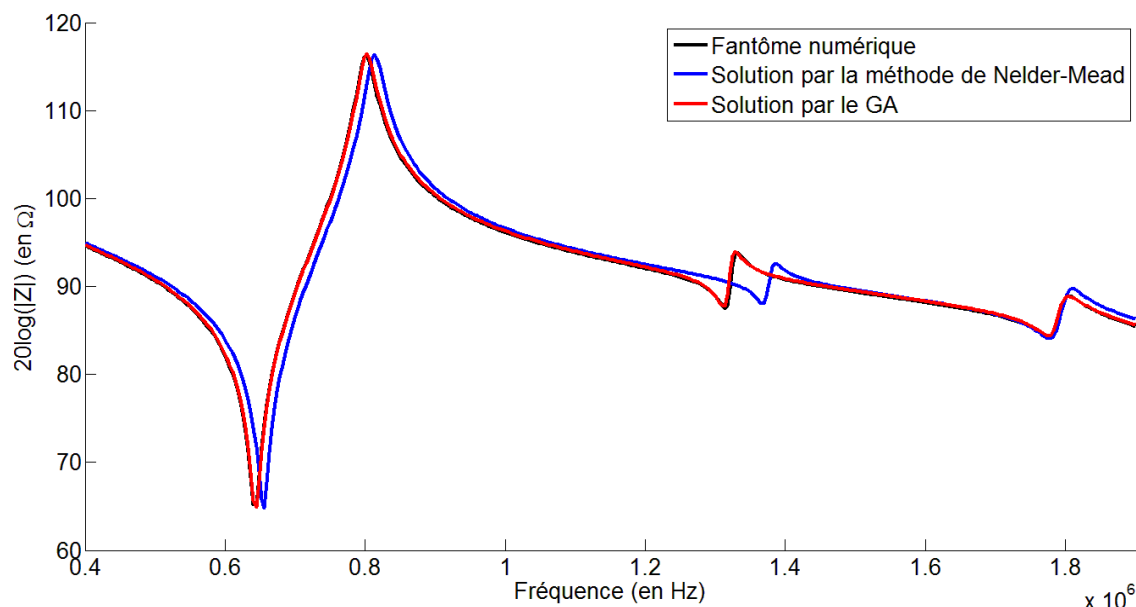


FIGURE 4.8 – Comparaison des impédances électriques trouvées par le GA et la méthode de Nelder-Mead pour un espace de recherche de 10% autour de la solution du fantôme numérique.

Robustesse du GA Maintenant que la méthode par gradient s’est révélée inefficace, la robustesse du GA est mise à l’épreuve en augmentant les limites de l’espace de recherche à 100%. Pour pouvoir comparer, il sera arrêté au temps t_{Nelder} dans un premier temps puis, à $2 \times t_{\text{Nelder}}$ pour étudier sa convergence.

La meilleure solution à t_{Nelder} donne la courbe d’impédance rouge de la figure 4.9. À première vue, la solution semble moins bonne que celle avec des limites de 10%. Cela est confirmé par les valeurs du tableau 4.3 où certaines valeurs atteignent 35% des valeurs solutions. Même si les écarts de chaque valeur sont beaucoup plus grands que ceux trouvés par la méthode par gradient, la valeur de la FO reste quasiment 5 fois plus petite que celle de Nelder-Mead. Le résultat est donc meilleur.

Si l’algorithme est relancé durant deux fois plus de temps ($t = 2 \times t_{\text{Nelder}}$), l’impédance tracée en bleue sur la figure 4.9 est obtenue. Une solution meilleure que la précédente a été trouvée. Pour la même taille de l’espace de recherche, le GA à $2 \times t_{\text{Nelder}}$ converge vers la même solution que le GA à t_{Nelder} . Cependant, pour le cas du GA à $2 \times t_{\text{Nelder}}$, la valeur de sa FO est plus basse que celle du GA à 10% alors que toutes ses valeurs de paramètre prises une à une sont beaucoup plus éloignées de la solution !

Cela soulève deux questions importantes :

- La solution qui donne une courbe d’impédance électrique est-elle unique ?
- Et donc, l’impédance électrique est-elle vraiment une observable correcte pour ce genre de fit ?

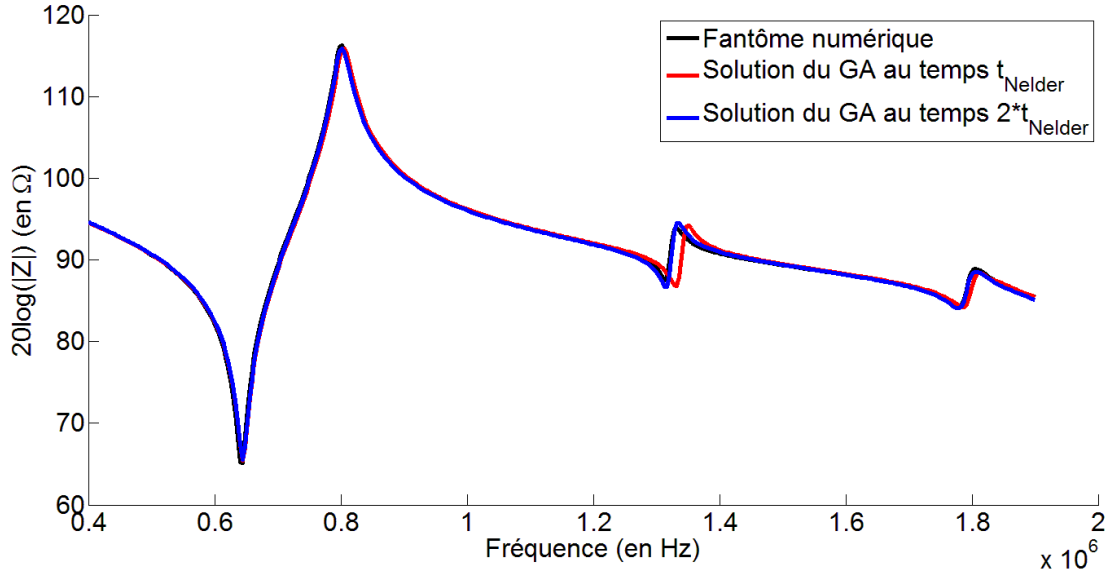


FIGURE 4.9 – Tracé de l'impédance électrique de la meilleure solution trouvée par le GA pour un espace de recherche de 100% autour de la solution du fantôme numérique.

Ces questions se posent car la solution finale est connue et que les variations pour chaque paramètre peuvent être examinées. Concrètement, lors de la caractérisation d'un matériau, le seul moyen d'appréciation de la qualité de la solution est le « fit » de l'impédance électrique, c'est à dire que la solution donnant la meilleure correspondance entre les impédances est gardée. Les programmes utilisant des méthodes par gradient dépendent de la situation initiale et restent donc autour des caractéristiques constructeur (si elles sont utilisées comme situation initiale). Ce critère de proximité des données constructeur peut également être ajouté à notre algorithme d'optimisation mais cela irait à l'encontre de la motivation donnée pour la création de ce nouvel outil de caractérisation qui est l'indépendance à la situation initiale et donc, l'exploration d'un grand espace de recherche.

Conclusion Pour conclure ce chapitre sur la création d'un nouvel outil de caractérisation multimodal et multiphasique, les résultats sur la fantôme sont encourageants car il permet de déterminer plus de constantes grâce à la présence de plusieurs modes sensibles à ces dernières. L'utilisation de l'algorithme génétique comme algorithme d'optimisation apporte une réelle amélioration sur la détermination de la solution finale. La remise en question de l'utilisation de l'impédance électrique comme observable pour remonter aux caractéristiques du matériau reste un problème mineur. En effet, depuis l'origine de la caractérisation piézoélectrique, l'extraction des paramètres piézoélectriques se fait grâce à la mesure de cette impédance car c'est elle qui est intéressante dans l'utilisation du matériau dans les transducteurs.

4.3. VALIDATION SUR UN COMPOSITE 1-3

TABLE 4.3 – Confrontation des solutions proposées par la méthode de Nelder-Mead et par le GA avec la solution exacte du fantôme numérique.

Matériau piézo	Solution exacte	Nelder-Mead à 10% (t_{Nelder})	GA à 10% (t_{Nelder})	GA à 100% (t_{Nelder})	GA à 100% ($2 \times t_{\text{Nelder}}$)
c_{11}^E (GPa)	95.83	93.13 (2.86%)	97.79 (2.02%)	85.98 (10.84%)	84.87 (12.13%)
c_{12}^E (GPa)	57.31	63.04 (9.52%)	62.00 (7.86%)	56.85 (0.81%)	53.57 (6.75%)
c_{13}^E (GPa)	43.71	47.91 (9.17%)	45.48 (3.97%)	35.03 (22.05%)	33.85 (25.43%)
c_{33}^E (GPa)	66.62	71.65 (7.28%)	67.86 (1.84%)	57.33 (14.99%)	57.03 (15.51%)
e_{33} (C/m ²)	19.99	19.62 (1.87%)	19.88 (0.55%)	21.12 (5.50%)	20.99 (4.88%)
$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$	1851	1830 (1.14%)	1833 (0.98%)	1830 (1.14%)	1828 (1.25%)
Matériau polymère					
c_{11} (GPa)	7.78	8.53 (9.20%)	7.67 (1.42%)	9.53 (20.22%)	9.32 (18.01%)
c_{12} (GPa)	3.83	3.92 (2.32%)	3.75 (2.11%)	5.45 (34.91%)	5.39 (33.84%)
Valeur de la FO	0	483.10^{-4}	44.10^{-4}	100.10^{-4}	43.10^{-4}

Chapitre 5

Base de données électro-mécanique complète du monocristal KNbO_3

De nos jours, avec l'explosion des puissances de calcul des ordinateurs, le calcul par éléments finis est très utilisé pour simuler tout type de comportement (thermique, mécanique, magnétique, etc.) de structures complexes sous différentes conditions. Ces simulations permettent un travail d'optimisation sur les structures avant leur fabrication, ce qui permet de faire de grandes économies. Néanmoins, pour lancer ce calcul, le problème doit avoir des données d'entrée qui sont les caractéristiques des matériaux composant la structure.

Dans le cas des transducteurs ultrasonores, les simulations par éléments finis prennent en compte, en général, uniquement les domaines électrique et mécanique. Les performances d'un transducteur dépendant essentiellement du matériau piézoélectrique, nous nous intéresserons dans ce chapitre uniquement aux propriétés électro-mécaniques du matériau piézoélectrique. La caractérisation électro-mécanique pour accéder à ces propriétés n'est pas récente et son protocole est très cadré [15]. Néanmoins, toutes les caractéristiques électro-mécaniques définies dans la partie 1.1.2 ne sont pas directement mesurables par ce type de caractérisation. En effet, le lien direct entre une grandeur mesurable (électrique, mécanique ou autre) et un grand nombre de constantes du matériau n'est pas connu. Elles sont donc calculées à partir des relations de la table 1.2.

Cette étape de calcul introduit des incohérences dans la base de données finale du matériau piézoélectrique qui sont appelées également des inconsistances [117]. Elles peuvent être la cause de différences observées sur des résultats d'un même calcul (simulation numérique, calcul analytique, etc.) utilisant pourtant le même matériau. Effectivement, en prenant deux *moduli* de tenseurs d'une base de données inconsistante d'un même matériau, par exemple (c^E, e, ϵ^S) et (s^E, d, ϵ^T) , le même calcul effectué sur ces deux *moduli* ne donnera pas le même résultat. Cela revient à effectuer le calcul sur deux matériaux différents. Une méthode pour quantifier l'inconsistance des bases de données est proposée dans ce chapitre ainsi qu'un outil pour les rendre plus consistantes. Ils sont mis en œuvre pour la caractérisation du monocristal KNbO_3 qui, comme expliqué dans la paragraphe 3.1.2, est un des meilleurs candidats sans plomb pour la transduction électro-mécanique.

5.1 Caractérisation piézoélectrique standard

Avant de commencer la caractérisation en tant que telle, la notation spécifique à la caractérisation piézoélectrique [15] est détaillée et l'histoire du monocristal KNbO_3 est retracée au travers de différentes caractérisations déjà effectuées pour mettre en évidence l'apport de ce travail.

5.1.1 Notation IEEE et KNbO_3

Notation IEEE [15] La plaque utilisée pour la transduction et découpée à partir d'un monocristal KN peut avoir une orientation arbitraire par rapport aux axes cristallographiques du matériau X, Y et Z (préférentiellement notés \vec{a} , \vec{b} et \vec{c} par les cristallographes). Les notations utilisées par la norme IEEE viennent des trois orientations du repère d'un parallélépipède rectangle : l'épaisseur t , la largeur w et la longueur l . L'origine de ce repère est un sommet du solide. Il est important de les faire apparaître clairement comme le montre la figure 5.1.

Lorsque le repère du solide est défini, son orientation par rapport au repère cristallographique peut être donnée par l'information de découpe. Cette dernière suit la convention d'écriture suivante : la première lettre (X, Y ou Z) indique la direction de l'épaisseur de la plaque, la seconde (X, Y ou Z) indique sa longueur et les lettres suivantes sont les axes de la plaque (w , l et t) pris successivement comme axe de rotation de cette dernière. Un exemple de symbole avec une rotation la plus générale a la forme $(XYtlw)\Phi/\Theta/\Psi$. Dans la figure 5.1, deux exemples de découpe sont donnés pour une plaque et pour un barreau. Les électrodes, posées de cette manière, exciteront le mode épaisseur k_t (5.1.a)) et le mode barreau k_{33} (5.1.b)). Cette notation est fonctionnelle pour le domaine des applications pié-

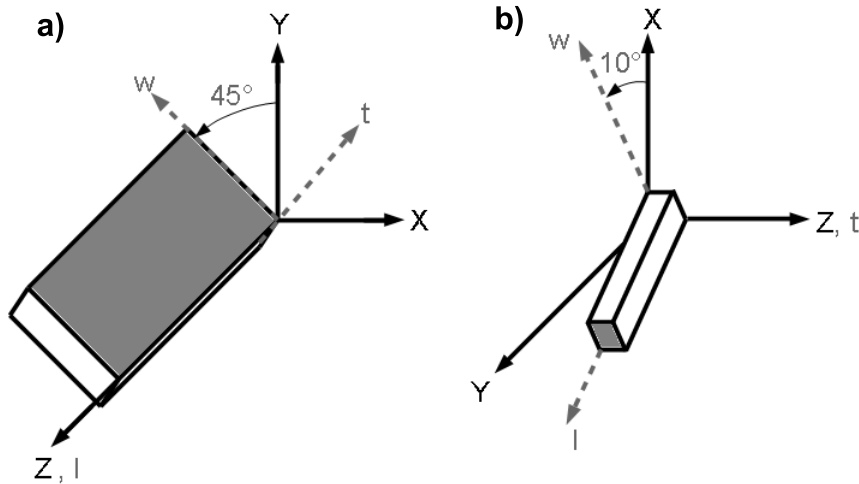


FIGURE 5.1 – Illustration d'une découpe de a) plaque à $(XZl) - 45^\circ$ et b) barreau à $(ZYt) - 10^\circ$. Les surfaces grises représentent les électrodes.

zoélectriques mais il en existe d'autres, en particulier, en cristallographie où on parlera de coupe $ac - 45^\circ$ qui peut correspondre à $(XZl) - 45^\circ$. Elle ne contient cependant pas autant

d'informations que la notation IEEE sur les axes du parallélépipède.

Évolution du KNbO_3 L'intérêt que suscite le monocristal de KNbO_3 n'est pas nouveau comme le montrent des publications datant des années 1970 pour caractériser sa structure et ses propriétés optiques, mécaniques et diélectriques [118, 119, 120, 121].

Wiesendanger, en 1973, a été le premier à donner des caractéristiques électro-mécaniques [120]. Puis, en 1993, Zgonik *et al.* [85] ont fourni des caractéristiques complémentaires pour constituer la première base de données aussi complète sur ce matériau. Il faut attendre les années 2000 pour que Nakamura *et al.* [86] publient une étude théorique sur les orientations de découpe de plaque dans le monocristal pour favoriser certains coefficients de couplage. En utilisant la base de donnée de Zgonik et la notation 5.1.1, ils calculent une découpe $(XYl) - 49.5^\circ$ pour obtenir un k_t égal à 69%. Le k_{33} de 83% est donné, lui, pour la coupe $(YXt) - 44.4^\circ$. En prenant donc une coupe de ce monocristal à $(XZl) - 45^\circ$, il sera parfait pour fabriquer un composite 1-3 puisque son k_{33} est supérieur à son k_t .

Quelques années plus tard, Nakamura lui-même vérifie expérimentalement quelques unes de ses prédictions [87], à l'exception du k_{33} , sur un matériau d'origine inconnue. Davis *et al.* [122] fabriquent leur propre monocristal pour atteindre des valeurs comparables à ce qui a été prédit sur le k_t pour cette coupe spécifique. Les vérifications ont été faites mais il n'y a pas, à l'heure actuelle, de base de données intégrale du monocristal KNbO_3 pour cette coupe. Or, elle est indispensable si des simulations à base de ce matériau prétendent être faites.

Cette partie a pour but de fournir une base de données du monocristal KNbO_3 pour la coupe $(XZl) - 45^\circ$. Une attention particulière est également portée sur un nouveau problème mis en avant pour ce genre de données : la consistance.

5.1.2 Préparation des échantillons

Plaque d'origine Le choix de fournisseur de KNbO_3 s'est tourné vers un groupe allemand : FEE GmbH [123]. Une fois cet échantillon reçu de dimensions $20 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$, l'équipe du SPCTS (Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface) a vérifié l'orientation de la plaque achetée par rapport aux axes cristallographiques du KNbO_3 par la diffraction aux rayons X (sur une petite partie). Grâce à cette mesure, la classe de symétrie du cristal peut également être vérifiée (orthorhombique à température ambiante, groupe $\text{mm}2$) et obtenir les paramètres de maille qui sont les normes des vecteurs \vec{a} , \vec{b} et \vec{c} . Leurs valeurs correspondent à celles déjà publiées dans la littérature [118] : $||\vec{a}|| = a = 5.697 \text{ \AA}$, $||\vec{b}|| = b = 3.971 \text{ \AA}$ et $||\vec{c}|| = c = 5.723 \text{ \AA}$. La maille est représentée figure 5.2.a) et son orientation par rapport à la plaque qui sera caractérisée, est dessinée figure 5.2.b). Le repère de plaque est nommé (XYZ) pour des facilités de compréhension pour la suite. Il correspond au repère (wlt) que donne la notation IEEE.

Comme précisé dans la partie 1.1.1, les monocristaux de cette taille sont rarement monodomaines. Des mesures complémentaires ont alors été faites pour identifier et quantifier les différents domaines présents dans l'échantillon. En plus de l'orientation principale des domaines dans la plaque, représentée figure 5.2.b), quelques domaines sont désorientés par une rotation de 90° autour de l'axe cristallographique c . Leur faible nombre permet encore de considérer le matériau comme orthorhombique pour la caractérisation électro-mécanique.

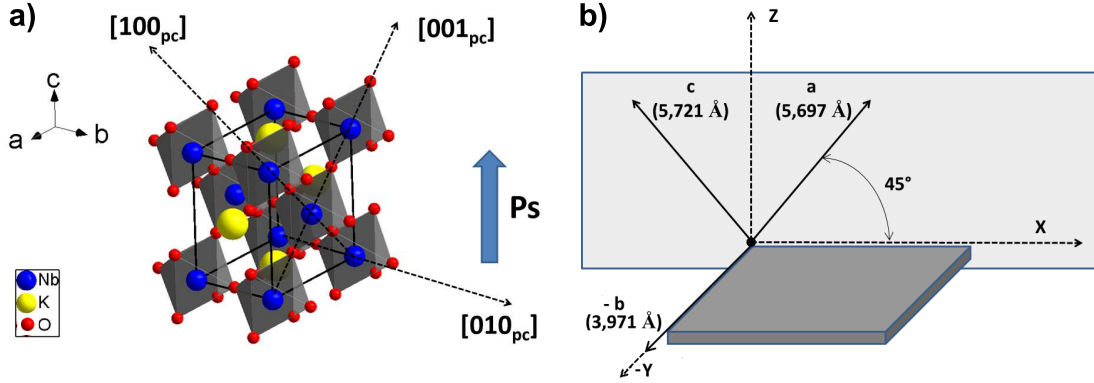


FIGURE 5.2 – Les caractéristiques du KNbO_3 : a) de maille et de sa polarisation spontanée P_s et b) d'orientation par rapport au repère (XYZ) de la plaque achetée.

Dans le cas où il y aurait eu un nombre équivalent de ces deux types de domaine, il est permis de considérer la structure du matériau à caractériser comme tétragonale [124].

Découpe Pour donner une base de données complète du matériau, il faut tout d'abord mesurer le plus de constantes élastiques, piézoélectriques ou diélectriques possibles. Pour une structure orthorhombique, toutes les constantes indépendantes à déterminer sont représentées dans la table 5.6 par type de variables indépendantes et sous la forme de matrices rassemblant les tenseurs W de cette manière :

$$\begin{bmatrix} W_{\text{élas}} & {}^t W_{\text{piézo}} \\ W_{\text{piézo}} & W_{\text{diélec}} \end{bmatrix}$$

où l'exposant t est la transposée. Cette association est souvent utilisée pour avoir une matrice carrée et donc, plus facile à utiliser pour la programmation de calculs. Usuellement, les constantes du tenseur élastique peuvent être déterminées par mesure directe [125], c'est à dire en envoyant une onde ultrasonore dans le matériau et en mesurant son temps de vol pour arriver de l'autre côté. De cette manière, la vitesse est déterminée et la constante élastique effective c_{eff} peut être calculée. Ce type de mesure n'a pas pu être réalisée au laboratoire, les échantillons étant trop petits pour le matériel disponible. Néanmoins, le deuxième type de mesure qui peut être réalisé, la technique par résonance [15], permet de déterminer à la fois les constantes élastiques, piézoélectriques et diélectriques à l'exception d'une : la constante élastique c_{66}^E (et parallèlement, c_{66}^D , s_{66}^E et s_{66}^D) qui n'est pas couplée électriquement. Pour effectuer les mesures par la technique de résonance, différents échantillons doivent être découpés dans la plaque d'origine. Leurs dimensions permettront de favoriser certains modes de vibrations et de les identifier sur l'impédance électrique mesurée. La place des électrodes, elle, excitera un effet transverse ou longitudinal comme expliqué section 1.1.3. Par la suite, le nom du mode et son coefficient de couplage seront indifféremment utilisés. Pour cela, voici les correspondances avec le nom anglais qui est plus précis :

- Le coefficient de couplage du mode latéral (*transverse length-extensional*) s'écrit k_{31} .

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

- Celui du mode barreau (*longitudinal length-extensional*) est noté k_{33} .
- Le mode radial (*transverse radial*) correspond à k_p .
- Le mode de cisaillement (*longitudinal thickness-shear*) avec une excitation électrique perpendiculaire au vecteur d'onde est noté k_{15}
- Enfin, le mode épaisseur (*longitudinal thickness-extensional*), le plus utilisé dans la transduction ultrasonore, est écrit k_t .

Il existe encore de nombreux modes qui peuvent être excités et sont répertoriés dans l'ouvrage d'Ikeda [13] mais nous utiliserons uniquement ceux nommés ici car, à eux seuls, ils permettent de déterminer une grande partie des tenseurs. L'énergie et les outils déployés pour fabriquer les autres échantillons seraient disproportionnés pour obtenir seulement quelques constantes en plus.

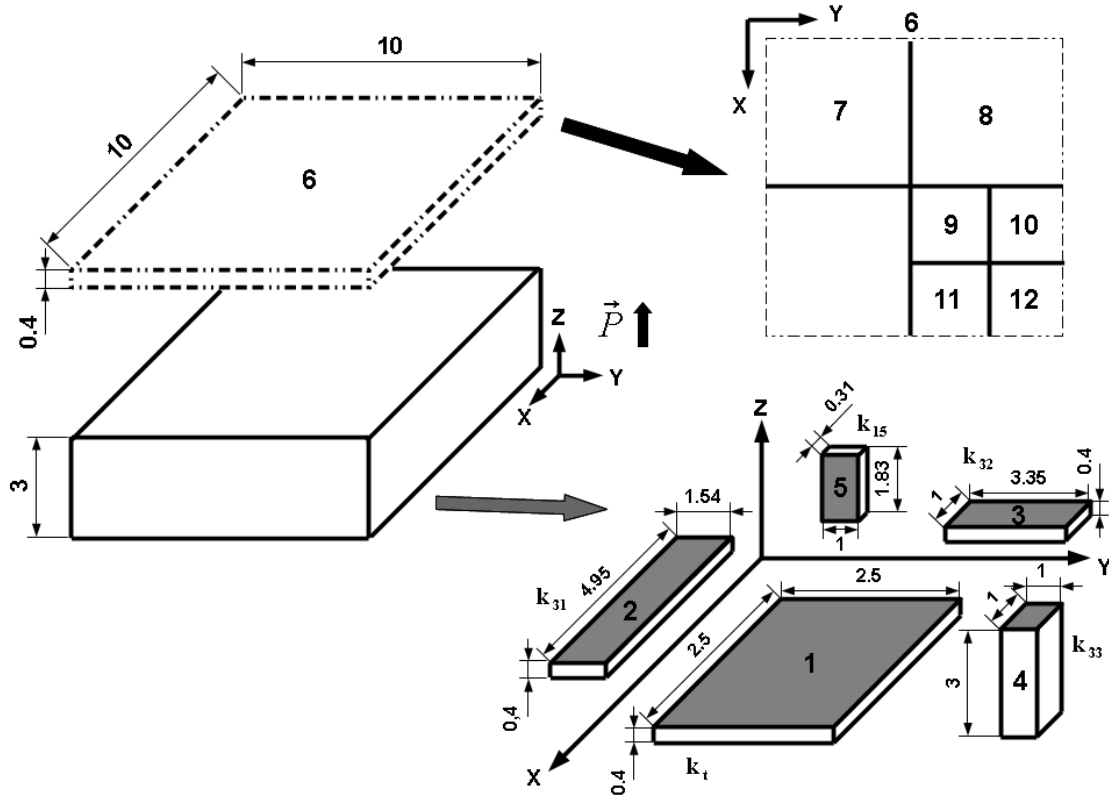


FIGURE 5.3 – Découpes effectuées sur la plaque d'origine. Toutes les dimensions sont données en millimètres et les électrodes sont en gris.

En plus de ces résonateurs, d'autres plaques sont découpées pour étudier le comportement des propriétés piézoélectriques en fréquence et vérifier l'homogénéité du matériau à plus grande échelle, c'est à dire voir s'il existe de grands domaines orientés différemment. La totalité de ces échantillons a été taillée par la société Vermon, et ils sont représentés sur la figure 5.3. Le coefficient de couplage k_{32} apparaît. Il a exactement la même nature que le k_{31} mais dans la direction Y du repère de la plaque. Logiquement, l'échantillon permettant de mesurer le k_{24} aurait dû également apparaître mais, bien que mesuré, les valeurs restent

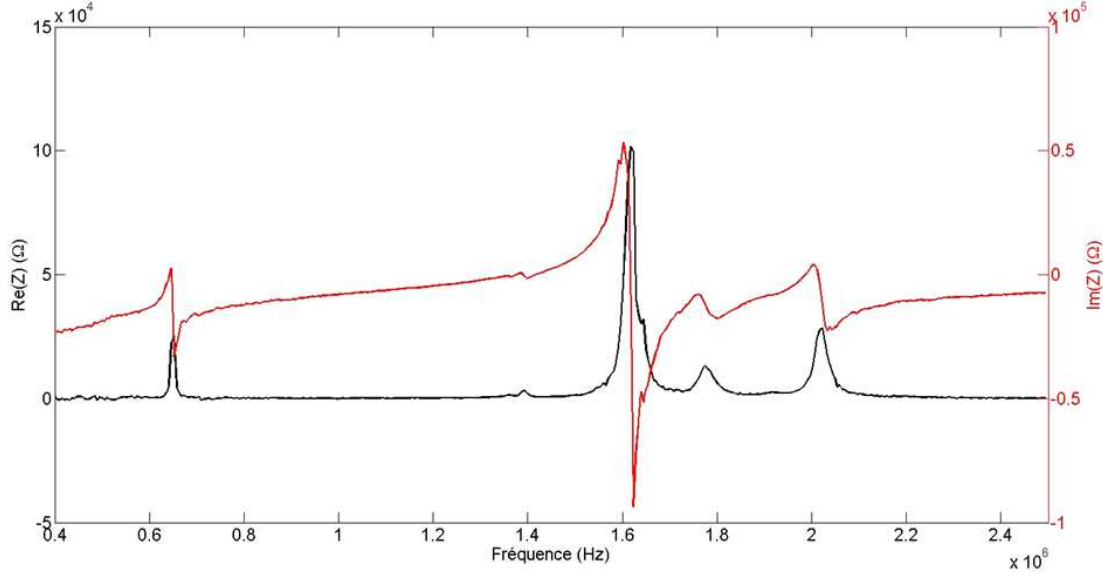


FIGURE 5.4 – Parties réelle et imaginaire de l'impédance électrique de l'échantillon 2 (mode latéral).

inexploitables, sûrement à cause des courants de fuite dans l'échantillon qui sont des pertes de charges électriques progressives d'un condensateur.

Pratiquement, les dimensions de toutes les découpes faites dans un quart du bout d'origine sont données sur la figure 5.3. La plaque numérotée 6 est divisée par la suite en plusieurs fragments qui sont toujours des plaques, pour vérifier l'homogénéité comme précisé précédemment. Dans la norme IEEE [15], le ratio des dimensions pour découpler les modes radiaux du mode épaisseur vaut 8 mais pour les autres modes, un ratio de 3 suffit. À cause des dimensions très petites de la plaque d'origine, certains échantillons sont à la limite de ce critère. La figure 5.4 est la mesure de l'échantillon 2 pour caractériser le mode k_{31} . Cette mesure illustre le découplage des modes. Le mode k_{31} à caractériser se trouve autour de 650 kHz, loin de tous les autres qui sont aux alentours de 1.6 MHz (mode épaisseur, autre mode latéral, etc.).

5.1.3 Mesures et détermination des constantes

Dans ce paragraphe, la distinction est faite entre les constantes mesurées et déduites. Les constantes mesurées sont calculées à partir de mesures directes de fréquences en utilisant les relations des coefficients de couplage du tableau 5.1 et de l'expression (1.24) reliant la constante effective c_{eff} à la vitesse de l'onde v . Les constantes déduites, quant à elles, sont calculées à partir des constantes mesurées **seulement** et en utilisant les relations intercoefficients du tableau 5.4. La masse volumique du monocristal, mesurée par la méthode d'Archimède, est la première valeur à mesurer. Elle vaut 4575 kg/m^3 .

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

TABLE 5.1 – Nature des modes observés en fonction des échantillons mesurés et représentés sur la figure 5.3. Les expressions des coefficients de couplage et de la constante élastique effective c_{eff} en fonction des paramètres du matériau sont également données.

Échantillon n°	Mode (effet)	Expression de k^2	c_{eff}
1	Épaisseur, k_t (Longitudinal)	$\frac{h_{33}^2}{\beta_{33}^S c_{33}^D}, \frac{e_{33}^2}{\epsilon_{33}^S c_{33}^D}$	c_{33}^D
2	Latéral, k_{31} (Transversal)	$\frac{d_{31}^2}{\epsilon_{33}^T s_{11}^E}$	$\frac{1}{s_{11}^E}$
3	Latéral, k_{32} (Transversal)	$\frac{d_{32}^2}{\epsilon_{33}^T s_{22}^E}$	$\frac{1}{s_{22}^E}$
4	Barreau, k_{33} (Longitudinal)	$\frac{d_{33}^2}{\epsilon_{33}^T s_{33}^E}$	$\frac{1}{s_{33}^D}$
5	Cisaillement, k_{15} (Longitudinal)	$\frac{d_{15}^2}{\epsilon_{11}^T s_{55}^E}, \frac{e_{15}^2}{\epsilon_{11}^S c_{55}^D}$	c_{55}^D

Constantes mesurées À partir de la mesure de l'impédance électrique faite grâce à l'analyseur d'impédance HP4395A avec son kit spécifique d'impédance, les pics de résonances des modes qui nous intéressent sont repérés grâce aux dimensions des échantillons *via* la relation (1.14). Tout d'abord, il est nécessaire de clarifier la nature des modes observés selon les échantillons mesurés. Les correspondances sont données dans le tableau 5.1 avec les expressions analytiques des coefficients de couplage et de la constante effective c_{eff} . Maintenant que les informations théoriques ont été données pour chaque échantillon, les mesures des fréquences de résonance et d'antirésonance vont servir à calculer la vitesse de l'onde, grâce à la relation (1.14), et le coefficient de couplage en choisissant une des deux expressions (1.28) ou (1.29) en fonction de l'effet longitudinal ou transversal du mode. Les résultats sont donnés dans le tableau 5.2, ci-dessous.

TABLE 5.2 – Les mesures des fréquences de résonance et d'antirésonance pour chaque échantillon avec les calculs correspondants des coefficients de couplage et des vitesses. La fréquence écrite en gras est la fréquence utilisée pour le calcul de la vitesse selon les lois (1.25) et (1.26).

Échantillon n°	f_r, f_a	v (en m/s)	k
1	8.355 MHz, 10.055 MHz	8044	0.595
2	647.46 kHz , 660.47 kHz	6410	0.219
3	673.64 kHz , 718.01 kHz	4513	0.388
4	1.099 MHz, 1.241 MHz	7446	0.502
5	1.432 MHz, 1.490 MHz	5453	0.304

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

À cette étape, grâce aux mesures, les caractéristiques du matériau vont pouvoir être calculées. Les résultats sont donnés dans le tableau 5.3 en effectuant les calculs colonne par colonne (et de gauche à droite), dans l'ordre suivant :

1. La **constante élastique** effective est la première à être calculée grâce à la relation (1.24) soit $c_{\text{eff}} = \rho v^2$.
2. Une deuxième constante doit être calculée pour déterminer la 3^{ème} et dernière constante de l'expression analytique du coefficient de couplage. Il s'agit généralement de la **constante diélectrique** à déformation constante ϵ^S qui se calcule en approximant la mesure de la partie imaginaire de l'impédance électrique par $1/(jC\omega)$ où C est la capacité du matériau. Elle est reliée à ϵ^S par la relation :

$$\epsilon^S = \frac{Cd}{A} \quad (5.1)$$

où d est la distance inter-électrodes et A la surface de l'électrode. En effet, l'estimation de ϵ^S se fait à des fréquences hautes où l'impédance n'est plus influencée par des modes de vibrations de la structure alors que ϵ^T est donnée par une capacité de basse fréquence.

3. Enfin, ayant bloqué deux paramètres sur les trois qui servent à exprimer le coefficient de couplage électromécanique dont la valeur est connue, la constante piézoélectrique peut être déduite.

TABLE 5.3 – Détermination des constantes des tenseurs du matériau ou appelées aussi constantes mesurées.

mode	Constante élastique déterminée par c_{eff}	2 ^{ème} constante déduite (moyen de calcul)	Dernière constante déduite avec k
k_t	$c_{33}^D = 296.03 \text{ GPa}$	$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0 = 34.5$ (avec la courbe $1/jC\omega$)	$e_{33} = 5.66 \text{ Cm}^{-2}$
k_{33}	$s_{33}^D = 3.94 \text{ pm}^2\text{N}^{-1}$	$d_{33} = 28.95 \text{ pCN}^{-1}$ (mesuré au d_{33} -mètre) $s_{33}^E = 5.27 \text{ pm}^2\text{N}^{-1}$ (grâce à $s_{33}^D = s_{33}^E(1 - k_{33}^2)$)	$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 71.3$
k_{31}	$s_{11}^E = 5.32 \text{ pm}^2\text{N}^{-1}$	$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 71.3$ (valeur issue du k_{33})	$d_{31} = 12.69 \text{ pCN}^{-1}$
k_{32}	$s_{22}^E = 10.73 \text{ pm}^2\text{N}^{-1}$	$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 71.3$ (valeur issue du k_{33})	$d_{32} = -31.93 \text{ pCN}^{-1}$
k_{15}	$c_{55}^D = 136.06 \text{ GPa}$	$\epsilon_{11}^S/\epsilon_0 = 87$ (avec la courbe $1/jC\omega$)	$e_{15} = 3.11 \text{ Cm}^{-2}$

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

L'unique cas qui diffère de cette démarche est celui du mode k_{33} . En effet, la constante élastique effective ($1/s_{33}^D$) ne participe pas à l'expression de son coefficient de couplage. Il est alors nécessaire d'en déduire la constante élastique qui y participe (s_{33}^E) grâce à l'égalité $s_{33}^D = s_{33}^E(1 - k_{33}^2)$ [17]. Avec ce même type de relation [17, 126], il est possible de déterminer 2 autres constantes élastiques et une constante diélectrique. En faisant l'application numérique sur les expressions :

- $c_{33}^E = c_{33}^D(1 - k_t^2)$, $c_{33}^E = 191.23$ GPa
- $c_{55}^E = c_{55}^D(1 - k_{15}^2)$, $c_{55}^E = 123.49$ GPa
- $\epsilon_{11}^T = \epsilon_{11}^S/(1 - k_{15}^2)$, $\epsilon_{11}^T/\epsilon_0 = 95.9$

En plus de ces 17 constantes mesurées, la valeur de $\epsilon_{22}^S/\epsilon_0$ peut être ajoutée grâce à l'échantillon k_{24} car la partie imaginaire a pu être approximée. Elle vaut 699.2. La relation utilisée pour trouver ϵ_{22}^T ne peut pas être utilisée car la valeur du k_{24} n'est pas certaine à cause de fréquences de résonance et d'antirésonance perturbées. Enfin, grâce au mode k'_{31} qui est visible sur la courbe d'impédance de l'échantillon n°3 et dont l'expression analytique est donnée dans le tableau 4.1, la valeur de s_{12}^E peut-être calculée et vaut $-1.22 \text{ pm}^2\text{N}^{-1}$.

Dans de nombreux articles ou livres, certaines relations peuvent être trouvées mais doivent être utilisées de façon avertie. En effet, il n'est pas exact d'écrire la parfaite égalité pour la relation :

$$\epsilon_{33}^S = \epsilon_{33}^T(1 - k_{33}^2). \quad (5.2)$$

La permittivité calculée de cette manière ne correspond pas exactement à la permittivité diélectrique à déformation constante comme cela est expliqué dans l'ouvrage d'Ikeda [13]. Néanmoins, la valeur est proche. Il est important de dissocier ces petites différences pour les adapter en fonction de la précision souhaitée sur les résultats finaux. Dans notre cas, l'utilisation d'un d_{33} -mètre nous permet d'éviter l'utilisation de cette relation mais, dans le cas contraire, cette approximation aurait été nécessaire pour continuer. En analysant les mesures, le k_t mesuré est plus grand que le k_{33} de 9%. Habituellement, l'inverse est attendu depuis l'approximation donnée par Bernard Jaffe dans son livre [127] (p.29) :

$$k_{33}^2 \simeq k_t^2 + k_p^2 - k_p^2 k_t^2 \quad (5.3)$$

où k_p est le coefficient de couplage électromécanique du mode radial. En plus de la répétabilité vérifiée de la mesure de l'échantillon 4 (barreau), le k_{33} a pu également être mesuré par le biais d'un composite 1-3 fabriqué avec ce même matériau [128]. En effet, en mesurant le k_t de ce composite, la valeur du k_{33} de la phase piézoélectrique est obtenue, comme expliqué dans la partie 2.2. Or le k_t vaut 47%, ce qui est très proche de notre k_{33} mesuré sur le barreau (50,2%). La valeur est donc confirmée. Dans la littérature [129, 55], quelques exemples de ce même cas peuvent être rencontrés. Le mode épaisseur (k_t) et le mode barreau (k_{33}) sont en fait de même nature. Seules les dimensions de l'échantillon les différencient. Il a été montré par Kim *et al.* [130] que le k_t et le k_{33} sont les cas extrêmes d'une seule et même fonction k qui varie en fonction d'un paramètre de forme G qui est le rapport de l'épaisseur de l'échantillon sur son rayon (il s'agit d'un disque). Lorsque $G \rightarrow 0$, $k = k_t$ et quand $G \rightarrow \infty$, $k = k_{33}$. Pour les deux exemples donnés dans leur publication (PZT-5 et BaTiO₃), cette fonction est strictement croissante sur G mais cela n'est pas démontré dans le cas général. N'ayant aucune raison assez fortement justifiée pour invalider les mesures de k_{33} , nous conserverons les constantes liées à cette valeur comme

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

TABLE 5.4 – Rappel des relations intercoefficients.

$\beta_{km}^S \epsilon_{ml}^S = \delta_{kl}$	(5.4)	$d_{kp} = \epsilon_{kl}^T g_{lp}$	(5.12)
$\beta_{km}^T \epsilon_{ml}^T = \delta_{kl}$	(5.5)	$e_{kp} = \epsilon_{kl}^S h_{lp}$	(5.13)
$\epsilon_{kl}^T - \epsilon_{kl}^S = d_{kn} e_{ln}$	(5.6)	$g_{kp} = \beta_{kl}^T d_{lp}$	(5.14)
$\beta_{kl}^S - \beta_{kl}^T = g_{kn} h_{ln}$	(5.7)	$h_{kp} = \beta_{kl}^S e_{lp}$	(5.15)
$c_{pn}^E s_{nq}^E = \delta_{pq}$	(5.8)	$d_{kq} = e_{kp} s_{pq}^E$	(5.16)
$c_{pn}^D s_{nq}^D = \delta_{pq}$	(5.9)	$e_{kq} = d_{kp} c_{pq}^E$	(5.17)
$c_{pq}^D - c_{pq}^E = e_{mp} h_{mq}$	(5.10)	$g_{kq} = h_{kp} s_{pq}^D$	(5.18)
$s_{pq}^E - s_{pq}^D = d_{mp} g_{mq}$	(5.11)	$h_{kq} = g_{kp} c_{pq}^D$	(5.19)

constantes mesurées. Parmi les 68 constantes indépendantes des tenseurs d'un matériau piézoélectrique à structure orthorhombique représentées dans le tableau 5.6, 19 sont déjà déterminées par la mesure. Elles sont marquées par une étoile. Ces constantes mesurées sont maintenant fixées et feront partie de la base de données finale du matériau. Il reste cependant à déterminer toutes les autres. Pour ce faire, le seul moyen est de les calculer avec les expressions listées dans la table 5.4.

Constantes déduites Pour déterminer le plus de constantes possibles, les expressions du tableau 1.2 sont développées analytiquement une par une et sont redonnées dans le tableau 5.4 pour une meilleure lisibilité. À partir des constantes mesurées dans le paragraphe précédent, de nombreuses composantes des tenseurs peuvent être déduites grâce à ces relations. La démarche est résumée dans le tableau 5.5.

Pour ces calculs, plusieurs relations peuvent être utilisées et sont mentionnées pour chaque cas. Les résultats, en prenant les différentes expressions possibles, sont comparés et de faibles variations sont à noter. Ces différences sur les résultats sont les conséquences d'une inconsistance due aux mesures. Dans notre cas, elles sont très faibles mais elles pourraient être nettement plus prononcées si les mesures n'étaient pas faites proprement ou que le matériau avait de grandes variations locales de ses propriétés ou dues à l'usinage.

Cependant, il est possible de calculer d'autres constantes en prenant en compte plusieurs relations en même temps pour avoir autant d'équations que d'inconnues à déterminer. Tel est le cas pour le calcul de e_{31} , e_{32} , s_{13}^E et s_{23}^E . En sélectionnant 4 équations provenant des relations (5.16) et (5.6), le système suivant est obtenu avec les inconnues en rouge :

$$\left\{ \begin{array}{lcl} d_{31} & = & e_{33} s_{13}^E + e_{32} s_{12}^E + e_{31} s_{11}^E \\ d_{32} & = & e_{33} s_{23}^E + e_{32} s_{22}^E + e_{31} s_{12}^E \\ d_{33} & = & e_{33} s_{33}^E + e_{32} s_{23}^E + e_{31} s_{13}^E \\ \epsilon_{33}^T - \epsilon_{33}^S & = & d_{33} e_{33} + d_{32} e_{32} + d_{31} e_{31} \end{array} \right. \quad (5.20)$$

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

En exprimant chaque inconnue en fonction de l'inconnue e_{32} , le système a la forme :

$$\begin{cases} e_{31} &= A_1 - \frac{d_{32}e_{32}}{d_{31}} \\ s_{23}^E &= A_4 + A_2e_{32} \\ s_{13}^E &= A_5 + A_3e_{32} \\ 0 &= B_1e_{32}^2 + B_2e_{32} + B_3 \end{cases} \quad (5.21)$$

avec les grandeurs intermédiaires

$$\begin{cases} A_1 = \frac{\epsilon_{33}^T - \epsilon_{33}^S - d_{33}e_{33}}{d_{31}} \\ A_2 = \frac{1}{e_{33}} \left(\frac{d_{32}s_{12}^E}{d_{31}} - s_{22}^E \right) \\ A_3 = \frac{1}{e_{33}} \left(\frac{d_{32}s_{11}^E}{d_{31}} - s_{12}^E \right) \\ A_4 = \frac{d_{32} - s_{12}^E A_1}{e_{33}} \\ A_5 = \frac{d_{32} - s_{11}^E A_1}{e_{33}} \end{cases} \quad \text{et} \quad \begin{cases} B_1 = A_2 - \frac{d_{32}A_3}{d_{31}} \\ B_2 = A_4 + A_1A_3 - A_5 \\ B_3 = e_{33}s_{33}^E + A_1A_5 - d_{33} \end{cases} \quad (5.22)$$

Dans la quatrième équation du système (5.21), il suffit de résoudre une équation du second degré pour avoir la valeur de e_{32} . Avec nos valeurs mesurées, son discriminant a une valeur négative, ce qui implique une valeur de e_{32} complexe alors que les composantes des tenseurs sont définies réelles. Cet exemple d'aberration a déjà été mis en évidence [117] et son origine est attribuée à l'impossibilité pour les valeurs utilisées de co-exister (inconsistance). Pour montrer que cela ne vient pas exclusivement de nos constantes mesurées, la détermination du e_{32} est faite de la même manière mais avec des bases de données complètes déjà publiées. Pour le cas d'une structure orthorhombique, la base de données d'un monocristal à base de plomb [131] amènera également à un discriminant négatif. Pour des structures tétragonales, une base de données de 2004 [132] aura la même conséquence. Enfin, ces mêmes auteurs font attention à la consistance de la base de données finale d'un monocristal tétragonal sans plomb [124] et cette dernière a, en effet, un discriminant positif. Le calcul de e_{32} (qui est égal au e_{31} dans ce cas) qui s'en suit donne exactement la même valeur que celle publiée. La preuve est alors faite que ces aberrations existent et peuvent être évitées en prenant soin de vérifier que les constantes qui sont calculées peuvent co-exister. Le tableau 5.6 récapitule les constantes mesurées et déduites déterminées jusqu'à présent.

5.1. CARACTÉRISATION PIÉZOÉLECTRIQUE STANDARD

TABLE 5.5 – Constantes déduites et ne présentant pas de grandes inhomogénéités.

Constantes déduites	Constantes mesurées	Relations utilisées	Valeurs
$\beta_{11}^S, \beta_{22}^S, \beta_{33}^S$ (en 10^9 mF^{-1})	$\epsilon_{11}^S, \epsilon_{22}^S, \epsilon_{33}^S$	(5.4)	1.30, 0.16, 3.28
$\beta_{11}^T, \beta_{33}^T$ (en 10^9 mF^{-1})	$\epsilon_{11}^T, \epsilon_{33}^T$	(5.5)	1.18, 1.58
d_{15} (en 10^{-12} CN^{-1})	$e_{15}, \epsilon_{11}^T, \epsilon_{11}^S$ e_{15}, c_{55}^E	(5.6) (5.17)	25.33 25.18
h_{33}, h_{15} (en 10^9 Vm^{-1})	$(e_{33}, c_{33}^D, c_{33}^E), (e_{15}, c_{55}^D, c_{55}^E)$ $(e_{33}, \epsilon_{33}^S), (e_{15}, \epsilon_{11}^S)$	(5.10) (5.13)	18.52, 4.04 18.54, 4.04
g_{33} (en VmN^{-1})	$d_{33}, s_{33}^E, s_{33}^D$ d_{33}, ϵ_{33}^T	(5.11) (5.12)	0.0459 0.0459
g_{31}, g_{32} (en VmN^{-1})	$(d_{31}, \epsilon_{33}^T), (d_{32}, \epsilon_{33}^T)$	(5.12)	0.0201, -0.0506
s_{55}^E (en $10^{-12} \text{ m}^2\text{N}^{-1}$)	c_{55}^E	(5.8)	8.10
s_{55}^D (en $10^{-12} \text{ m}^2\text{N}^{-1}$)	c_{55}^D	(5.9)	7.35

5.2. CONSISTANCE DE LA BASE DE DONNÉES

TABLE 5.6 – Constantes élastiques, piézoélectriques et diélectriques d’une structure orthorhombique dont celles fixées par la suite (soulignées) et celles mesurées (étoilées).

c_{11}^D	c_{12}^D	c_{13}^D	×	$\underline{s_{11}^{E*}}$	$\underline{s_{12}^{E*}}$	s_{13}^E	×
×	c_{22}^D	c_{23}^D	×	×	$\underline{s_{22}^{E*}}$	s_{23}^E	×
×	×	$\underline{c_{33}^{D*}}$	×	×	×	$\underline{s_{33}^{E*}}$	×
.	.	.	c_{44}^D	×	.	.	.	s_{44}^E	.	.	.	×	.
.	.	.	.	$\underline{c_{55}^{D*}}$.	.	×	$\underline{s_{55}^E}$.	×	.	.
.	c_{66}^D	s_{66}^E	.	.	.
.	.	.	.	$\underline{h_{15}}$.	$\underline{\beta_{11}^S}$	$\underline{d_{15}}$.	$\underline{\epsilon_{11}^{T*}}$.	.
.	.	.	h_{24}	$\underline{\beta_{22}^S}$.	.	.	d_{24}	.	.	.	ϵ_{22}^T	.
$\underline{h_{31}}$	$\underline{h_{32}}$	$\underline{h_{33}}$	$\underline{\beta_{33}^S}$	$\underline{d_{31}^*}$	$\underline{d_{32}^*}$	$\underline{d_{33}^*}$	$\underline{\epsilon_{33}^{T*}}$
s_{11}^D	s_{12}^D	s_{13}^D	×	c_{11}^E	c_{12}^E	c_{13}^E	×
×	s_{22}^D	s_{23}^D	×	×	c_{22}^E	c_{23}^E	×
×	×	$\underline{s_{33}^{D*}}$	×	×	×	$\underline{c_{33}^{E*}}$	×
.	.	.	s_{44}^D	×	.	.	.	c_{44}^E	.	.	.	×	.
.	.	.	.	$\underline{s_{55}^D}$.	.	×	$\underline{c_{55}^{E*}}$.	×	.	.
.	s_{66}^D	c_{66}^E	.	.	.
.	.	.	.	g_{15}	.	$\underline{\beta_{11}^T}$	$\underline{\epsilon_{15}^*}$.	$\underline{\epsilon_{11}^{S*}}$.	.
.	.	.	g_{24}	β_{22}^T	.	.	.	e_{24}	.	.	.	$\underline{\epsilon_{22}^{S*}}$.
$\underline{g_{31}}$	$\underline{g_{32}}$	$\underline{g_{33}}$	$\underline{\beta_{33}^T}$	e_{31}	e_{32}	$\underline{e_{33}^*}$	$\underline{\epsilon_{33}^{S*}}$

5.2 Consistance de la base de données

Comme il a été montré dans la section précédente, certaines valeurs de la base de données complète d’un matériau piézoélectrique ne peuvent pas co-exister car elles amènent à des aberrations. Une base de données menant à des aberrations est dite inconsistante. Dans notre cas, ce sont les valeurs mesurées qui ont conduit à une valeur de e_{32} impossible. À part modifier les valeurs mesurées, il est alors impossible, *a posteriori*, d’éviter ce type d’inconsistance liée aux mesures. Par contre, toutes les autres valeurs qui attendent d’être déterminées le seront en prenant soin d’éviter toute nouvelle aberration. Pour ce faire, un critère d’évaluation de la consistance d’une base de données complète est mis en place.

5.2.1 Critère de quantification de la consistance

Généralement, pour compléter les valeurs manquantes de la base de données complète, quelques relations parmi les 16 possibles du tableau 5.4 sont utilisées. Par exemple, pour déterminer le tenseur c^E , les relations (5.8), (5.10) et (5.17) peuvent être utilisées mais pratiquement, une est suffisante. Si une relation parmi ces trois est choisie, les paramètres correspondants seront favorisés au détriment des deux autres. Or, pour avoir une base de données parfaitement consistante, toutes les relations inter-coefficient doivent être vérifiées exactement.

La première étape est la définition d'un objet d'évaluation du respect d'une égalité. Dans notre cas, chaque relation de la table 5.4 est une égalité de deux matrices qui seront notées L pour le membre de gauche et R pour le membre de droite. Leurs dimensions sont différentes selon la relation utilisée ($3 \times 3, 3 \times 6$ ou 6×6). Pour illustrer les explications, la relation (5.10) est choisie et les matrices L et R correspondantes sont définies par :

$$L = c^D - c^E \quad \text{et} \quad R = {}^t e h.$$

Ensuite, une comparaison terme-à-terme est faite pour les deux matrices (L et R) en effectuant une division pour s'affranchir des ordres de grandeurs présents dans les égalités. Il y a donc deux possibilités qui sont la division de L par R ou l'inverse. Finalement, une matrice C , ou matrice de comparaison, est construite pour chaque relation du tableau 5.4, numérotée r , et ses composantes vérifient :

$$C^r(i, j) = \begin{cases} \frac{L(i, j)}{R(i, j)} - 1, & \text{si } \frac{L(i, j)}{R(i, j)} > 1 \\ \frac{R(i, j)}{L(i, j)} - 1 & \text{sinon.} \end{cases} \quad (5.23)$$

où $i, j \in [1, N]$ et N dépend de la nature du tenseur. Pour notre exemple, r vaut 5.10 qui est le numéro de l'équation (5.10) et la composante de C à la seconde ligne ($i = 2$) et 3^{ème} colonne ($j = 3$) est écrit :

$$C^{5.10}(2, 3) = \begin{cases} \frac{c^D(2, 3) - c^E(2, 3)}{e(3, 2)h(3, 3)} - 1, & \text{si } \frac{c^D(2, 3) - c^E(2, 3)}{e(3, 2)h(3, 3)} > 1 \\ \frac{e(3, 2)h(3, 3)}{c^D(2, 3) - c^E(2, 3)} - 1 & \text{sinon.} \end{cases} \quad (5.24)$$

De cette manière, chaque composante de toutes les matrices C sont calculées et la valeur est considérée comme nulle si elle est strictement inférieure à 1.10^{-4} qui est la précision numérique choisie. Plus la valeur est proche de 0, plus l'égalité terme-à-terme correspondante est vérifiée. Pour une base de données parfaitement consistante, toutes les matrices C qui sont au nombre de 16, sont égales à la matrice nulle.

Cependant, la valeur des composantes d'une matrice C dépend de la manière dont la relation est écrite. L'exemple s'écrit de 3 manières différentes :

$$c^D - c^E = {}^t e h \quad \text{ou} \quad c^D = {}^t e h + c^E \quad \text{ou} \quad c^E = c^D - {}^t e h.$$

5.2. CONSISTANCE DE LA BASE DE DONNÉES

Des matrices intermédiaires C' , C'' , etc sont donc définies pour chaque relation et la matrice C finale, définie en (5.23), prend les composantes maximales de chacune d'entre elles. Ici, 3 matrices intermédiaires sont faites :

$$C^{5.10}(i, j) = \max_{1 \leq i, j \leq N} \{C^{5.10'}(i, j), C^{5.10''}(i, j), C^{5.10'''}(i, j)\}$$

Enfin, la valeur p qui évalue l'inconsistance d'une base de données est définie par :

$$p = \max_{\substack{1 \leq i, j \leq N \\ 5.4 \leq r \leq 5.19}} \{C^r(i, j)\} \quad (5.25)$$

Lorsque p est nul, la base de données évaluée est consistante pour une précision numérique donnée.

La consistance d'une base de données est très importante pour la simulation numérique. En effet, pratiquement, un seul *modulus* électro-élastique (un tenseur élastique, un tenseur piézoélectrique et un tenseur diélectrique) est nécessaire au calcul de prédictions numériques. Si la consistance de la base de données n'est pas bonne, le résultat de deux simulations utilisant le même matériau mais deux *moduli* différents pourra être différent. Prenons le cas de logiciels d'éléments finis qui utilisent 2 *moduli* différents : (c^E, e, ϵ^S) pour l'un et (s^E, d, ϵ^T) pour l'autre. Si les matrices C , correspondantes aux expressions inter-coefficients reliant ces deux *moduli*, contiennent des composantes très élevées (voire la valeur p), les résultats des simulations des deux logiciels seront très différents alors que le matériau est le même. Une des solutions pour remédier à ce problème est de prendre un *modulus* comme référence, par exemple (c^E, e, ϵ^S) , et de lui appliquer les relations inter-coefficients pour arriver au second *modulus* qui sera utile (s^E, d, ϵ^T) . Dans ce cas là, le nouveau *modulus* (s^E, d, ϵ^T) n'a rien à voir avec celui fourni dans la base de données complète originale (si elle n'est pas consistante).

L'intérêt d'une base de données complète et inconsistante peut donc se poser. Malgré le défaut présenté ci-dessus, elle reste plus riche qu'un simple *modulus*. En effet, les composantes mesurées des tenseurs sont les plus importantes puisqu'il s'agit, si elles sont bien mesurées, de la réalité physique. Cependant, comme le montre le tableau 5.6, elles se trouvent dans des *moduli* différents. En donnant une base de données complète, de l'information réelle est apportée et peut se répercuter sur la détermination des paramètres inconnus des tenseurs si les relations inter-coefficients sont respectées et donc, si la base de données finale est consistante.

La consistance d'une base de données a donc deux effets importants :

- la réduction d'erreurs sur des simulations numériques
- et le poids des mesures dans la détermination des composantes inconnues.

5.2.2 Application aux mesures de KNbO_3

Maintenant qu'un outil de quantification de la consistance d'une base de données a été défini, il est utilisé pour la détermination des inconnues des tenseurs pour le monocristal KNbO_3 afin de compléter les mesures faites du début du chapitre. Pour cela, l'algorithme d'optimisation est détaillé, dans un premier temps, pour aboutir enfin à la base de données finale du matériau.

Algorithme d'optimisation Pour résumer la situation, la base de données complète d'un matériau à structure orthorhombique possède 68 constantes dont 32 sont déjà mesurées ou déduites. Cette partie est donc consacrée à la détermination des 36 inconnues restantes.

Comme pour l'outil de caractérisation multimodale du chapitre 4, un algorithme d'optimisation et une Fonction Objectif (**FO**) doivent être choisis. Voyant le nombre de paramètres à déterminer, le choix de l'Algorithme Génétique (**GA**) est le plus judicieux et confirmé, *a posteriori*, par la comparaison avec la méthode de Nelder-Mead. Comme préconisé [107], le nombre d'individus est fixé à 400 (10 fois le nombre de paramètres) et ils évolueront sur 200'000 générations. Pour restreindre l'espace de recherche, les valeurs de Zgonik *et al.* [85] sont prises comme référence et le **GA** pourra proposer des valeurs jusqu'à 200% de ces dernières. Enfin, l'utilisation de la méthode de Nelder-Mead en partant de la solution proposée par le **GA** permettra d'améliorer le résultat en affinant la solution. La **FO**, quant à elle, suit la définition du critère de quantification (5.25) et donnera le paramètre p à minimiser.

Un détail important dans la détermination des inconnues est la valeur fixée de c_{66}^E . N'étant pas couplée électriquement et indépendante de toutes les autres constantes à l'exception de s_{66}^E , c_{66}^D et s_{66}^D , il est impossible de trouver sa valeur par des mesures électriques. La valeur de Zgonik *et al.* lui sera donc assignée ($95,5 \cdot 10^9 \text{ Nm}^{-2}$). Elle a le statut de valeur mesurée et les autres, de valeurs déduites. Elles seront fixées dans l'algorithme d'optimisation, réduisant le nombre d'inconnues à 32. Cela n'a aucun impact sur la consistance de la base de données car ces 4 valeurs sont reliées uniquement entre elles et les expressions les reliant sont alors exactement vérifiées.

Enfin, comme dans le chapitre précédent, les filtres qui calculent tous les coefficients de couplage possibles (tableau 4.1) et qui vérifient les conditions de stabilité thermodynamique [113] sont utilisés.

Base de données finale Il est connu qu'un matériau n'est pas parfaitement homogène dans sa totalité. En effet, les caractéristiques piézoélectriques (par exemple) locales peuvent varier d'une région du matériau à une autre. Ces régions sont appelées des domaines. Dans un domaine, les propriétés structurales sont parfaitement homogènes. Leur existence a d'ailleurs donné naissance à une nouvelle technique d'optimisation des propriétés des matériaux : l'ingénierie des domaines [2]. Il est alors facile de comprendre que la méthode de caractérisation piézoélectrique standard d'IEEE, en découpant différents échantillons, peut amener à la caractérisation de différents domaines. Cela dépend de la taille des échantillons et des domaines. Bien que de faibles dimensions, nos échantillons ont déjà montré qu'ils n'avaient pas tous les mêmes propriétés et cela avait pour conséquence une valeur aberrante du e_{32} dans la partie 5.1.3. Les domaines introduisent donc une inconsistance dite « de mesure » et qu'il sera impossible de faire disparaître. Pour minimiser au mieux ce type d'inconsistance, de nouvelles techniques de mesures existent [133, 134, 135, 49] et toutes les constantes sont déterminées sur un seul échantillon grâce à un design spécial des électrodes. Malgré cette inconsistance due aux mesures, la base de données finale du tableau 5.7 est obtenue. En suivant la définition du critère de quantification 5.25, cette base de données est consistante pour une valeur de p égale à $31,26 \cdot 10^{-2}$. Cette valeur est obtenue dans la

5.2. CONSISTANCE DE LA BASE DE DONNÉES

matrice $C^{5.18}(3, 2)$. Elle correspond à l'égalité (5.18) du tableau 5.4 écrite de cette manière :

$$h_{32} = M(3, 2) \quad (5.26)$$

où la matrice M est égale à $g \cdot (s^D)^{-1}$ pour simplifier l'écriture de l'égalité (5.26). Effectivement, h_{32} est égal à $-5,340.10^9$ alors que la composante de la 3^{ème} ligne et 2^{ème} colonne de la matrice M , soit $M(3, 2)$, vaut $-4,068.10^9$. La différence relative entre ces deux valeurs est alors de 27,04%. Elle sera appelée Δ_{\max} . La valeur p est directement reliée à Δ_{\max} par l'expression :

$$\Delta_{\max} = \frac{2p}{p + 2} \quad (5.27)$$

TABLE 5.7 – Base de données complète de la coupe (YXt)-45° pour le monocristal KNbO₃ en fonction du choix des variables indépendantes des relations fondamentales de la piézoélectricité. Les étoiles indiquent les valeurs mesurées.

Relation (S,E) : c_{ij}^E (10 ⁹ Pa), e_{ij} (Cm ⁻²), $\epsilon_{ij}^S/\epsilon_0$								
c_{11}^E	c_{12}^E	c_{13}^E	c_{22}^E	c_{23}^E	c_{33}^{E*}	c_{44}^E	c_{55}^{E*}	c_{66}^E
212.98	36.01	67.04	105.49	47.00	191.23	74.30	123.49	95.50
e_{31}	e_{32}	e_{33}^*	e_{24}	e_{15}^*		ϵ_{11}^{S*}	ϵ_{22}^{S*}	ϵ_{33}^{S*}
3.50	-1.65	5.66	5.88	3.11		87.0	699.2	34.5
Relation (S,D) : c_{ij}^D (10 ⁹ Pa), h_{ij} (10 ⁹ Vm ⁻¹), β_{ij}^S (10 ⁹ mF ⁻¹)								
c_{11}^D	c_{12}^D	c_{13}^D	c_{22}^D	c_{23}^D	c_{33}^{D*}	c_{44}^D	c_{55}^{D*}	c_{66}^D
253.07	18.23	131.74	113.38	18.32	296.03	79.90	136.06	95.50
h_{31}	h_{32}	h_{33}	h_{24}	h_{15}		β_{11}^S	β_{22}^S	β_{33}^S
11.57	-5.34	18.53	0.95	4.04		1.30	0.16	3.27
Relation (T,E) : s_{ij}^E (10 ⁻¹² m ² N ⁻¹), d_{ij} (10 ⁻¹² CN ⁻¹), $\epsilon_{ij}^T/\epsilon_0$								
s_{11}^{E*}	s_{12}^{E*}	s_{13}^E	s_{22}^{E*}	s_{23}^E	s_{33}^{E*}	s_{44}^E	s_{55}^E	s_{66}^E
5.32	-1.22	-1.33	10.73	-1.88	5.27	13.46	8.10	10.47
d_{31}^*	d_{32}^*	d_{33}^*	d_{24}	d_{15}		ϵ_{11}^{T*}	ϵ_{22}^T	ϵ_{33}^{T*}
12.69	-31.93	28.95	79.19	25.34		95.9	751.8	71.3
Relation (T,D) : s_{ij}^D (10 ⁻¹² m ² N ⁻¹), g_{ij} (VmN ⁻¹), β_{ij}^T (10 ⁹ mF ⁻¹)								
s_{11}^D	s_{12}^D	s_{13}^D	s_{22}^D	s_{23}^D	s_{33}^{D*}	s_{44}^D	s_{55}^D	s_{66}^D
5.00	-0.58	-1.91	9.12	-0.44	3.94	12.52	7.35	10.47
g_{31}	g_{32}	g_{33}	g_{24}	g_{15}		β_{11}^T	β_{22}^T	β_{33}^T
0.0196	-0.0493	0.0447	0.0119	0.0295		1.18	0.15	1.55
Coefficients de couplage k (%)					Masse volumique (kg/m ³)			
k_t^*	k_{33}^*	k_{31}^*	k_{32}^*	k_{15}^*	ρ^*			
59.5	50.2	21.9	38.8	30.4	4575			

Pour situer cette nouvelle base de données par rapport à ce qui a pu être fait dans la littérature, le critère de quantification est calculé pour une base de données réalisée sans attention particulière vis à vis de la consistance et une autre dont les auteurs ont particulièrement fait attention :

- Li *et al.* [136] propose, en 2010, une base de données complète pour le monocristal PIN-PMN-PT tétragonal. La valeur de p est obtenue pour l'égalité (5.9) du tableau 5.4 et vaut 119,83% pour la valeur de $C^{5.9}(1, 3)$. Plus précisément, ils nous donnent une valeur de c_{13}^D égale à 109.10⁹Pa alors que si la matrice s^D est inversée, le $(s^D)_{13}^{-1}$ vaut 49,58.10⁹Pa. Cela équivaut à un Δ_{\max} de 74,93%.
- Zheng *et al.* [124], en 2013, expliquent l'attention particulière qu'ils ont porté à la consistance de leur base de données d'un monocristal KNN tétragonal. Dans ce cas, Δ_{\max} vaut 8,14% pour la composante $C^{5.11}(1, 3)$. En effet, si $M = s^E - {}^t dg$, $M(1, 3)$ donne -0,3255.10⁻¹² alors qu'ils nous donnent un $s^D(1, 3)$ de -0,3.10⁻¹². Cette base de données est un exemple de consistance.

Néanmoins, les deux exemples pris ont des structures tétraogonales qui ont donc moins de paramètres que notre structure orthorhombique. La consistance est donc plus facilement faisable. Si l'exemple du monocristal PMN-PT orthorhombique est pris [131], la valeur $c_{33}^D - c_{33}^E$ (27,2.10⁹Pa) diffère de 100,03% (Δ_{\max}) de celle de $({}^t eh)_{33}$ (9,063.10⁹Pa) alors qu'elles sont censées être égales par l'expression (5.10). Cette valeur très importante de Δ_{\max} signifie clairement que plus de paramètres sont à déterminer, plus l'inconsistance peut devenir importante.

Pour conclure sur la consistance de la base de données du monocristal KNbO₃ de coupe $(XZl) - 45^\circ$, elle a été faite en portant une extrême attention à ne pas introduire d'inconsistance supplémentaire lors de la détermination des nouvelles constantes. Cela peut s'observer concrètement avec la valeur de critère de quantification p par rapport à d'autres bases de données déjà publiées. Le choix du critère p à minimiser au détriment de la valeur Δ_{\max} qui a plus de signification puisqu'il s'agit d'une variation relative, se justifie par une plus grande sensibilité de ce dernier sur de petites variations des paramètres à déterminer.

5.2.3 Caractéristiques fonctionnelles

Avec la détermination de la base de données complète de ce monocristal, il est possible de calculer les différentes vitesses de propagation des ondes acoustiques dans le solide en fonction des directions de propagation mais aussi les coefficients de couplage électromécaniques selon les coupes du cristal comme déjà fait pour le monocristal PMN-PT [132]. Nos mesures pourront être ainsi comparées avec les courbes théoriques obtenues par Nakamura *et al.* [86], tracées sur la figure 5.6.

Vitesses Calculer les vitesses de propagation dans toutes les directions des plans de coordonnées ($x = 0$, $y = 0$ et $z = 0$) revient à exprimer le tenseur de Christoffel Γ_{il} dans ces nouvelles directions de propagation. Le vecteur de propagation a subi une rotation θ autour de l'axe perpendiculaire au plan de coordonnées choisi. Ses coordonnées dans le repère d'origine sont donc $(\cos \theta, \sin \theta)$. Enfin, avec cette nouvelle direction de propagation, l'équation aux valeurs propres (1.11) peut être résolue. Les trois valeurs propres ainsi trouvées sont les vitesses longitudinale et transversales pour cette direction de propagation.

Pour les calculs, le *modulus* (c^E , e , ϵ^S) est choisi.

Premièrement, il est nécessaire d'ajouter les effets piézoélectriques dans la tenseur de Christoffel qui, à l'origine, ne contenait que les constantes élastiques (relation (1.12)).

Le tenseur $\bar{\Gamma}_{il}$ s'exprime alors par :

$$\bar{\Gamma}_{il} = \Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\epsilon} \quad (5.28)$$

où $\Gamma_{il} = c_{ijkl}^E n_j n_k$, $\gamma_i = e_{kij} n_k n_j$ et $\epsilon = \epsilon_{jkl}^S n_j n_k$ et n sont les vecteurs du repère d'origine. Lorsque les expressions sont développées et que le cas particulier d'un matériau piézoélectrique orthorhombique est appliqué dans un espace à trois dimensions, les tenseurs Γ_{il} , γ_i et ϵ valent :

$$\Gamma_{il} = \begin{bmatrix} c_{11}^E n_1^2 + c_{66}^E n_2^2 + c_{55}^E n_3^2 & (c_{12}^E + c_{66}^E) n_1 n_2 & (c_{13}^E + c_{55}^E) n_1 n_3 \\ \times & c_{66}^E n_1^2 + c_{22}^E n_2^2 + c_{44}^E n_3^2 & (c_{23}^E + c_{44}^E) n_2 n_3 \\ \times & \times & c_{55}^E n_1^2 + c_{44}^E n_2^2 + c_{33}^E n_3^2 \end{bmatrix} \quad (5.29)$$

$$\gamma_i = \begin{bmatrix} (e_{31} + e_{15}) n_1 n_3 & (e_{32} + e_{24}) n_2 n_3 & e_{15} n_1^2 + e_{24} n_2^2 + e_{33} n_3^2 \end{bmatrix} \quad (5.30)$$

$$\epsilon = \begin{bmatrix} \epsilon_{11}^S n_1^2 + \epsilon_{22}^S n_2^2 + \epsilon_{33}^S n_3^2 \end{bmatrix} \quad (5.31)$$

La valeur des vecteurs \vec{n} se calcule en fonction de la direction de propagation choisie. Par exemple, pour une direction de propagation dans le plan orthogonal à l'axe n_3 ($0\vec{n}_1\vec{n}_2$), les vecteurs vérifieront :

$$n_1 = \cos \theta, n_2 = \sin \theta \text{ et } n_3 = 0 \quad (5.32)$$

Le tenseur $\bar{\Gamma}_{il}$ étant maintenant connu, l'équation aux valeurs propres peut être résolue. Les résultats pour le monocristal KNbO_3 sont présentés sur la figure 5.7. Les vitesses longitudinales calculées dans le plan XZ (figure 5.7.b)) passent par une valeur maximale de 8392 m/s pour les angles écartés de 30° autour de la direction Z. De plus, dans le plan XY (figure 5.7.a)), les valeurs de vitesses longitudinales dans la direction X (6868 m/s) et dans la direction Y (4834 m/s) sont très différentes à cause de la grande différence entre les paramètres de maille 'a' et 'b' du cristal. À l'inverse, les faibles variations de la vitesse longitudinale dans le plan XZ confirme la faible différence entre les deux paramètres de maille mesurés dans les directions X et Y. Enfin, dans les 3 plans de coordonnées, une des vitesses transversales (v_{s1}) ne varie pratiquement pas.

Coefficients de couplage Une autre information intéressante est la valeur des coefficients de couplage selon l'orientation de la coupe du monocristal. La confirmation que les valeurs de k_{33} et de k_t sont les plus hautes dans notre coupe choisie pourra ainsi être faite. Les tenseurs élastique, piézoélectrique et diélectrique du même *modulus* que précédemment doivent être recalculés dans un nouveau repère. Il s'agit de la même opération mais appliquée directement sur les tenseurs des propriétés du matériau et non pas sur le tenseur de Christoffel.

Premièrement, la matrice de rotation R doit être définie en fonction de la rotation choisie.

Voici les 3 matrices de rotation de base :

$$R_x = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & \sin \theta \\ 0 & -\sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix}, \quad R_y = \begin{pmatrix} \cos \theta & 0 & \sin \theta \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \theta & 0 & \cos \theta \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad R_z = \begin{pmatrix} \cos \theta & \sin \theta & 0 \\ -\sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Les formules de rotation [14] pour obtenir les nouveaux tenseurs \bar{c}^E , \bar{e} et $\bar{\epsilon}^S$, par exemple, sont les suivantes :

$$\begin{aligned} - \text{ pour les tenseurs élastiques, } \bar{c}_{ijkl}^E &= \sum_{m=1}^3 \sum_{n=1}^3 \sum_{o=1}^3 \sum_{p=1}^3 R_{im} R_{jn} R_{ko} R_{lp} c_{mnop}^E \\ - \text{ pour les tenseurs piézoélectriques, } \bar{e}_{ijk} &= \sum_{m=1}^3 \sum_{n=1}^3 \sum_{o=1}^3 R_{im} R_{jn} R_{ko} e_{mno} \\ - \text{ pour les tenseurs diélectriques, } \bar{\epsilon}_{ij}^S &= \sum_{m=1}^3 \sum_{n=1}^3 R_{im} R_{jn} \epsilon_{mn}^S \end{aligned}$$

Pour chaque rotation de θ , de nouveaux tenseurs sont calculés et les nouveaux coefficients de couplage peuvent être calculés avec les formules déjà connues [17]. Pour profiter du travail précédent, qui a été fait sur la consistance de la base de données, il est préférable d'appliquer la rotation à tous les tenseurs et non pas seulement à un *modulus*, puis recalculer les autres tenseurs *via* les relations intercoefficients (tableau 5.4). Les variations des valeurs des principaux coefficients de couplage dans les 3 plans de coordonnées sont représentés sur la figure 5.8. En traçant les diagrammes polaires des coefficients de couplage, la coupe choisie semble optimale, comme prévue. En effet, dans toutes les directions des 3 plans de coordonnées, nous avons la valeur maximale du k_{33} et du k_t pour un angle $\theta = 0^\circ$.

Discussion Il est alors intéressant de comparer nos résultats par rapport au monocristal KNbO_3 caractérisé par Zgonik *et al.* [85]. Pour cette comparaison, il serait alors possible de se baser sur le travail de Nakamura *et al.* [86] qui ont calculé, de la même manière, les coefficients de couplage dans toutes les directions en se basant sur la base de données fournie par Zgonik. Cependant, leurs courbes peuvent avoir des formes différentes en fonction de la manière dont sont recalculés les tenseurs. En effet :

1. Zgonik *et al.* donnent les tenseurs c^E , c^D , e , d , ϵ^S et ϵ^T . Pour calculer le coefficient de couplage k_{33} , il est alors nécessaire de déterminer le tenseur s^E comme son expression le montre dans le tableau 5.1.
2. Si les courbes des coefficients de couplage sont calculés en prenant les données brutes de Zgonik et en rajoutant le tenseur s^E calculé *via* la relation $s^E = (c^E)^{-1}$, nous obtenons les variations des coefficients de couplage k_t et k_{33} représentées par les courbes rouges sur la figure 5.6.
3. Maintenant, si uniquement les tenseurs c^E , e et ϵ^S de Zgonik sont gardés et que les tenseurs ϵ^T , d , et s^E sont recalculés *via* les relations $s^E = (c^E)^{-1}$, $d = e \times s^E$ et $\epsilon^T = d \times {}^t e + \epsilon^S$, de nouvelles courbes de coefficients de couplage sont obtenues (en

5.2. CONSISTANCE DE LA BASE DE DONNÉES

noires sur la figure 5.6) et sont très proches des courbes présentées par Nakamura *et al.* [86] dans leur article et intégrées dans la figure 5.5.

Pour les variations de k_t , les courbes noires et rouges se superposent car seuls les tenseurs c^E , e et ϵ^S sont utilisés et ils sont strictement égaux dans les deux cas. Pour le k_{33} par contre, une énorme différence qui atteint son maximum pour $\theta = 45^\circ$, apparaît. Cette différence vient des tenseurs s^E , d et ϵ^T utilisés. Pour la courbe rouge, il s'agit des tenseurs fournis par Zgonik *et al.* alors que pour la courbe noire, ces tenseurs ont été recalculés et diffèrent donc de ce qui a été donné par Zgonik. Nous avons ici un exemple typique de base de données inconsistante. De plus, ce maximum de différence à $\theta = 45^\circ$ est justement l'angle de coupe qui a été choisi pour les conclusions tirées par Nakamura *et al.*

En se basant donc directement sur les données brutes de Zgonik *et al.*, pour une coupe $(XZl) - 45^\circ$, des valeurs de k_t de 66,7% et de k_{33} de 45,4% étaient attendues. Nos valeurs mesurées qui valent $k_{33} = 50,2\%$ et $k_t = 59,5\%$ diffèrent mais la comparaison du k_t et du k_{33} attendus est similaire à nos mesures : $k_{33} < k_t$.

5.2. CONSISTANCE DE LA BASE DE DONNÉES

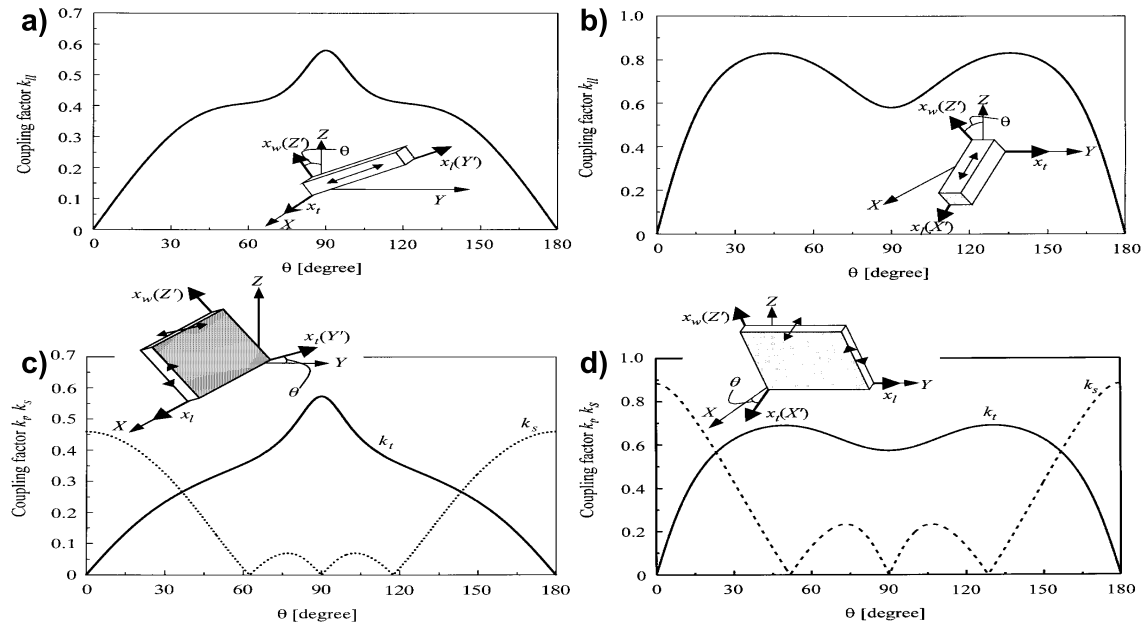


FIGURE 5.5 – Courbes des variations du coefficient de couplage k_{33} dans le plan a)YZ et b)XZ et du coefficient de couplage k_t dans le plan c)YZ et d)XZ obtenues par Nakamura *et al.* [86].

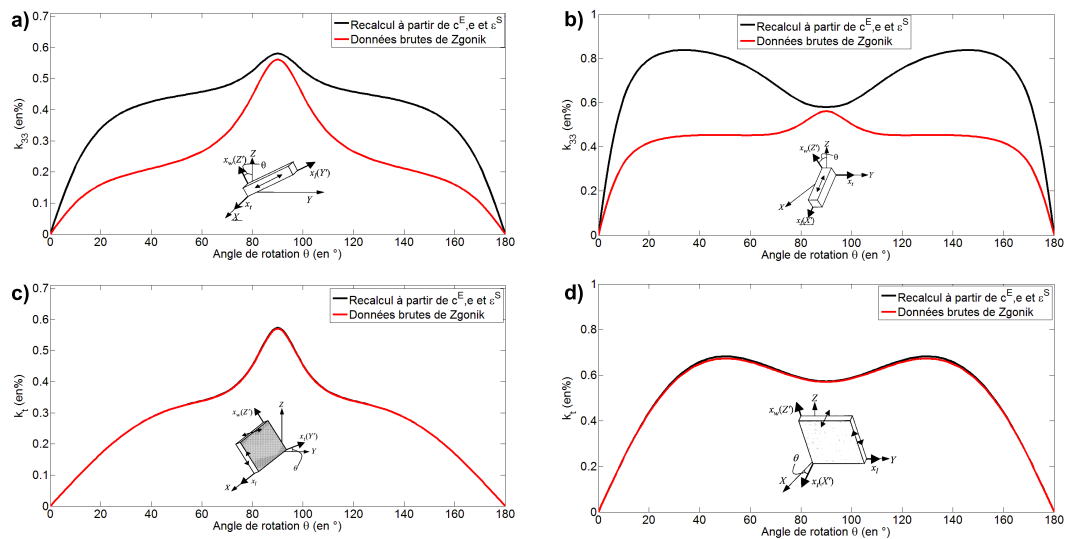


FIGURE 5.6 – Courbes des variations du coefficient de couplage k_{33} dans le plan a)YZ et b)XZ et du coefficient de couplage k_t dans le plan c)YZ et d)XZ. Les courbes en noires sont proches de celles de Nakamura *et al.* [86] et les courbes rouges sont tracées avec les données de Zgonik *et al.* [85].

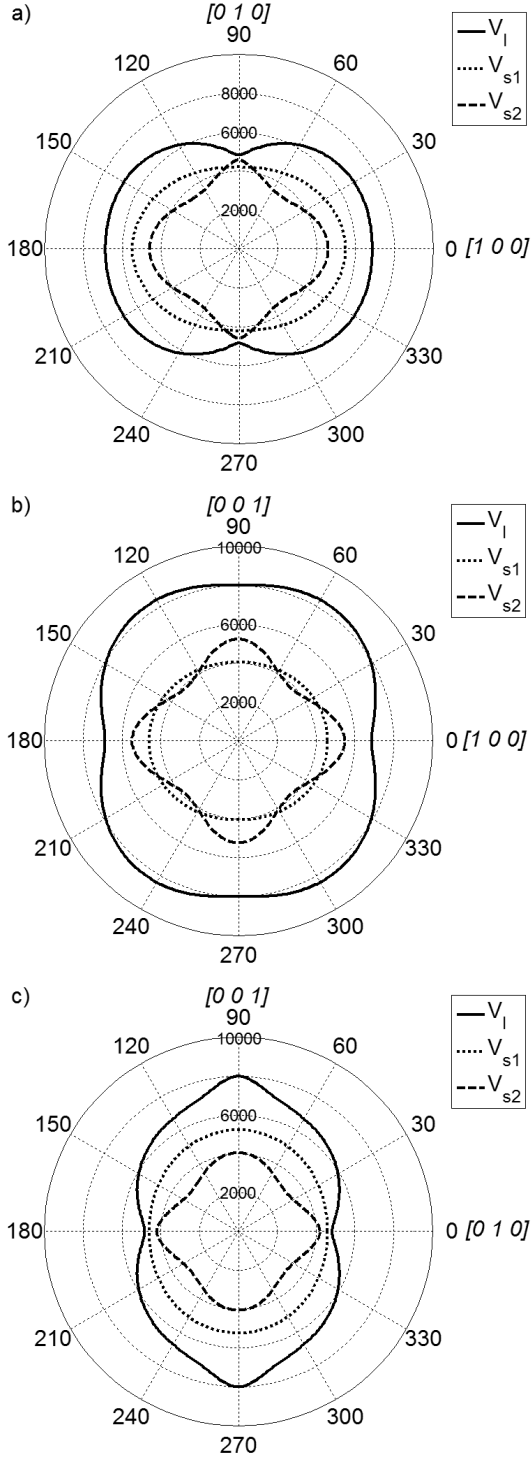


FIGURE 5.7 – Représentation polaire des vitesses longitudinale v_l et transversales v_{s1} et v_{s2} en m/s dans les plans a)XY, b)XZ et c)YZ. L'angle 0° est l'orientation (XZl)-0°.

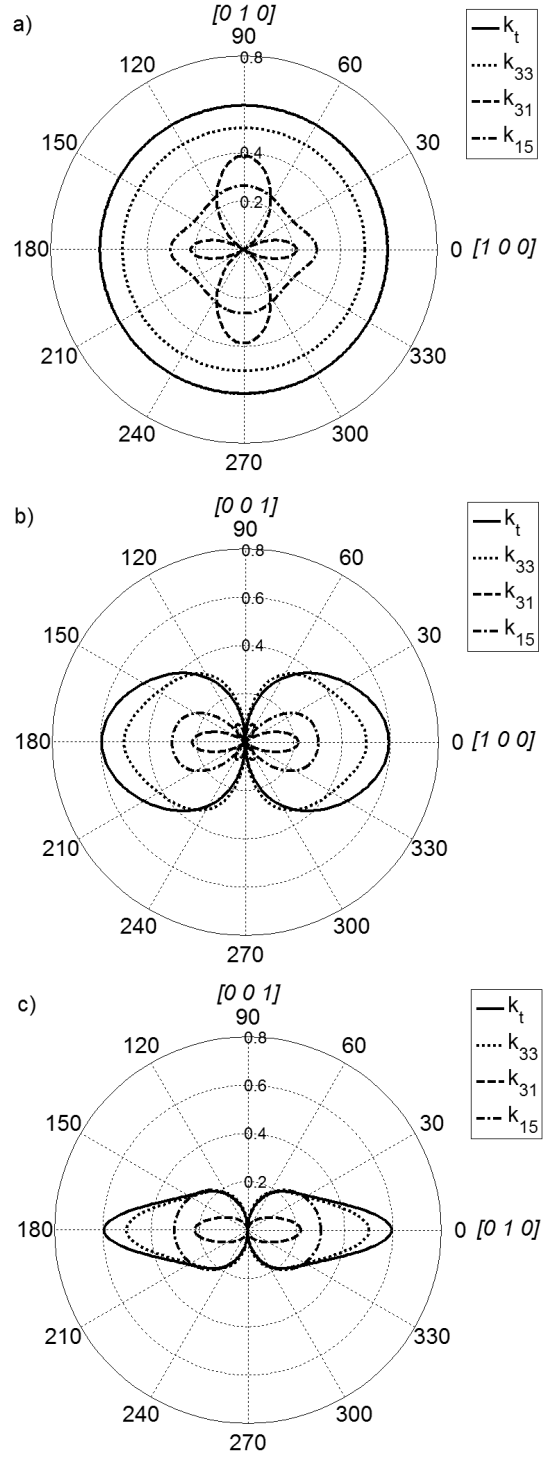


FIGURE 5.8 – Représentation polaire des coefficients de couplage dans les plans a)XY, b)XZ et c)YZ. L'angle 0° est l'orientation (XZl)-0°.

5.3 Étude fréquentielle des caractéristiques en épaisseur

Dans cette partie, le comportement fréquentiel du monocristal KNbO_3 est étudié. Il s'agit d'une étude indépendante des parties 5.1 et 5.2. En effet, seul le mode épaisseur est caractérisé ici sur plusieurs fréquences grâce à sa résonance fondamentale et ses harmoniques. De cette manière, la dépendance fréquentielle des caractéristiques en épaisseur au-delà de 150MHz est déduite.

5.3.1 Procédé de caractérisation

Contrairement à la caractérisation précédente du mode épaisseur qui reste simple, le modèle KLM [18] est utilisé ici pour caractériser ces propriétés en épaisseur sur les 7 échantillons présentés sur la figure 5.3 et numérotés de 6 à 12. Il permet de caractériser beaucoup plus de propriétés grâce notamment à l'ajout des pertes mécaniques et diélectriques [137] au circuit électrique équivalent. Il calcule l'impédance électrique complexe en fonction de la fréquence. Dans ce modèle, les propriétés qui sont caractérisées sont la masse volumique ρ , l'épaisseur de la plaque t , la vitesse longitudinale v_l , la constante diélectrique ϵ_{33}^S , le coefficient de couplage k_t et les pertes mécaniques δ_m et diélectriques δ_e . Les mesures d'impédance sont faites avec le même appareil que précédemment.

Cette procédure de caractérisation est appliquée à la résonance fondamentale des plaques mais également à toutes ses harmoniques pour couvrir une large bande de fréquence de 10 à 160MHz. L'épaisseur des échantillons est plus précisément de $395 \pm 2 \mu\text{m}$ et les électrodes d'or déposées en « sputtering » sur les deux faces font 400 nm d'épaisseur. L'aire de chaque échantillon est donnée dans le tableau 5.8. La masse volumique reste la même que précédemment : $4575 \pm 40 \text{ kg/m}^3$. L'intérêt de découper plusieurs échantillons d'aires de plus en plus petites est l'étude de l'homogénéité des propriétés du matériau qui est faite dans un second temps.

TABLE 5.8 – Aires des 7 échantillons permettant l'étude fréquentielle des propriétés en épaisseur du monocristal KNbO_3 .

Numéro de l'échantillon	6	7	8	9	10	11	12
Aire (en mm^2)	100,6	24,5	25,4	6,3	6,0	6,1	6,4

5.3.2 Résultats

Tout d'abord, il est important de confirmer les valeurs du mode épaisseur trouvées précédemment pour la base de données complète du monocristal grâce à la plaque n°1 qui a les mêmes dimensions que les plaques n°9, 10, 11 et 12 utilisées ici. La fréquence d'antirésonance avait été mesurée à 10,055 MHz, ce qui avait permis de déduire c_{33}^D à 296,03 GPa. Lorsque l'impédance électrique de la plaque n°11 est mesurée puis modélisée avec le schéma KLM sur son mode épaisseur, une fréquence d'antirésonance de 10,1 MHz et un c_{33}^D de 288 GPa sont obtenus. La différence relative de 2,75% sur les valeurs de c_{33}^D est le cumul des faibles différences observées sur la masse volumique et la fréquence d'antirésonance. La

5.3. ÉTUDE FRÉQUENTIELLE DES CARACTÉRISTIQUES EN ÉPAISSEUR

figure 5.10 présente les paramètres du mode épaisseur les plus importants. Les mesures des différents échantillons pour chaque fréquence sont regroupées dans une boîte de Tukey. Cela signifie que pour la figure 5.10.a), par exemple, la première boîte de Tukey à la fréquence 9,7MHz contient les 7 mesures de k_t faites à la résonance fondamentale des 7 échantillons. La boîte de Tukey possède un point rouge qui est la moyenne, d'un trait rouge qui est la médiane et d'un rectangle qui contient les deux premiers quartiles, sans oublier les valeurs extrêmes représentées par les traits externes au rectangle. La fréquence à laquelle la boîte de Tukey apparaît est la fréquence moyenne de toutes les mesures qui sont égales entre elles à 5% près.

La figure 5.9 montre l'exemple de l'approximation de l'impédance expérimentale avec le modèle KLM pour la résonance fondamentale, la 3^{ème} harmonique et la 15^{ème} harmonique pour l'échantillon 9. Comme pour tous les échantillons, à la résonance fondamentale (autour

de 10MHz), des imprécisions sont faites à cause de perturbations (Fig. 5.9.a)). Cela provoque une surestimation des pertes mécaniques mais aussi des erreurs sur l'évaluation des fréquences de résonances et d'anti-résonance donc, du k_t . Les propriétés déterminées sur l'harmonique 3 sont précises comme le montre la figure 5.9.b). Finalement, les propriétés ont pu être évaluées jusqu'à 160 MHz comme le montre la figure 5.9.c).

Maintenant, pour évaluer l'homogénéité de l'échantillon n°6 qui est le plus grand, nous avons tracé (figure 5.10.a)), la variation du k_t pour les 7 échantillons (n°6 à 12). Si les dimensions des boîtes de Tukey de cette figure sont comparées à celles des boîtes de Tukey de la figure 5.10.b) qui ne prend en compte que les 4 plus petits échantillons (n°9, 10, 11 et 12), les rectangles contenant les deux premiers quartiles sont nettement plus grands et les deux valeurs extrêmes sont également plus éloignées. Cela signifie qu'avec ces 7 échantillons, nous avons de plus grandes variations de k_t que sur une région localisée par les 4 échantillons les plus petits. Le matériau possède donc des varia-

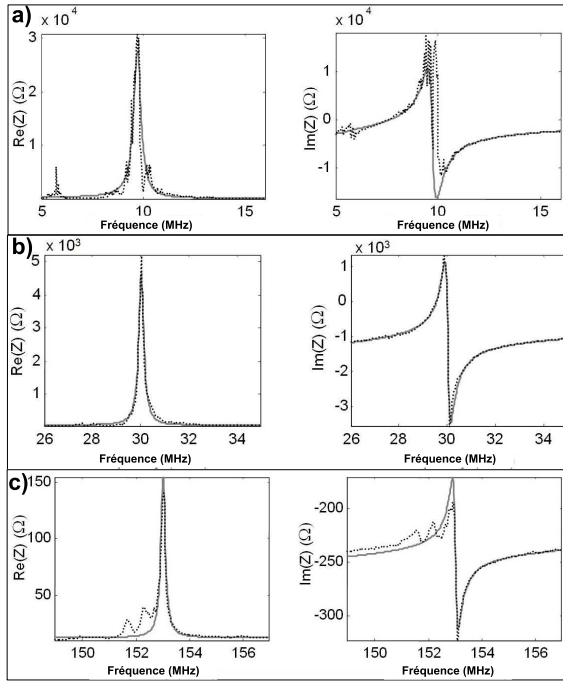


FIGURE 5.9 – Les impédances électriques complexes expérimentales (trait pointillé) et théoriques (trait plein) pour a) la résonance fondamentale, b) la 3^{ème} harmonique et c) la 15^{ème} harmonique.

tions de propriétés locales. Les variations de ϵ_{33} et ϵ_{33}^S sont également données mais en ne prenant en compte que les 4 plus petits échantillons.

Le k_t évalué à 10 MHz vaut 65% et il est beaucoup plus proche de la valeur attendue par la base de données de Zgonik. Cependant sa valeur décroît en fréquence pour descendre jusqu'à 45% à 155 MHz. Contrairement à un monocristal PZN-PT déjà étudié [138], ce monocristal ne semble pas stable en fréquence.

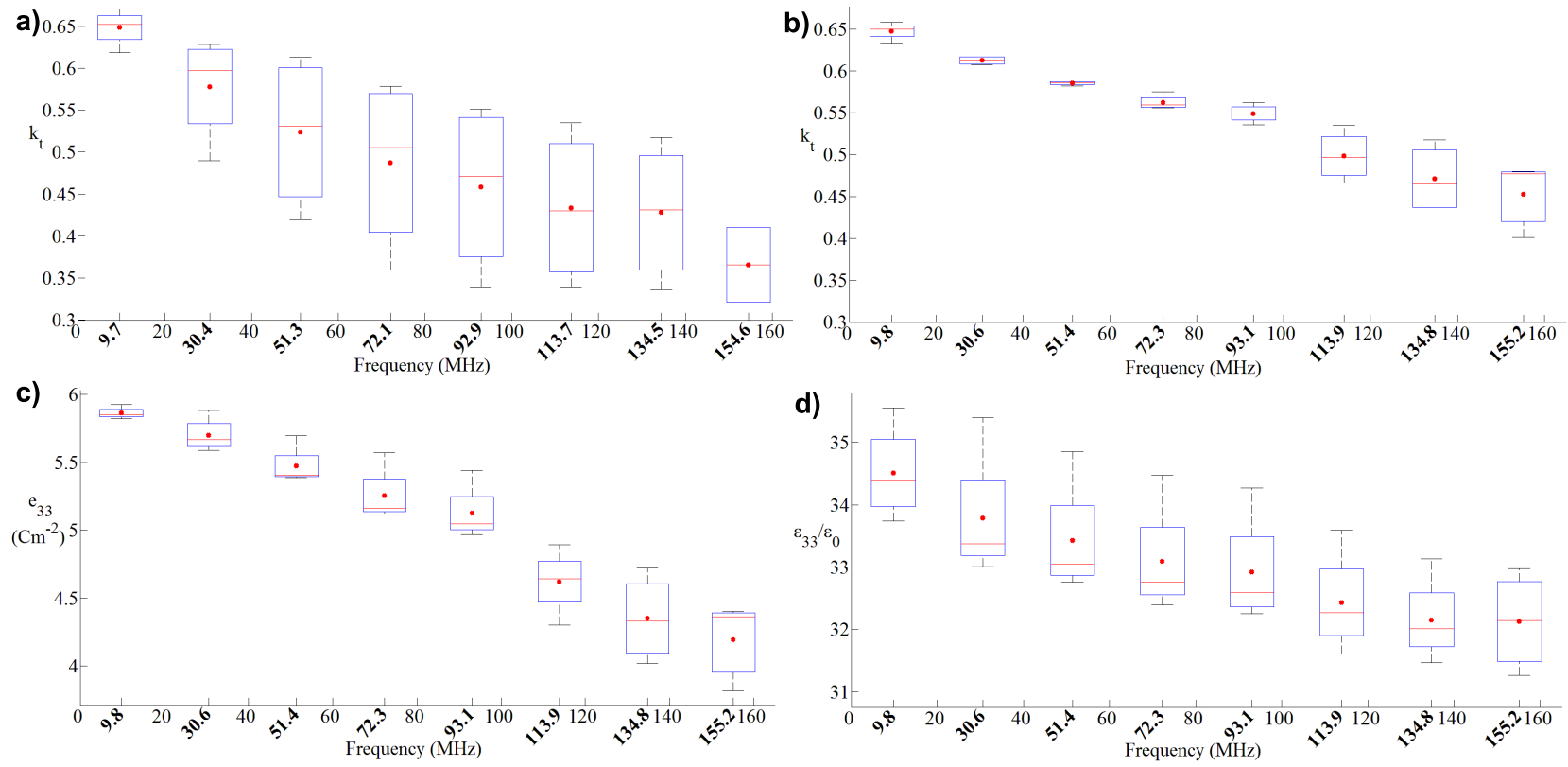


FIGURE 5.10 – Boîtes de Tukey représentant les variations fréquentielles a) du k_t pour les 7 échantillons, b) du k_t pour les 4 plus petits échantillons, c) du ϵ_{33} pour les 4 plus petits échantillons et d) du ϵ_{33}^S pour les 4 plus petits échantillons également.

Conclusion Dans ce chapitre, un outil général de consistance d'une base de données d'un matériau a été mis en place. Il ne résout cependant pas les incohérences dues aux mesures. C'est pour cela qu'il s'agit d'un outil complémentaire aux nouvelles techniques de mesures [49, 133, 134, 135] qui elles, minimisent les inconsistances expérimentales.

Appliqué au monocristal KNbO_3 , cela nous a permis de fournir tous ses tenseurs élastiques, piézoélectriques et diélectriques qui seront nécessaires pour les simulations réalisées avec ce matériau. La valeur du coefficient de couplage k_t mesurée ($\sim 60\%$) est la preuve des performances de ce matériau piézoélectrique sans plomb pour cette coupe. Cela avait été également vérifié par deux autres équipes [87, 122]. Néanmoins, la valeur de k_{33} à 83% , attendue par Nakamura *et al.* [86] n'est pas atteinte par notre matériau ($\sim 50\%$) mais n'a encore jamais été vérifiée expérimentalement. L'utilisation de ce matériau pour son k_t reste son point fort car il dépasse toutes les valeurs mesurées jusqu'à présent (PZT inclus). L'étude en fréquence de ses propriétés en épaisseur permet de mettre en évidence une stabilité de ces dernières relativement plus faibles que pour les céramiques PZT [138]. Il peut donc être moins performant qu'attendu pour les très hautes fréquences ($>100\text{MHz}$).

5.3. ÉTUDE FRÉQUENTIELLE DES CARACTÉRISTIQUES EN ÉPAISSEUR

Troisième partie

Composite 1-3 et structure pseudo-périodique

Chapitre 6

Modélisation du composite

Introduction Pour l'étape de modélisation, les éléments finis [139] sont l'outil central. C'est une des méthodes de résolution d'équations aux dérivées partielles comme le sont, pour les plus courantes, les méthodes par différences finies [140] ou volumes finis [141]. En effet, pour connaître le comportement du matériau, l'équation de la dynamique doit être résolue en 3 dimensions dans notre cas et seules les méthodes de résolution numérique qui

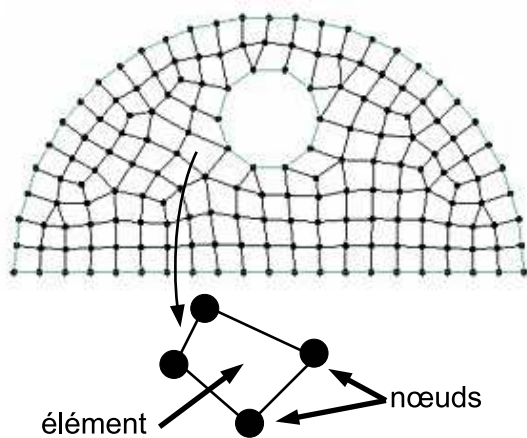


FIGURE 6.1 – Discrétisation du domaine d'étude.

approximent les dérivées peuvent nous donner une solution approchée.

Pour la méthode des éléments finis, le domaine étudié est découpé en sous-domaines appelés des éléments et sont interconnectés par des points appelés nœuds (Fig. 6.1). Si un point situé à l'intérieur de l'élément est pris, sa valeur recherchée, par exemple son déplacement, est alors reliée aux valeurs nodales par des fonctions d'interpolation qui sont choisies par l'utilisateur. En résolvant l'équation aux dérivées partielles de cette manière sur tous les éléments, nous avons le comportement de la géométrie dans sa globalité en ajoutant de bonnes conditions limites qui sont indispensables à la détermination de solutions. Ce calcul par éléments

finis est fait avec le logiciel ATILA [101] développé par le département SAMBA/ISEN de l'IEMN à Lille. Il peut simuler le comportement élastique, piézoélectrique et magnétostrictif des structures. Les équations résolues dans le code ATILA sont :

- le principe fondamental de la dynamique pour le domaine élastique,
- l'équation de Poisson pour la partie piézoélectrique ou électrostrictive du calcul,
- les équations de Maxwell pour les cas magnétostatiques,
- et l'équation d'Helmholtz pour les fluides.

Dans le cadre de cette thèse, les matériaux utilisés sont uniquement élastiques, piézoélectriques et fluides. Les inconnues sont donc le vecteur des valeurs nodales du champ de

déplacement \mathbf{U} , du potentiel électrique Φ et du champ de pression \mathbf{P} pour les sources de forces généralisées \mathbf{F} , de charges électriques \mathbf{q} et du gradient de pression normal aux surfaces Ψ . En définitive, l'équation matricielle en régime harmonique, pour le cas considéré, s'écrit :

$$\begin{bmatrix} [K_{uu}] - \omega^2[M] & [K_{u\Phi}] & -[L] \\ [K_{u\Phi}] & [K_{\Phi\Phi}] & [0] \\ -\rho^2 c^2 \omega^2 [L]^T & [0] & [H] - \omega^2 [M_1] \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{U} \\ \Phi \\ \mathbf{P} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{F} \\ -\mathbf{q} \\ \rho^2 c^2 \Psi \end{bmatrix} \quad (6.1)$$

avec ρ la masse volumique du fluide, c la vitesse dans le fluide et ω la pulsation. Pour le solide, les matrices $[K_{uu}]$, $[K_{u\Phi}]$, $[K_{\Phi\Phi}]$, $[M]$ sont respectivement les matrices de rigidité, de couplage piézoélectrique, diélectrique, de masse et pour le fluide, les matrices $[L]$, $[H]$ et $[M_1]$ sont les matrices de couplage à l'interface solide/fluide, de sa (pseudo-)rigidité et de sa (pseudo-)masse. Si le domaine ne comporte pas de fluide, le système devient :

$$\begin{bmatrix} [K_{uu}] - \omega^2[M] & [K_{u\Phi}] \\ [K_{u\Phi}] & [K_{\Phi\Phi}] \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{U} \\ \Phi \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{F} \\ -\mathbf{q} \end{bmatrix} \quad (6.2)$$

Après cette brève introduction sur les éléments finis, la préparation du calcul pour le cas d'une structure de composite piézoélectrique de connectivité 1-3 est détaillée dans un premier temps. Puis, le comportement des structures habituellement fabriquées est retrouvé pour enfin proposer une nouvelle géométrie qui limite la propagation des modes latéraux.

6.1 Préparation du calcul en FEM

Pour l'étude des structures piézoélectriques, plusieurs grandeurs caractéristiques peuvent être examinées (section 1.1.4). Dans le cadre de la transduction ultrasonore, la bande passante (BP) et la sensibilité sont les caractéristiques les plus importantes. Le coefficient de couplage électromécanique est aussi un bon indicateur de performance. Ils sont obtenus à partir de la réponse électro-acoustique (REA) et de l'impédance électrique du matériau. Deux calculs distincts seront préférés pour un gain de temps sur le calcul de l'impédance électrique qui, dans l'air, est très rapide. Ils sont tous les deux effectués en calcul harmonique. Pour des explications plus claires, les différentes faces (figure 6.2b) de la cellule de base du composite portent un nom.

6.1.1 Impédance électrique

Généralement, l'impédance électrique d'un composite est mesurée dans l'air. Le calcul se fera donc dans ces mêmes conditions dans un souci de futures comparaisons. La première étape consiste à simplifier autant que possible la structure à mailler ainsi que les conditions aux frontières. Tout d'abord, les dimensions latérales du composite 1-3 étant grandes devant son épaisseur h , cette structure est considérée infinie dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) qui sont les vecteurs du repère orthogonal défini figure 6.2. De plus, la différence d'impédance acoustique entre l'air et le composite nous permet de simplifier le problème en négligeant l'air présent sur

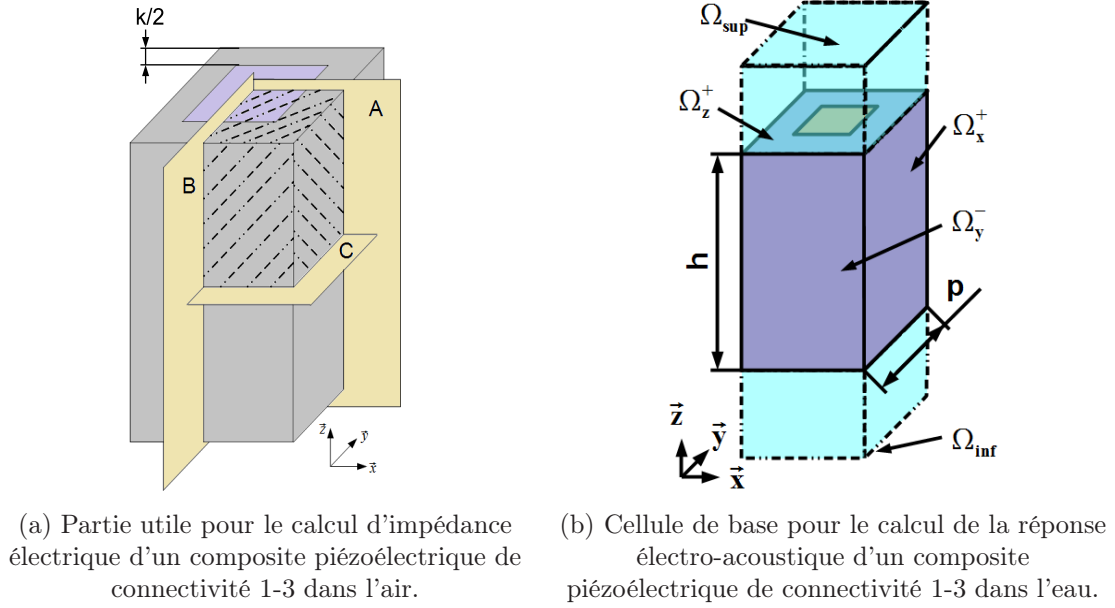


FIGURE 6.2 – Les structures maillées avec le rappel des 3 grandeurs caractéristiques d'un composite 1-3 : la hauteur h , le pas p et le kerf k .

les faces Ω_z^+ et Ω_z^- . En effet, il n'y a quasiment aucun échange d'énergie entre les deux milieux qui est inférieur à 0,1% en utilisant l'expression (1.20) de transmission d'énergie. Le système d'équations résolu est alors le système (6.2). Il est donc possible de mailler uniquement le huitième de la cellule de base du composite (partie hachurée de la figure 6.2a) avec les plans de symétrie appropriés A , B et C . La traduction d'un plan de symétrie sur les déplacements de ses points est le blocage de leur composante normale à ce dit plan [142]. En résumé, les déplacements \vec{u} des points M doivent vérifier :

- $\forall M \in A, \vec{u} \cdot \vec{y} = 0$
- $\forall M \in B, \vec{u} \cdot \vec{x} = 0$
- $\forall M \in C, \vec{u} \cdot \vec{z} = 0$

où les vecteurs \vec{x} , \vec{y} et \vec{z} sont les vecteurs de base du repère représenté sur les figures 6.2. Évidemment, tous les points appartenant aux plans Ω_x^+ et Ω_y^- respectent ces mêmes conditions de symétrie. Enfin, d'un point de vue électrique, le plan Ω_z^+ a un potentiel électrique positif et le plan C est à la masse. Le maillage est fait sur le volume avec des éléments hexaèdres à interpolation quadratique, c'est à dire que chaque arête comporte 3 nœuds et sont interpolés par une parabole. De ce fait, en mécanique des vibrations, quatre éléments par longueur d'onde suffisent à une bonne approximation de l'onde sinusoïdale qui se propage. Lorsque le calcul est fini, pour avoir l'impédance électrique, il suffit de récupérer l'information du potentiel sur la surface Ω_z^+ .

6.1.2 Réponse électro-acoustique

La sensibilité et la bande-passante sont obtenues expérimentalement en plongeant le composite dans l'eau et en regardant son comportement en émission et en réception. Cela lui

permet de rayonner suffisamment pour que la pression soit détectable par les instruments de mesure. Pour le calcul de la réponse électro-acoustique, l'eau sera donc ajoutée dans le milieu environnant du composite. Le système à résoudre devient donc le système (6.1). L'adaptation d'impédance acoustique étant meilleure qu'avec de l'air, l'énergie transmise du milieu fluide au milieu solide (et *vice versa*) ne peut plus être négligée. Ainsi, pour connaître exactement le champ de pression dans l'eau, il est nécessaire de tenir compte de la contribution des cellules voisines qui rayonnent elles aussi. Pour cela, une condition de périodicité est insérée dans le calcul : les fonctions d'espace (pression, déplacement et potentiel électrique) devront être périodiques. Pour modéliser cette périodicité, les éléments fondamentaux ont été développés essentiellement par Brillouin *et al.* [143]. C'est en ajoutant la relation de Bloch-Floquet que le calcul par éléments finis peut satisfaire ces conditions de périodicité [144, 40]. Le composite étant toujours considéré comme infini dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) , et ne travaillant qu'en incidence normale, chaque fonction doit satisfaire la relation :

$$F(x + p, y + p, z) = F(x, y, z) \quad (6.3)$$

où p est le pas de la structure. Pour terminer la définition des conditions aux limites, la face Ω_z^+ (resp. Ω_z^-) est isopotentielle à un potentiel positif (resp. à la masse). Les conditions de raccordement en onde plane [144] qui permettent de prendre en compte l'eau en deçà de Ω_{Inf} et au-delà de Ω_{Sup} sans la mailler, sont également ajoutées sur Ω_{Inf} et Ω_{Sup} pour modéliser un milieu infini dans lequel rayonne cette source acoustique. La figure 6.2b représente la structure complète maillée pour le calcul de la REA. Les éléments hexaèdres à interpolation quadratique sont utilisés et la présence d'eau avec des vitesses de propagation très faibles nous contraint à des tailles d'éléments très petites par rapport à celles utilisées dans le calcul de l'impédance. Le temps de calcul s'en trouve augmenté considérablement. De plus, la quantité d'eau doit être assez importante pour que les plans limites de l'eau (Ω_{Sup} et Ω_{Inf}) ne soient pas dans le champ proche du composite. Une distance minimale a été retrouvée pour ne plus avoir l'effet des ondes évanescences de l'interface sur le champ de pression. La REA est la multiplication de la fonction de transfert du système en émission avec celle en réception. En simulation, trois calculs doivent être faits et sont représentés sur la figure 6.3 :

- Un premier, effectué en émission, où un potentiel électrique sinusoïdale \mathbf{V}_G est appliqué en Ω_z^+ et la pression émise \mathbf{P}_1 est récupérée sur l'un des deux plans limites de l'eau. En anglais, le rapport de cette pression sur le potentiel électrique est appelé « Transmitting Voltage Response » (TVR). Le point \mathbf{P}_1 ne doit pas être pris dans le champ proche du composite pour ne pas subir l'influence des ondes évanescences à l'interface solide/fluide.
- Un deuxième, en réception, où une onde plane incidente est envoyée sur Ω_z^- à une pression correspondante \mathbf{P}_{inc} et le potentiel électrique \mathbf{V}_{OUT} en Ω_z^+ est enregistré. Le ratio $V_{\text{OUT}}/P_{\text{inc}}$ est appelé « Free-Field Voltage Sensitivity » (FFVS)
- Un troisième, avec seulement de l'eau, est réalisé pour connaître précisément l'onde incidente P_{inc} .

Enfin, l'expression finale de la REA calculée est :

$$\text{REA} = \text{TVR} \cdot \text{FFVS} = \frac{P_1 \cdot V_{\text{OUT}}}{V_G \cdot P_{\text{inc}}} \quad (6.4)$$

6.2. ÉTUDE DE LA STRUCTURE RÉGULIÈRE

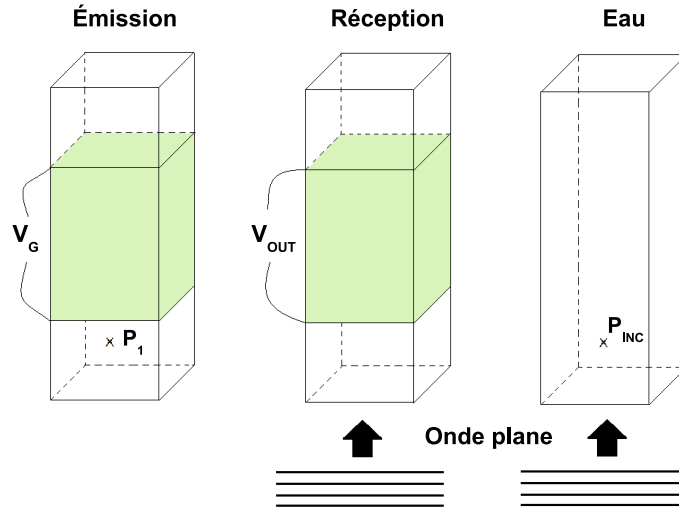


FIGURE 6.3 – Les 3 calculs en éléments finis pour le calcul de la REA avec la mesure en émission (TVR), en réception (FFVS) et dans l'eau.

TABLE 6.1 – Constantes matériau du fantôme

C_{11}^E (GPa)	C_{12}^E (GPa)	C_{13}^E (GPa)	C_{33}^E (GPa)	C_{44}^E (GPa)	C_{66}^E (GPa)	e_{31} (C/m ²)	e_{33} (C/m ²)
147	105	93,7	113	23,0	21,2	-3,09	16
e_{24} (C/m ²)	ϵ_{11}^S (nF/m)	ϵ_{33}^S (nF/m)	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	ϵ_{11} (nF/m)	ρ_{piezo} (kg/m ³)	ρ_{resine} (kg/m ³)
11,64	18,77	17,53	7,84	3,9	0,026	7780	1100

6.2 Étude de la structure régulière

Comme détaillé dans le chapitre 2, il est possible de prévoir la fréquence des modes latéraux dans les structures de type composite 1-3. L'objectif de cette partie n'est pas de discuter les modèles mais simplement d'identifier ces modes latéraux dans notre cas précis grâce au calcul par éléments finis et de quantifier leurs dommages sur les propriétés fonctionnelles du composite. Le « Pillar Aspect Ratio » d'Hayward *et Al.* [41], ou plus généralement le ratio h/p , sera notre indicateur dans toute cette partie. Cette étude servira de base pour les réflexions suivantes sur la suppression des modes latéraux. Pour tous les calculs, les mêmes matériaux seront utilisés. Il s'agit de la céramique PZ27 et de la résine E501 dont les caractéristiques sont données dans le tableau 6.1. Pour la résine, le module d'Young et le coefficient de Poisson sont respectivement égaux à 5,25 GPa et à 0,3322. Ils ont été choisis pour faciliter les comparaisons avec des composites fabriqués dans un second temps.

6.2.1 Dépendance à la fraction volumique

Les deux modes latéraux sont dépendants de la valeur du pas de la structure ainsi que de sa fraction volumique (section 2.2.3). La figure 6.4 représente les deux composites à pas constant ($1275 \mu\text{m}$) et à fraction volumique différente (0,48 et 0,65) qui sont étudiés

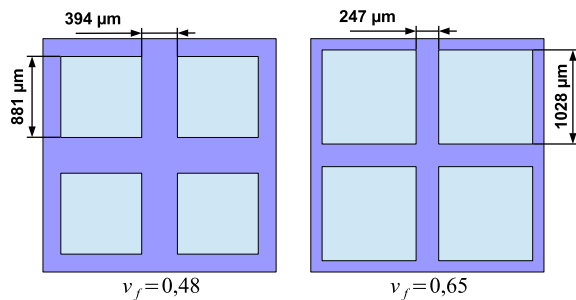


FIGURE 6.4 – Deux composites à pas de structure constant ($1275 \mu\text{m}$) mais avec des fractions volumiques distinctes.

dans ce chapitre et qui seront fabriqués pour la validation expérimentale (chapitre 7). Les calculs de la structure sont faits en calcul harmonique et dans l'air pour les deux types de composites. À partir de ce calcul, les fréquences du mode épaisseur et des deux premiers modes latéraux sont repérées grâce à leur champ de déplacement qui est maximal à la fréquence d'antirésonance f_a . Les champs de déplacement caractérisant ces 3 modes sont représentés sur la figure 6.5. Ils ont bien les formes attendues par les analyses du chapitre 2.2.

L'épaisseur des deux composites est alors diminuée régulièrement en partant d'une épaisseur de $1275 \mu\text{m}$ pour avoir un rapport h/p égal à 3 et finir avec une épaisseur de $63,75 \mu\text{m}$ ($h/p = 0,05$). Pour chaque épaisseur, les fréquences des 3 premiers modes sont relevées. Après le calcul de 24 épaisseurs différentes, la courbe de la figure 6.6 est obtenue. Prenons en compte pour l'instant la partie de la courbe où $h/p > 1$. Les modes latéraux des deux composites n'ont pas les mêmes fréquences de résonance même si ces derniers ont le même pas de structure. Pour le 2^{ème} mode latéral par exemple, celui du composite à $v_f = 0,48$ aura une fréquence de résonance à 1,74 MHz alors que celui du composite à $v_f = 0,65$ sera à 1,9 MHz. Cette différence est directement liée à la différence du *kerf* entre ces deux composites. La même observation peut être faite avec le premier mode latéral. Pour les fréquences d'antirésonance des deux modes épaisseurs, évidemment, elles sont confondues et proportionnelles à l'épaisseur comme le prévoit la relation du résonateur mécanique (1.14). Il y aura néanmoins une différence minimale entre les deux fréquences des modes épaisseurs car, les composites n'ayant pas la même fraction volumique, la vitesse de l'onde longitudinale se propageant dans le sens de l'épaisseur n'aura pas la même vitesse. En diminuant l'épaisseur h , le mode épaisseur se rapproche du 1^{er} mode latéral qui, lui, est totalement indépendant de cette dimension et donc, reste à la même fréquence durant la diminution.

Cela n'est plus vrai lorsque le mode épaisseur se rapproche trop du 1^{er} mode latéral. En effet, au rapport $h/p = 1,5$, le 1^{er} mode latéral est toujours à la fréquence 1,27 MHz qu'il avait depuis le début (à $h/p = 3$) mais à la diminution d'épaisseur suivante ($h/p = 1,25$), il commence à se déplacer en plus haute fréquence (1,30 MHz) pour faire un nouveau bond (1,365 MHz) dans les plus hautes fréquences pour le rapport h/p qui vaut 1. Plus l'épaisseur va diminuer et plus ce mode latéral évoluera vers les hautes fréquences jusqu'à ce qu'il atteigne les fréquences du 2nd mode latéral qui restait depuis le début aux alentours de 1,74 MHz et qui sera « repoussé » à son tour pour un rapport $h/p \sim 0,65$. De ce fait, pour ces cas critiques, les modes interagissent. Il est donc normal de se demander à quel moment exactement cette interaction entre le mode épaisseur et le 1^{er} mode latéral devient néfaste

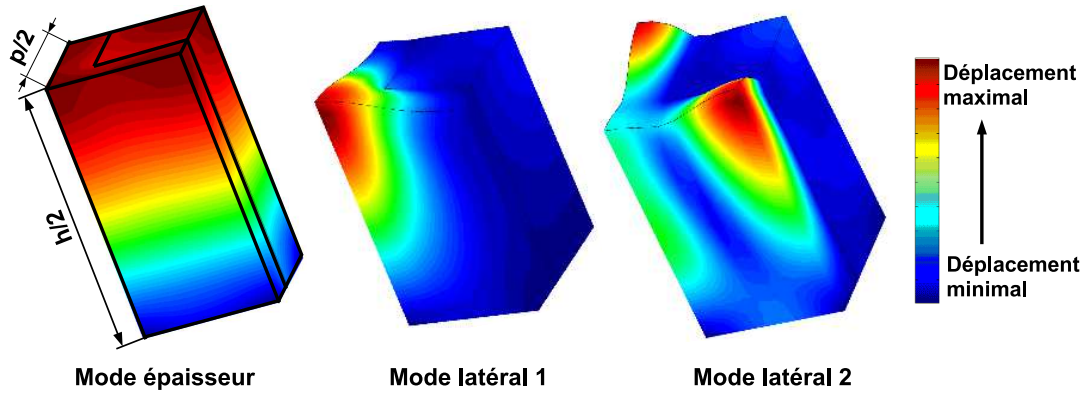


FIGURE 6.5 – Les champs de déplacement des trois premiers modes de résonance du huitième de la cellule de base d’un composite 1-3. Uniquement la composante du déplacement colinéaire à l’épaisseur est représentée.

pour les performances du piezocomposite 1-3. Hayward *et al.* [41] avait déjà donné le critère pour une fraction volumique supérieure à 20% où la fréquence du 1^{er} mode latéral (f_{L1}) devait être 2 fois plus grande que la fréquence d’antirésonance du mode épaisseur (f_a). Ce critère semble se vérifier car :

- pour le rapport $h/p = 1,5$, $f_a = 0,683$ MHz et $f_{L1} = 1,278$ MHz,
- et pour le rapport $h/p = 1,25$, $f_a = 0,809$ MHz et $f_{L1} = 1,305$ MHz.

Cependant, nous nous proposons, dans ce chapitre, de vérifier ce critère directement sur la sensibilité et la BP qui sont les grandeurs utilisées pour évaluer la qualité d’un matériau piézoélectrique pour la transduction ultrasonore.

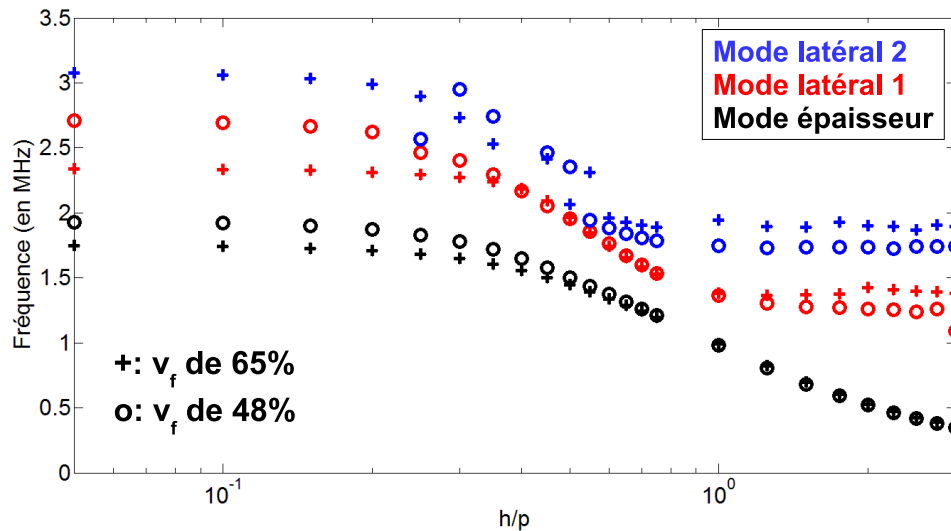


FIGURE 6.6 – Évolution fréquentielle du mode épaisseur et des deux modes latéraux en fonction de l’épaisseur h du composite en représentation logarithmique.

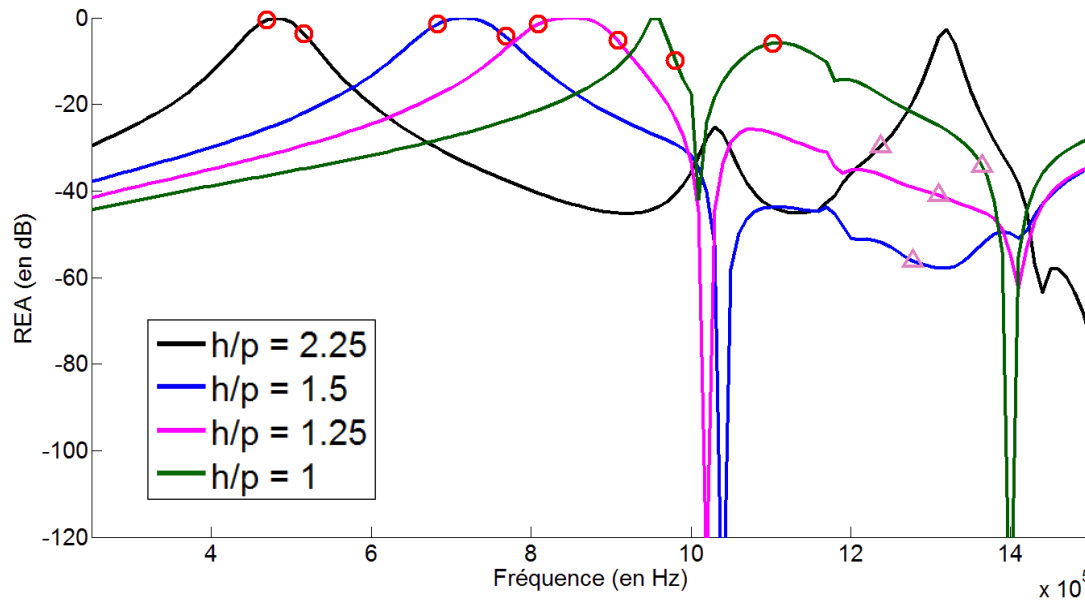


FIGURE 6.7 – REA normalisées de 4 épaisseurs différentes pour le piezocomposite 1-3 de $v_f = 0.48$. Les cercles rouges représentent les fréquences de résonance et d'antirésonance simulées dans l'air du mode épaisseur. Le triangle rose renseigne la position fréquentielle du premier mode latéral simulé dans l'air également.

6.2.2 Détérioration de la bande passante et de la sensibilité

Les études antérieures [40, 41] sur la détérioration des propriétés du composite 1-3 se sont concentrées principalement sur le coefficient de couplage du mode épaisseur (k_t) ou des grandeurs qui permettent d'évaluer le déplacement de la surface de manière homogène. En effet, ces grandeurs étant liées à la sensibilité et à la bande passante du composite, la détérioration de ces dernières peut être appréciée indirectement. Or, au début du chapitre, il est expliqué que nous sommes capables de calculer directement la BP d'un matériau piézoélectrique. Il est donc naturel de le faire et d'observer leur évolution en fonction du rapport h/p .

Dans un premier temps et pour un souci de clarté, les REA de seulement 4 épaisseurs différentes du composite de $v_f = 0,48$ ont été représentées sur la figure 6.7. Un décalage entre les fréquences de résonance du mode épaisseur dans l'air (cercles rouges sur la figure 6.7) et dans l'eau est à noter. Il vaut, en moyenne, 12kHz. Ce comportement est tout à fait normal puisque l'eau ayant une masse volumique beaucoup plus importante que l'air, elle « charge » la surface et provoque un glissement des fréquences de résonance des modes vers les basses fréquences. C'est également le cas pour le premier mode latéral sauf que le décalage entre sa fréquence de résonance dans l'air (triangles roses sur la figure 6.7) et sa fréquence de résonance dans l'eau est beaucoup plus marqué : il vaut en moyenne 250 kHz. Le champ de déplacement de la cellule de base pour la fréquence de 1,01 MHz est représenté sur la figure 6.8 pour confirmer qu'il s'agit bien de la fréquence du premier mode latéral. Visuellement, il est possible de voir que, lorsque le mode épaisseur glisse vers les

6.2. ÉTUDE DE LA STRUCTURE RÉGULIÈRE

TABLE 6.2 – Les valeurs de BP_{-6dB} et de sensibilité pour quelques rapport h/p du composite régulier à $v_f = 0.48$.

h/p	3	2,25	1,5	1,25	1
BP _{-6dB} (%)	19,44	18,75	18,31	16,57	4,19
Sensibilité (dB)	-1,98	-1,72	-0,88	-0,10	-0,76

plus hautes fréquences en se rapprochant de ce mode latéral qui ne bouge pas, la BP se réduit. Sur la courbe h/p=1, elle est même « coupée » en deux. Les valeurs de la BP_{-6dB} passe de 19,44% pour le rapport h/p=3 à 4,19% pour h/p=1. Les valeurs intermédiaires sont données dans le tableau 6.2. Cette observation de la BP_{-6dB} qui commence à être endommagée à h/p=1,25 confirme encore le critère d'Hayward *et al.* [41] car c'est ce même rapport h/p limite qui avait été déterminé dans le paragraphe précédent en utilisant le critère $2f_a < f_{L1}$. Pour la sensibilité en fréquence qui est simplement la valeur maximale du spectre, elle a une valeur de -1,98 dB pour h/p=3 puis atteint un maximum de -0.1 dB à h/p=1,25 avant de diminuer de nouveau (tableau 6.2). Les variations sont trop faibles pour une réelle interprétation contrairement à la BP_{-6dB}. Au-delà de la limite h/p=1,25, l'étude vibratoire du composite n'a plus d'intérêt puisque les modes étant couplés, la surface n'a

plus un déplacement homogène (mode « piston »).

Concrètement, la présence du 1^{er} mode latéral empêche le mode épaisseur de s'exprimer quand ils sont trop proches ($f_{L1} < 2f_a$) et cela se traduit directement sur la réduction de la BP_{-6dB}. Cela signifie que la fréquence du 1^{er} mode latéral définit la fréquence limite de fonctionnement d'un piezocomposite 1-3 utilisant le mode épaisseur. Pour fabriquer des piezocomposites 1-3 opérant toujours en plus haute fréquence, il est donc nécessaire de « repousser » ce mode latéral encore plus haut en fréquence. De nos jours, la technique utilisée par la majorité des fabricants de composite est simplement de réduire encore plus la taille du *kerf*. Cette solution a néanmoins un inconvénient : les limites technologiques de découpe par la méthode « Dice and Fill ». Dans ce manuscrit, nous proposons de penser le problème d'une manière différente et de suivre l'idée de rupture de la périodicité qui est la source du problème. Comme présenté dans la section 2.2.3, ce chemin de

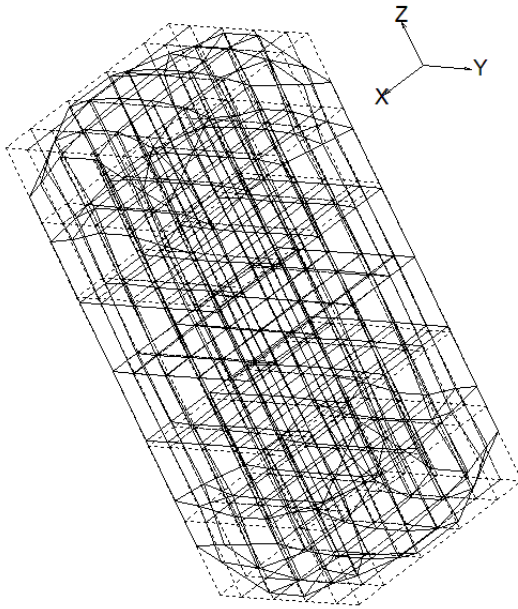


FIGURE 6.8 – Déformée de la cellule de base du piezocomposite 1-3 à $v_f = 0,48$ dans l'eau à 1,01 MHz correspondant au 1^{er} mode latéral. Les pointillés correspondent à la position au repos.

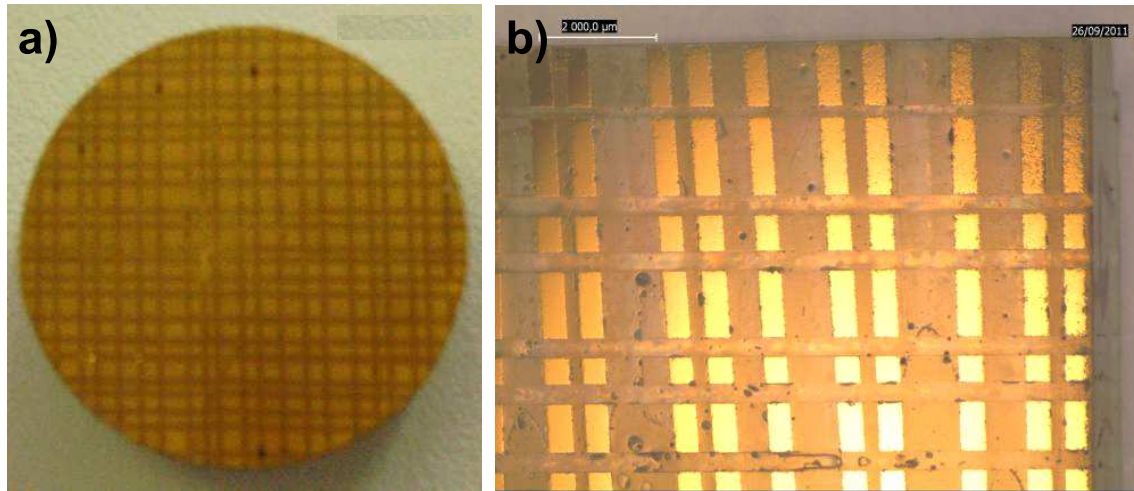


FIGURE 6.9 – Deux échantillons aléatoires fabriqués par les méthodes de
a) « Dice and Fill » et b) lamination.

réflexion a déjà été exploré mais les solutions proposées utilisent des méthodes de fabrication complexes et donc coûteuses. Notre réflexion va donc être guidée par la méthode de fabrication que nous avons préalablement sélectionnée (la méthode par lamination [33]) et des libertés géométriques qu'elle nous offre.

6.3 Une structure pseudo-périodique

Pour rompre la périodicité d'un piezocomposite 1-3, il est possible, tout d'abord, de modifier la valeur du pas de la structure à chaque fois. C'est ce qui a été fait lors d'une étude antérieure et sera développé dans un premier temps. L'agencement des plots de céramiques peut aussi être changé et la périodicité sera donc brisée par le désalignement des plots et non par la variation de leur espacement. Cette stratégie sera développée dans un second temps.

6.3.1 Modification du pas

Pour changer le pas, les deux techniques de fabrication présentées dans la partie 2.2.2 peuvent être utilisées comme en témoignent les 2 échantillons qui ont été fabriqués pour des études préliminaires. Les deux composites sont visibles sur les photos de la figure 6.9. Pour le composite de la figure 6.9.a) [145], nommé C13DFM, qui a été fabriqué par la méthode « Dice and Fill » et à base de céramique PMN-34,5PT et résine epoxy, la distance entre chaque découpe à la scie varie mais la taille du *kerf* reste constante à 0,3 mm. Les côtés des plots de céramique ont une longueur variant de 0,5 mm à 1,5 mm. Sa fraction volumique est égale à 58% (moyenne faite sur 1/10^{ème} de l'échantillon) et il a une épaisseur de 6 mm. L'échantillon de la figure 6.9.b), nommé C13LT, lui, a été fait avec la méthode par lamination et à base de monocristal PMN-28PT et de la résine epoxy également. La plus grande largeur de résine epoxy vaut 10 mm. Le plus grand côté des plots de céramique

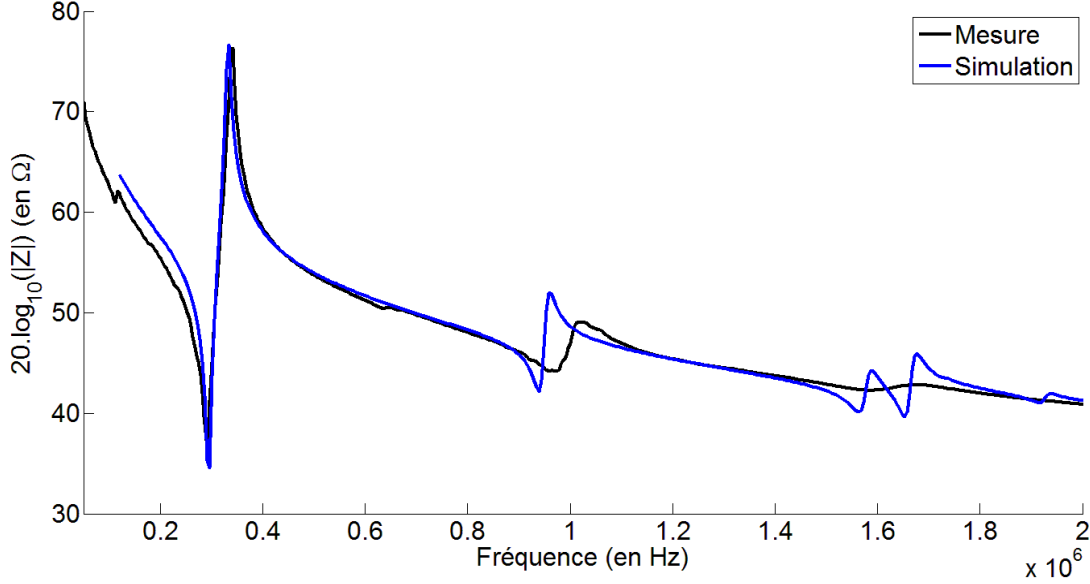


FIGURE 6.10 – Courbes d’impédance électrique de l’échantillon aléatoire C13DFM et de sa structure équivalente régulière simulée.

peut atteindre 14 mm. Celui-ci a une fraction volumique plus faible de 38%.

Pour ce type de structure, la modélisation par la méthode des éléments finis est possible mais le temps de calcul est démesurément long car aucune simplification par des plans de symétrie ou motif de base pour la périodicité ne peut être faite. Néanmoins, pour avoir une idée de l’impact de ces structures sur les modes latéraux, des structures régulières équivalentes sont simulées. Elles ont la même fraction volumique que leur équivalent aléatoire, c’est à dire 58% pour l’une et 38% pour l’autre. Le pas choisi est le pas moyen des structures aléatoires. Cela va permettre de situer la fréquence du premier mode latéral et voir s’il existe dans la structure aléatoire.

L’impédance mesurée de l’échantillon C13DFM est tracée sur la figure 6.10 et comparée avec celle de la structure équivalente régulière. En regardant le champ de déplacement du composite simulé autour de 1,6 MHz, il est confirmé que le pic visible sur l’impédance électrique simulée est le premier mode latéral qui est proche de la 5^{ème} harmonique du mode épaisseur. Sur la courbe d’impédance mesurée, à ces fréquences, il semble qu’il n’y est aucun pic annonçant l’existence d’un mode latéral. Cependant, l’harmonique qui est mesurée est très étouffée donc il se peut que, si un mode latéral existe, il soit impossible de le voir sur l’impédance. Pour information, le k_t de ce composite vaut 55,6%.

Les impédances mesurée du C13LT et simulée de son équivalent régulier sont représentées sur la figure 6.11. Le 1^{er} mode latéral de la structure régulière se trouve à 2 MHz. Encore une fois, en regardant ce qui se passe à ces mêmes fréquences sur l’impédance mesurée de la structure aléatoire, il est clair qu’il n’existe pas de mode latéral pour cette structure. Pour ce composite, le k_t mesuré vaut 72,5%, ce qui est nettement plus élevé que le C13DFM car le C13LT est fait avec du monocristal. Pour conclure sur la variation du pas dans la structure, cela semble atténuer grandement l’expression du 1^{er} mode latéral. Cependant,

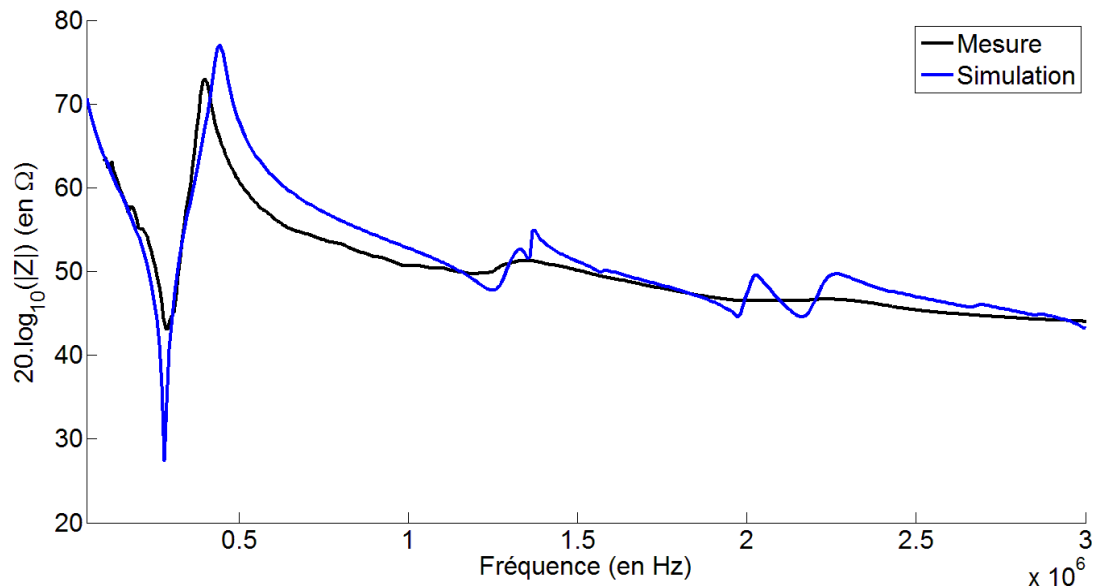


FIGURE 6.11 – Courbes d'impédance électrique de l'échantillon aléatoire C13LT et de sa structure équivalente régulière simulée.

pour ce genre de structure, pour les deux méthodes de fabrication utilisées, la préparation et les opérations effectuées restent compliquées. De plus, afin de comprendre exactement ce qui se passe dans ses structures, la modélisation par la méthode des éléments finis qui est la seule à pouvoir fournir des résultats pour l'instant, est beaucoup trop longue. Ce sont ces deux inconvénients qui ont orienté notre réflexion sur une autre manière de rompre la périodicité : la modification de l'agencement.

6.3.2 Modification de l'agencement

Le but de la nouvelle structure à imaginer est donc d'utiliser l'irrégularité des plots de céramiques dans le composite 1-3 pour supprimer ou fortement atténuer les modes latéraux. La structure doit être simple à fabriquer contrairement aux deux précédentes et posséder des conditions de symétrie ou une certaine périodicité pour pouvoir l'étudier par les éléments finis.

Le 1^{er} mode latéral étant le premier obstacle pour le glissement en haute fréquence du mode épaisseur, notre attention se concentre uniquement sur lui. D'après les explications fournies dans le chapitre 2.2.3, ce mode latéral est le résultat d'ondes stationnaires orientées dans le sens de la diagonale des plots. Dans une structure régulière, la taille du *kerf* étant la même partout et les lignes de plots étant perpendiculaires, des interférences constructives entre les ondes stationnaires peuvent être attendues au niveau des croisements des rainures de scie qui seront appelés ici des « carrefours ». Cela est illustré par la figure 6.12.a) où 4 plots de céramique nommés A, B, C et D sont représentés. L'idée est donc de trouver un agencement des plots pour éviter ce type d'interactions qui favorise l'expression de ce mode latéral.

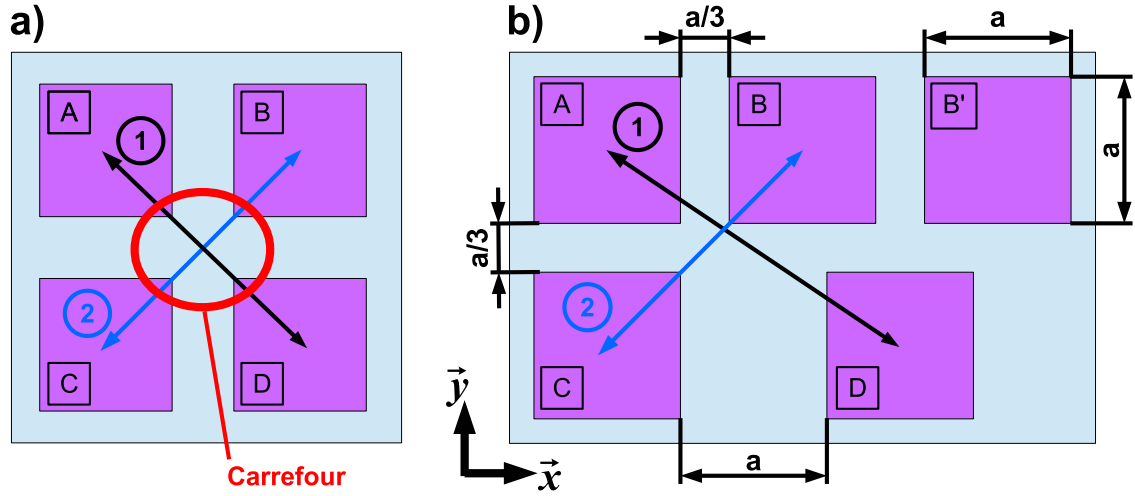


FIGURE 6.12 – Deux composites 1-3 avec une structure a) régulière et b) pseudo-périodique de proportion $n = 3$.

Dans le cas de l'utilisation de la méthode « Dice and Fill » et comme l'illustre l'exemple du C13DFM, les *kerf* restent tous égaux et les lignes de plots sont systématiquement perpendiculaires. Ce n'est donc pas avec cette méthode de fabrication que la nouvelle structure pourra être faite. En sélectionnant alors la méthode par lamination et en respectant les conditions énumérées précédemment, la structure pseudo-périodique présentée sur la figure 6.12.b) est imaginée. Il s'agit du motif de base constitué de 5 plots de céramiques carrés, et de côté a , dispersés sur deux lignes horizontales dans la direction \vec{x} . Ce motif est répété autant de fois que nécessaire pour obtenir le composite complet dans les deux directions du plan xy . Pour cette raison le mot « pseudo-périodicité » sera préféré au mot « aléatoire » car le composite 1-3 créé de la sorte est un réseau périodique mais dont la cellule de base ne se limite plus à seulement un plot de céramique.

Pour la création d'un carrefour et donc d'interférences constructives entre les ondes stationnaires, il faut au minimum 4 plots de céramique soit 2 lignes et 2 colonnes comme le montre la figure 6.12.a)). Il suffit alors de déplacer un des 4 plots, suivant une seule direction (\vec{x} ou \vec{y}), pour détruire ce carrefour régulier. Il s'agit de la solution la plus simple. Pour ce faire, le plot D sera translaté dans la direction \vec{x} . La périodicité dans cette dimension est donc perdue mais elle est récupérée en ajoutant le plot B' de la figure 6.12.b). De cette manière, le motif le plus simple d'un réseau périodique est obtenu et la première condition qui est d'éviter des interférences constructives entre les ondes stationnaires est respectée. En effet, les ondes stationnaires numérotées 1 et 2 sur la figure 6.12 n'interagiront pas de la même manière dans les deux structures. De plus, ce nouvel agencement possède un motif de base qui se répète donc il s'agit d'une structure où les conditions de périodicité pour la simulation numérique peuvent être appliquées. Enfin, sa fabrication en utilisant la méthode par lamination est plus simple que celle de l'échantillon C13LT. Elle est détaillée dans le chapitre suivant.

Pour concevoir cette structure, il faut néanmoins avoir une relation de proportionnalité entre la longueur du côté du plot de forme carrée et la largeur du *kerf*. Sur l'exemple le

6.3. UNE STRUCTURE PSEUDO-PÉRIODIQUE

plus simple, donné figure 6.12.b), le facteur de proportionnalité vaut $1/3$ qui est l'inverse du nombre de plots se trouvant sur la 1^{ère} ligne. Cette relation de proportionnalité impose malheureusement la fraction volumique v_f finale du composite qui vaut 46,88% dans ce cas précis. Cependant, la structure peut être légèrement compliquée pour avoir d'autres valeurs de v_f . Pour cela, notre cas particulier est généralisé : N désigne le nombre de plots de côté a sur la 1^{ère} ligne et ils sont espacés de a/N qui est la relation de proportionnalité indispensable pour ce type de géométrie. M est le nombre de plots sur la 2^{ème} de côté a également mais espacés de a . La longueur totale de la ligne 1 vaut alors $(N + 1)a$ et celle de la ligne 2 est de $2Ma$. Le but est de trouver M et N pour que les longueurs des deux lignes soient égales : $(N + 1)a = 2Ma$.

Deux cas sont à discerner :

1. N est impair, alors $N + 1$ est pair. M , tel que $(N + 1)a = 2Ma$, peut être trouvé et vaut $M = (N + 1)/2$. Par exemple, pour $N = 3$, M vaut 2 (figure 6.12.b)) et pour $N = 5$, M vaut 3 (figure 6.13.b)).
2. N est pair et il faut raisonner sur deux périodes pour le nombre de plots sur la ligne 1 car l'égalité sur une période $(N + 1)a = 2aM$ ne fournit plus un nombre M entier. Il y aura donc $2N$ plots sur la ligne 1 et l'égalité s'écrit alors $2a(N + 1) = 2aM$, il vient naturellement que $M = N + 1$. Deux exemples pour $N = 2$ et $N = 4$ sont représentés sur la figure 6.13a) et 6.13c).

La fraction volumique v_f de la structure pseudo-périodique se calcule directement par l'expression :

$$v_f = \frac{N(3N + 1)}{4(N + 1)^2} \quad (6.5)$$

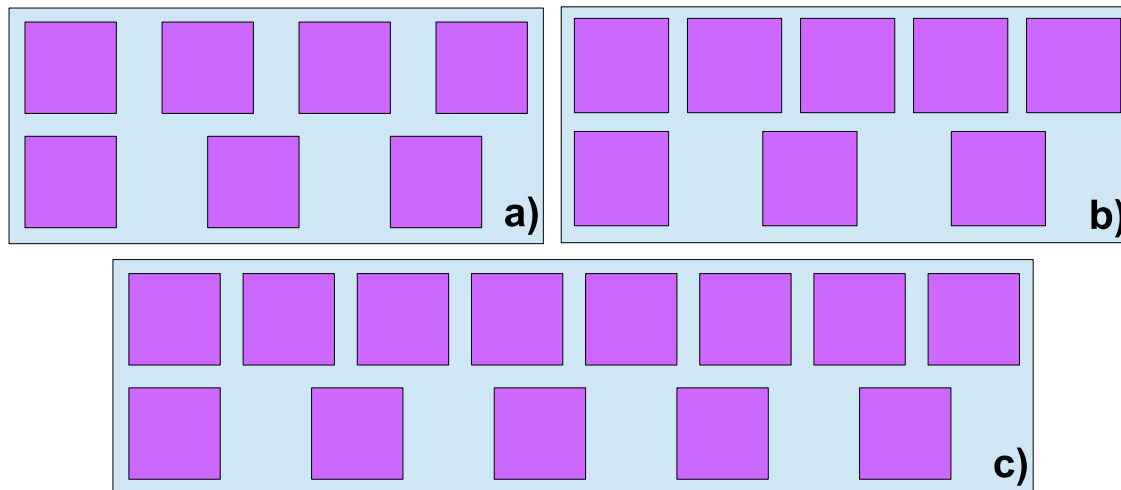


FIGURE 6.13 – Des exemples de structures pseudo-périodiques pour
a) $N = 2$, b) $N = 3$ et c) $N = 4$.

Ainsi, pour notre exemple de la figure 6.12.b), N est égal à 3 et, en appliquant la relation (6.5), v_f vaut alors 46,88%. Si $N = 6$, ce qui demande déjà une grande précision lors de la fabrication, une fraction volumique de 58% pourra être atteinte.

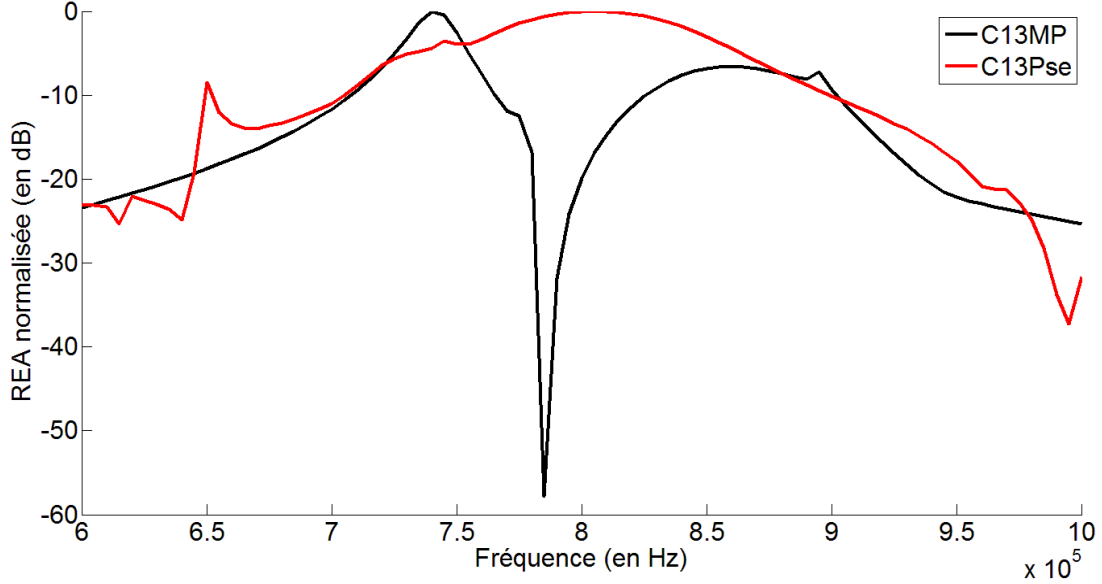


FIGURE 6.14 – Les REA normalisées d’une structure pseudo-périodique et d’une structure régulière équivalente de rapport $h/p = 1$.

Pour des facilités de fabrication et pour une rapidité de calcul, nous travaillerons uniquement sur le cas particulier où il y a le moins de plots, c’est à dire pour le cas $N = 3$. Examinons maintenant l’effet de la structure pseudo-périodique de proportion $N = 3$ sur sa BP_{-6dB} avec un paramètre a de $999 \mu m$ pour une question de facilité de calcul des autres dimensions. Sa REA est comparée directement à celle d’une structure régulière qui a la même fraction volumique, $v_f = 46,88\%$, et un pas égal au pas moyen de la structure pseudo-périodique ($1665 \mu m$). Ce composite sera noté C13MP (**C**omposite **1-3 M**oyen **P**as). Cette comparaison n’est pas la seule qui puisse être faite mais elle servira à estimer, dans un premier temps, les effets de cette structure avant de passer à l’étape de fabrication. Les mêmes matériaux que précédemment sont utilisés pour ce calcul (PZ27/E501). Pour la structure régulière, le rapport $h/p = 1$ est un cas critique où la BP_{-6dB} est affectée. L’épaisseur correspondante est donc $h = 1665 \mu m$. Sa REA est représentée sur la figure 6.14. La REA de la structure pseudo-périodique, notée C13Pse (**C**omposite **1-3 P**seudo), de même épaisseur est également calculée et représentée en rouge sur la figure 6.14. Les BP_{-6dB} déduites sont $4,7\%$ pour le C13MP et $29,3\%$ pour le C13Pse. La sensibilité du C13Pse est néanmoins inférieure de $1,1 \text{ dB}$ à celle du C13MP.

Ce résultat laisse envisager de bonnes perspectives pour cette nouvelle structure. En effet, en utilisant la méthode par lamination, cette structure est facile à fabriquer comme le montre en détail le paragraphe 7.1. Son aspect pseudo-périodique permet de l’étudier numériquement à l’aide des éléments finis selon les matériaux utilisés. Enfin, le premier mode latéral existant dans les structures régulières semble être assez diminué pour ne plus détériorer la BP_{-6dB} comme il le faisait sur une structure régulière. Pour confirmer ces attentes, une validation expérimentale doit être faite mais le choix des structures régulières qui seront comparées à cette nouvelle structure doit être approfondi pour que les

6.3. UNE STRUCTURE PSEUDO-PÉRIODIQUE

TABLE 6.3 – Comparaison des valeurs de BP_{-6dB} et de sensibilité entre les composites réguliers C13GP, C13MP, C13PP de rapport $h/p = 1$ et le C13Pse.

-	C13GP/C13Pse	C13MP/C13Pse	C13PP/C13Pse
BP_{-6dB} (%)	4 / 18,1	4,7 / 29,3	4,7 / 6,9
Sensibilité (dB)	-0,17 / -1,59	-0,04 / -1,16	-0,09 / -0,17

comparaisons aient un sens.

6.3.3 Structures équivalentes régulières

Pour se rendre compte des performances de la structure pseudo-périodique, ce nouveau composite doit être confronté à un composite régulier comparable. Les modes latéraux dépendent du pas de la structure et de la fraction volumique. Il est donc logique que ces deux paramètres soient égaux entre les composites comparés. La difficulté vient de la valeur du pas à prendre pour la fabrication d'un composite équivalent régulier. Dans le composite pseudo-périodique, deux valeurs différentes de pas existent : $2a$ et $(N + 1)a/N$. Il n'existe pas de justification assez fondée pour choisir l'une ou l'autre des valeurs de pas ou de garder le pas moyen de la structure comme fait précédemment. C'est pour cela que la structure pseudo-périodique sera comparée à deux structures régulières équivalentes qui auront la même fraction volumique mais, pour l'une, elle possèdera le plus petit pas présent dans la structure pseudo-périodique et pour l'autre, le plus grand pas. Ces composites seront appelés C13PP et C13GP respectivement.

Puisque le paramètre a de $999 \mu m$ a été choisi, les structures régulières équivalentes auront les caractéristiques suivantes pour garder le cas $h/p = 1$:

- pour le C13GP, $a = 1368 \mu m$ et $p = 1998 \mu m$.
- pour le C13MP, $a = 1140 \mu m$ et $p = 1665 \mu m$.
- pour le C13PP, $a = 912 \mu m$ et $p = 1332 \mu m$.

Pour le cas critique de la structure régulière retenue ($h/p = 1$), les REA du C13GP, C13PP et C13MP avec les épaisseurs correspondantes soit $h_{C13GP} = 1998 \mu m$, $h_{C13MP} = 1665 \mu m$ et $h_{C13PP} = 1332 \mu m$, sont comparées avec la REA du C13Pse pour ces 3 épaisseurs sur la figure 6.15. Ces calculs confirment, premièrement, que la position fréquentielle du 1^{er} mode latéral dépend du pas de la structure et deuxièmement, que les cas extrêmes sont bien ceux correspondant aux valeurs de petit et grand pas présents dans la structure pseudo-périodique. Les valeurs de BP_{-6dB} et de sensibilité sont rassemblées dans le tableau 6.3. Le C13Pse montre clairement un avantage lorsqu'il est comparé au C13GP et C13MP où les valeurs de BP sont nettement améliorées. Quand son épaisseur est encore diminuée pour atteindre celle du C13PP, l'amélioration de la BP_{-6dB} est toujours vraie mais moins prononcée. Au vu de ces premiers résultats numériques, le C13Pse mérite d'être testé expérimentalement. Pour la validation expérimentale, les composites C13GP et C13PP qui sont les cas extrêmes seront également fabriqués par « Dice and Fill » pour servir de référence aux performances mesurées sur le C13Pse.

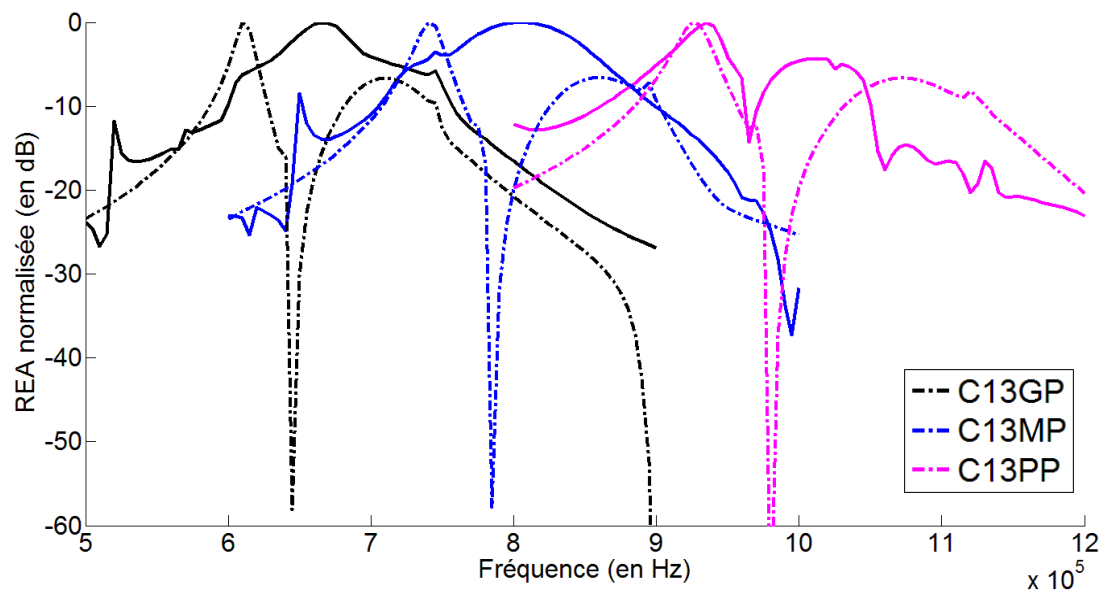


FIGURE 6.15 – Les REA simulées des structures régulières C13GP, C13MP et C13PP sont en trait pointillé. La REA simulée du C13Pse pour les 3 épaisseurs correspondantes est en trait plein.

Chapitre 7

Validation expérimentale

Ce chapitre est dédié à la validation expérimentale de l'étude numérique précédente qui a servi à mettre en évidence l'avantage d'une structure pseudo-périodique pour un composite 1-3 par rapport à l'habituelle structure régulière. La fabrication de ce nouveau genre de composite 1-3 est détaillée dans un premier temps, suivi du protocole de mesure pour évaluer ses performances. Dans un second temps, l'outil de caractérisation développé dans le chapitre 4 est utilisé pour obtenir les bonnes propriétés des phases piézoélectrique et polymère des composites. Cela permettra de simuler plus précisément leur comportement afin de contrôler l'étude par amincissement qui sera faite. Cette étude est le résultat final de cette partie qui compare les performances de la nouvelle structure pseudo-périodique avec les structures équivalentes régulières.

7.1 Fabrication et protocole de mesure des échantillons

7.1.1 Fabrication

Bien que le principe de la méthode eut été déjà expliqué dans la section 2.2.2, nous détaillons ici les paramètres spécifiques pour la fabrication du composite pseudo-périodique de proportion $N = 3$. Les explications s'appuient sur les étapes décrites sur la figure 7.1 où le matériau piézoélectrique est représenté en violet et la résine en bleue.

Avant de commencer la fabrication en soi, les films de matériau piézoélectrique et de résine doivent être préparés et conditionneront les paramètres finaux de la structure pseudo-périodique. Deux empilements de départ qui alternent un film piézoélectrique et un film de polymère sont préparés. Il s'agit en fait de 2 composites piézoélectriques de connectivité 2-2. Pour l'un, c'est une succession de couches de même épaisseur a et pour l'autre, la couche de polymère vaut a/N alors que la couche piézoélectrique a toujours une épaisseur a . Cela est illustré dans le cadre **0** de la figure 7.1. Il s'agit évidemment des paramètres a et N définis dans le chapitre précédent. La dimension \mathbf{h} conditionne l'épaisseur finale du composite 1-3. Quant à la hauteur des empilements \mathbf{L} , ce sera une des dimensions de la surface du composite final. Enfin, la longueur d_1 dépend du nombre de lignes de chaque type que souhaite le fabricant dans le composite final. En effet, la division euclidienne de d_1 par a donnera le quotient k_1 qui est le nombre de tranches maximum de largeur a

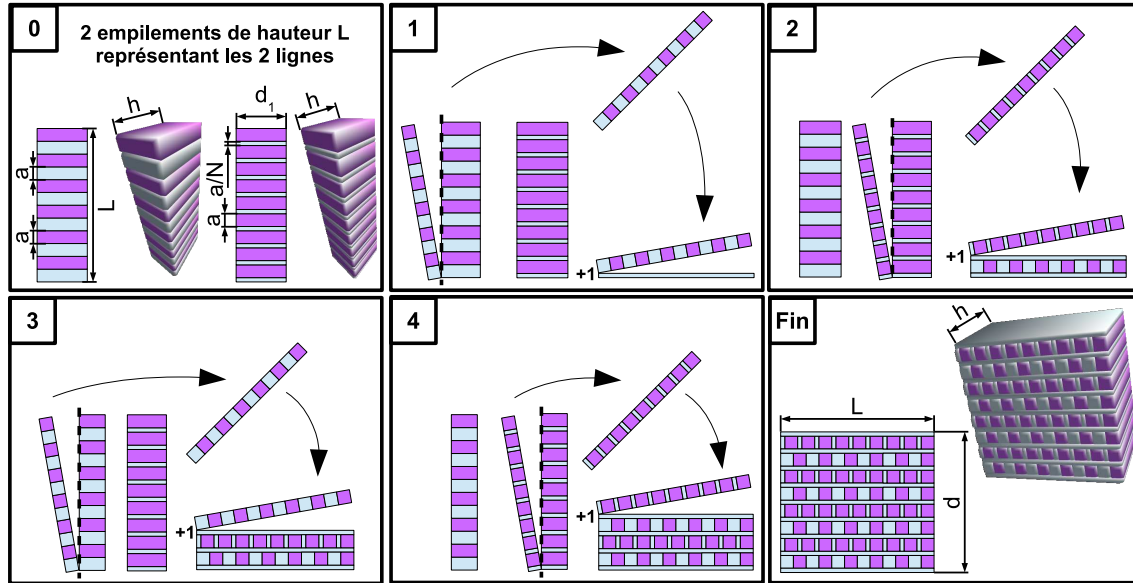


FIGURE 7.1 – Étapes de fabrication pour un composite pseudo-périodique de proportion $N = 3$ par la méthode de lamination.

possibles à découper dans l'empilement de largeur d_1 . Cette valeur participe à la valeur finale de la deuxième dimension de la surface du composite final d . Un nombre minimum de $(2k_1 + 1)/a$ films de polymère, de surface $L \times h$ et d'épaisseur a/N , doit être également préparé. L'opération de base qui est répétée durant toute la fabrication se décompose en deux étapes :

1. Un film polymère d'épaisseur a/N et de surface $L \times h$ est déposé pour la création du nouvel empilement qui est le composite final. Cela est notifié sur les schémas par l'indication « +1 ».
2. Ensuite, une tranche de largeur a d'un des empilements est découpée pour être collée sur le film polymère. Cette opération est faite en alternant un empilement de départ, puis l'autre.

Cette opération de base effectuée pour la 1^{ère} fois est représentée dans le cadre **1** de la figure 7.1. Le cadre **2** est la même opération mais appliquée au 2^{ème} empilement de départ. Les cadres **3** et **4** montrent encore la succession de 2 actions similaires pour finalement, après un nombre suffisant d'empilements, obtenir le composite final du cadre « **Fin** ». Comme annoncé, la dimension h est l'épaisseur du composite et la hauteur L des empilements de départ est une des dimensions de la surface. L'autre dimension, notée d , dépend de la longueur de départ d_1 et s'exprime par :

$$d = \frac{2k_1(N + 1)a}{N} \quad (7.1)$$

7.1. FABRICATION ET PROTOCOLE DE MESURE DES ÉCHANTILLONS

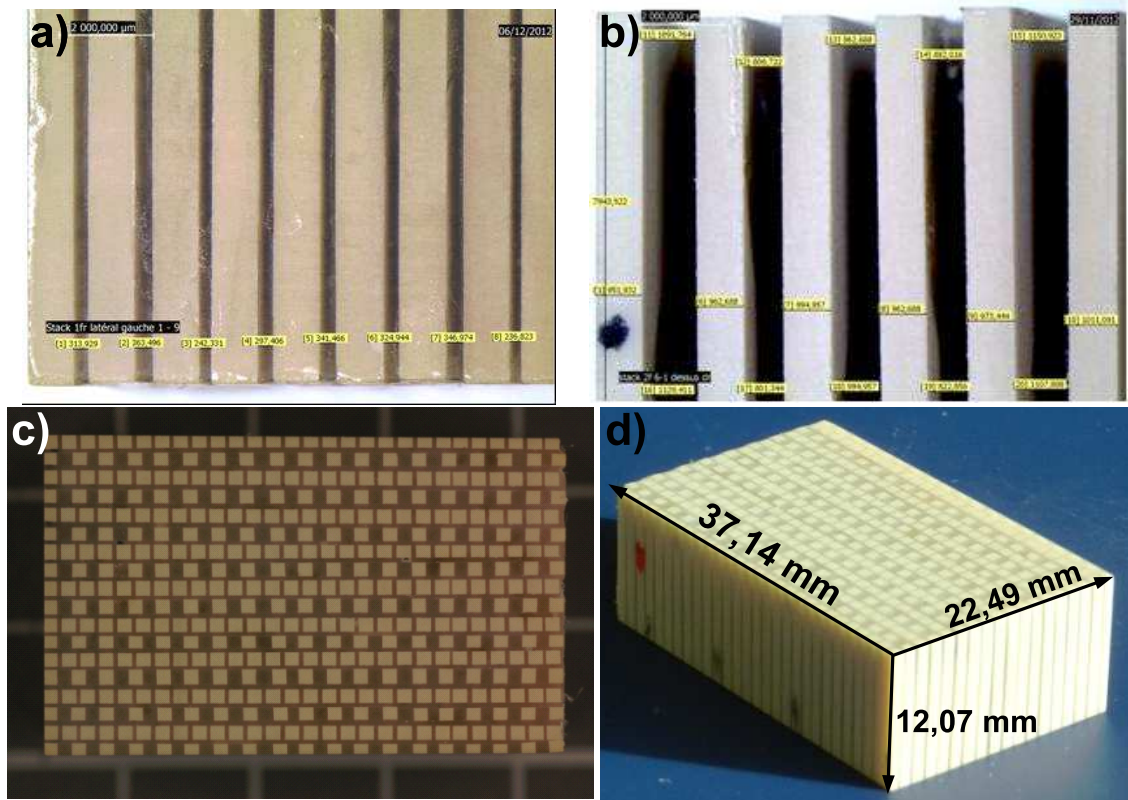


FIGURE 7.2 – Photographies de a)l'empilement 1, b)l'empilement 2, c)de la surface du composite final et d)d'une vue globale.

Pour notre cas particulier, des plaques de céramique PZ27 de dimensions $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 1 \text{ mm}$ sont achetées et des plaques en résine époxy de $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 1 \text{ mm}$ et $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 0,33 \text{ mm}$ sont fabriquées. Un premier empilement visible sur la figure 7.2.a) est fait en alternant 27 plaques de résine de 0,33 mm d'épaisseur et 28 films piézoélectriques d'épaisseur 1 mm. De la même manière, l'empilement de la figure 7.2.b) est réalisé mais en intercalant 18 plaques de résine de 1 mm d'épaisseur entre les 19 films piézoélectriques. Finalement, deux empilements de 37,14 mm de hauteur nécessaires à la fabrication du composite pseudo-périodique sont créés. Le composite piézoélectrique de connectivité 1-3 à structure pseudo-périodique est alors obtenu comme le montre les photos de la figure 7.2.c) et d).

En prenant les paramètres de départ $L=37,14 \text{ mm}$, $h=12,7 \text{ mm}$ et $d_1=12,7 \text{ mm}$, les dimensions finales du composite sont $L=37,14 \text{ mm}$, $h=12,07 \text{ mm}$ et $d=22,49 \text{ mm}$ à cause des pertes de matières dues à la découpe. En effet, à chaque découpe de tranche dans un empilement, 0,3 mm de matière est perdue à cause de la largeur de la scie. Sur une largeur de $d_1=12,7 \text{ mm}$, il n'est donc possible d'obtenir que 9 tranches de 1 mm ($k_1 = 9$). En appliquant la relation 7.1, une largeur d égale à 24 mm est attendue. Les différences entre les valeurs initiale et finale de h et les valeurs attendue et réelle de d sont donc dues à des pertes de matière et une re-découpe du composite final.

En parallèle, les composites C13GP et C13PP définis dans le chapitre précédent sont fa-

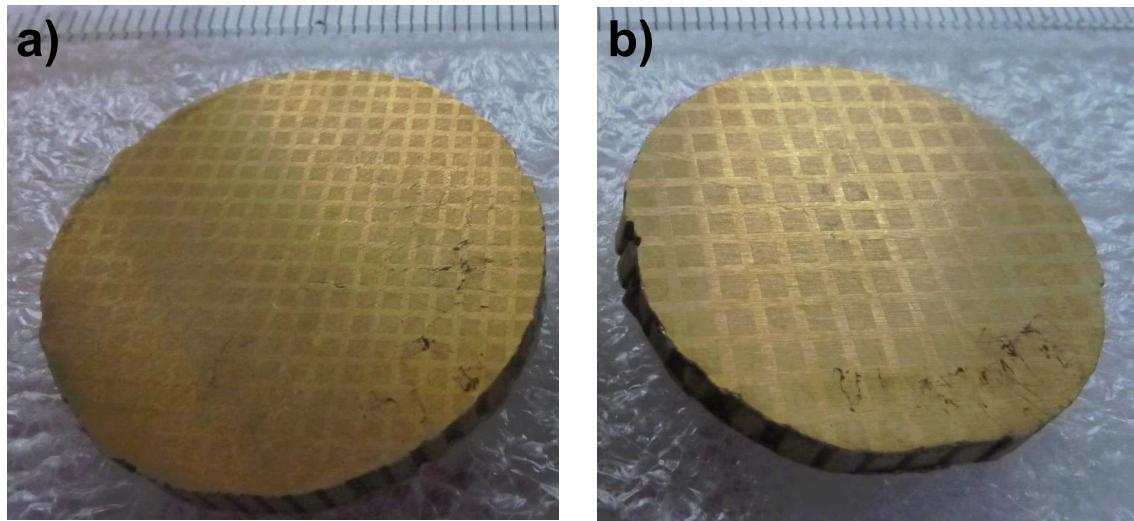


FIGURE 7.3 – Photographies des composites réguliers a)C13PP et b)C13GP.

briqués avec les mêmes matériaux et par la méthode « Dice and Fill ». Ils font 2,78 mm d'épaisseur et les valeurs de pas et de *kerf* diffèrent légèrement de ce qui a été calculé pour l'étude numérique dans le paragraphe 6.3.3 :

- pour le C13GP, $a = 1351 \mu\text{m}$ et $p = 1955 \mu\text{m}$ au lieu de $a = 1368 \mu\text{m}$ et $p = 1998 \mu\text{m}$, passant la v_f d'une valeur de 46,88% à 47,75%.
- pour le C13PP, $a = 881 \mu\text{m}$ et $p = 1275 \mu\text{m}$ au lieu de $a = 912 \mu\text{m}$ et $p = 1332 \mu\text{m}$, ayant exactement le même effet que précédemment sur la v_f .

Ces deux composites réguliers sont en photo sur la figure 7.3.

7.1.2 Protocole de mesure

Afin de comparer les performances de cette nouvelle structure pseudo-périodique (C13Pse) aux structures régulières C13GP et C13PP, une campagne de mesures est faite sur la même démarche que l'étude numérique du chapitre 6. Il s'agit de mesurer les REA des 3 composites pour un h/p de départ loin des zones critiques et de diminuer leur épaisseur pas à pas afin de passer par les h/p critiques des structures régulières. Cela permettra de comparer les performances des composites et de tirer des conclusions sur les avantages et inconvénients d'une structure pseudo-périodique. Le protocole mis en place pour la mesure de la REA est détaillé ci-dessous et s'appuie sur la description de la mesure typique de REA faite dans le paragraphe 1.2.1.

La chaîne de mesure débute avec un générateur Tektronix AFG3102C qui émet le signal selon le type de mesure effectuée (*Burst* ou *Pulse*) de tension 10Vpp (volt pic-à-pic). À sa sortie, un connecteur de type « T » permet d'envoyer, en même temps, le signal sur l'oscilloscope Tektronix TDS3044B *via* une sonde divisant la tension par 10 et vers le matériau par des câbles coaxiaux. Le signal électrique qui arrive au composite étudié où des électrodes en or de 400 nm ont été préalablement déposées sur ses deux faces, est transféré par un contact mécanique de deux lames en laiton. Le composite piézoélectrique forme alors une onde mécanique qui se propage dans l'eau jusqu'à une cible d'alliage métallique

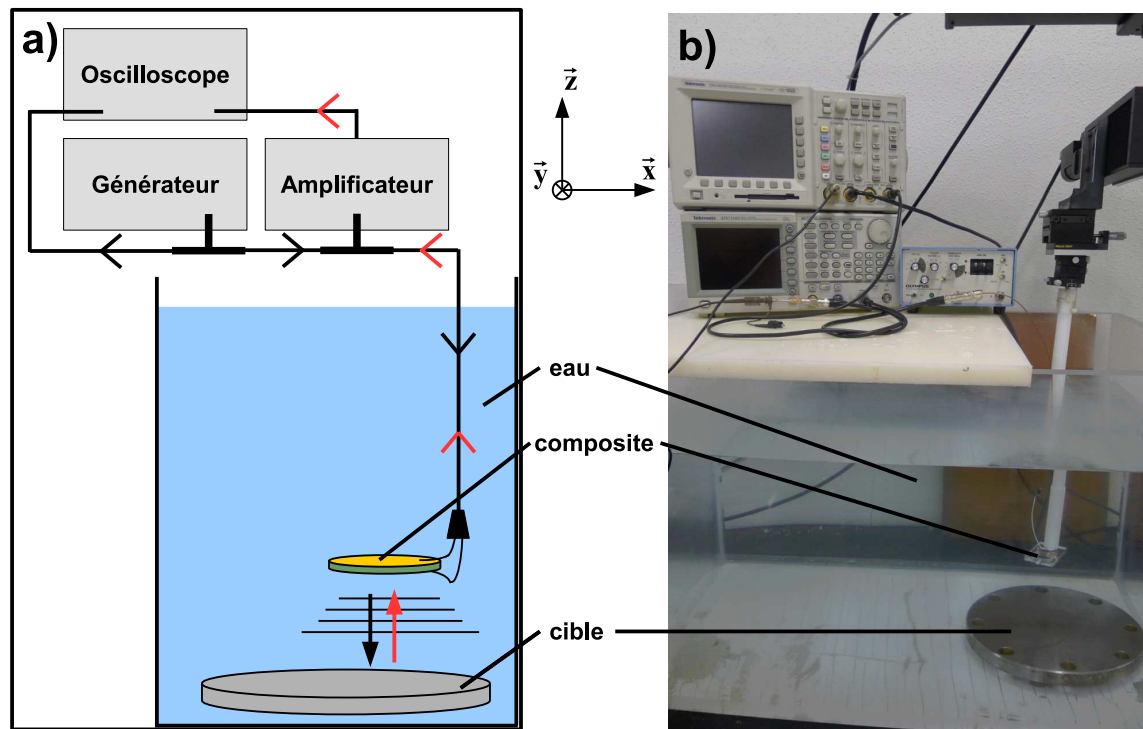


FIGURE 7.4 – La chaîne de mesure pour la REA a) schématisée et b) photographiée.

dont l'impédance acoustique est très différente de celle de l'eau donc une réflexion *quasi*-totale de l'onde se produit. L'onde revient donc vers le composite où l'énergie mécanique est convertie de nouveau en énergie électrique. Le signal repart alors par le câble coaxial d'où il est venu et passe par l'amplificateur d'un émetteur-récepteur ultrasonore Olympus 5077PR qui augmente son niveau de 5dB. Ce niveau d'amplification a été choisi après plusieurs essais et restera constant tout au long de la campagne de mesures. Enfin, ce signal amplifié est finalement récupéré sur l'oscilloscope et affiché aux côtés du signal d'excitation. Le schéma du montage est représenté sur la figure 7.4 avec sa photo.

Pour chaque composite, 2 types de mesure sont effectués en changeant le signal d'entrée avec :

- soit un *pulse* qui permet de couvrir un large spectre fréquentiel et ainsi pouvoir observer le comportement du composite loin de son mode épaisseur.
- soit un *burst* qui concentre l'énergie sur une fréquence et ainsi permet de mesurer la sensibilité du composite plus précisément pour chaque fréquence. Cette mesure se fera uniquement sur la gamme de fréquences autour du mode épaisseur.

Pour les 2 types de mesure et pour toutes les épaisseurs, l'échantillonnage du signal est fixé à 5 MHz durant toute la campagne de mesures. Cela permet de respecter le critère de Shannon jusqu'aux plus petites épaisseurs mesurées qui n'amèneront pas les mesures au-delà de 1,5 MHz. La fréquence d'échantillonnage n'est pas non plus trop élevée afin de garder une bonne dynamique sur les fréquences qui nous intéressent. Le parallélisme du composite par rapport à la cible est réglé grâce à des rotations autour des axes \vec{x} et \vec{y} du repère de la figure 7.4. L'amplitude de l'écho sera maximale lorsque les surfaces du

composite et de la cible seront parallèles. La distance entre le composite et la cible sera constante en fixant le temps entre le signal émis et l'écho à $165 \mu\text{s}$ soit une distance d'à peu près 12,4 cm qui peut être réglée par une translation selon l'axe \vec{z} . Enfin, des paramètres spécifiques à chaque type de mesure sont détaillés ci-dessous.

Pulse-echo D'amplitude 10 Vpp, le *pulse* a une fréquence centrale qui correspond à la fréquence moyenne des fréquences de résonance et d'anti-résonance déterminées préalablement sur les mesures d'impédance électrique dans l'air de chaque composite.

Burst-echo Pour ce type de mesure, le nombre de cycles doit être renseigné. Après différents essais sur les 3 composites d'épaisseur 2,78 mm et la confirmation *a posteriori* sur des épaisseurs plus faibles, le *burst* à 14 cycles permet aux composites d'atteindre leur régime permanent (amplitude de l'écho maximale). Des précautions sont à prendre pour les premières mesures qui se trouvent à relativement basses fréquences (400 kHz) car le composite émet en direction de la cible réfléchissante mais aussi en direction de la surface de l'eau. Il faut donc que la distance séparant le composite de la surface de l'eau soit assez grande pour ne pas que l'écho de la cible réfléchissante soit perturbé par l'écho de la surface de l'eau. La mesure se faisant fréquence par fréquence, un pas régulier de 10 kHz est fixé.

7.2 Caractérisation des phases d'un composite 1-3 de PZ27

Lors de l'étude numérique des structures régulières, il a été montré qu'à l'approche du rapport h/p critique pour les structures régulières, la $BP_{-6\text{dB}}$ pouvait chuter brusquement. En conséquence, les épaisseurs pour l'étude par amincissement qui va suivre doivent être choisies avec de grandes précautions pour ne pas manquer les épaisseurs intéressantes. C'est pour cela que l'outil de caractérisation développé dans le chapitre 4 peut être utilisé ici pour déterminer les caractéristiques réelles des phases céramique et polymère utilisées dans la fabrication des composites. De ce fait, les simulations qui suivront seront plus précises et permettront de réduire les écarts entre la simulation et les expériences.

Puisque les 3 composites ont été fabriqués avec les mêmes matériaux, la caractérisation des phases se fera uniquement sur un des 3 composites. Le C13Pse étant structurellement plus complexe, le calcul par éléments finis est plus long, entraînant une caractérisation notablement plus lente. L'échantillon qui va donc servir pour la caractérisation doit avoir une structure régulière et il s'agit plus précisément du C13PP qui, pour une épaisseur équivalente au C13GP, a un rapport h/p plus élevé et donc des modes épaisseur et latéral moins couplés. L'algorithme de caractérisation est ainsi moins perturbé.

7.2.1 Paramètres spécifiques

La même démarche que celle utilisée pour la validation de l'algorithme (partie 4.3) est suivie et les paramètres sont très proches voire identiques. Uniquement un détail doit être pris en compte car il influe sur le résultat final : la différence des surfaces des électrodes simulées et réelles. En effet, pour la modélisation, un quart de la cellule de base est représentée, ce qui correspond à une surface d'électrode de $0,406 \text{ mm}^2$ pour le cas du C13PP, alors

7.2. CARACTÉRISATION DES PHASES D'UN COMPOSITE 1-3 DE PZ27

TABLE 7.1 – Comparaison des données ajustées de la céramique PZ27 et de la résine E501 avec les données commerciales.

Données	Commerciales	Ajustées	Différences (%)
c_{11}^E (GPa)	147,39	150,08	1,81
c_{12}^E (GPa)	104,94	80,88	25,90
c_{13}^E (GPa)	93,66	84,76	9,98
c_{33}^E (GPa)	112,63	121,03	7,19
e_{33} (C/m ²)	16,03	16,03	0,00
$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$	914	734	21,84
c_{11} (GPa)	7,78	6,81	13,30
c_{12} (GPa)	3,83	3,83	0,00

que le composite réel possède des électrodes de 511 mm². Il ne faut pas, non plus, oublier le facteur 2 qui correspond à la modélisation du composite sur sa demi-épaisseur. Toutes ces différences nous amènent à diviser l'impédance électrique simulée par $(1/2) \times (511/0,406)$ soit 629,3.

Paramètres de la FO Sur les mesures d'impédance électrique dans l'air du C13PP, le 2nd mode latéral ne peut pas être clairement identifié car il est couplé avec l'harmonique 3 du mode épaisseur. L'algorithme prendra donc en compte uniquement le mode épaisseur et le 1^{er} mode latéral, ce qui implique l'existence des grandeurs Dif_1^1 et Dif_1^2 pour le mode épaisseur et Dif_2^1 et Dif_2^2 pour le mode latéral s'appuyant sur les définitions (4.3) et (4.4). En choisissant les pondérations définies dans l'expression (4.6), $\alpha_1 = 10$, $\beta_1 = 10$, $\alpha_2 = 1$, $\beta_2 = 1$ et $\alpha_E = 10$, la valeur S_p ne vaut au maximum que 32. Les valeurs des différentes pénalisations associées à ce type de caractérisation et déjà explicitées dans la partie 4.3.2 peuvent être gardées.

Paramètres du GA Les paramètres sensibles pour ces modes sont aussi les mêmes que lors de la validation de l'algorithme sur le fantôme de composite 1-3, c'est à dire, c_{11}^E , c_{12}^E , c_{13}^E , c_{33}^E , e_{33} et ϵ_{33}^S pour la céramique PZ27 et c_{11} et c_{12} pour la résine epoxy. La base de données référence est celle fournie par Ferroperm [55] et les valeurs de \lim_{\inf} et \lim_{\sup} sont respectivement 0,01% et 100%. Les valeurs du constructeurs sont données dans le tableau 6.1 et ont déjà servi pour l'étude numérique des structures régulières. Les nombres de 200 individus évoluant sur 100 générations sont aussi gardés. L'élite contient 10 individus.

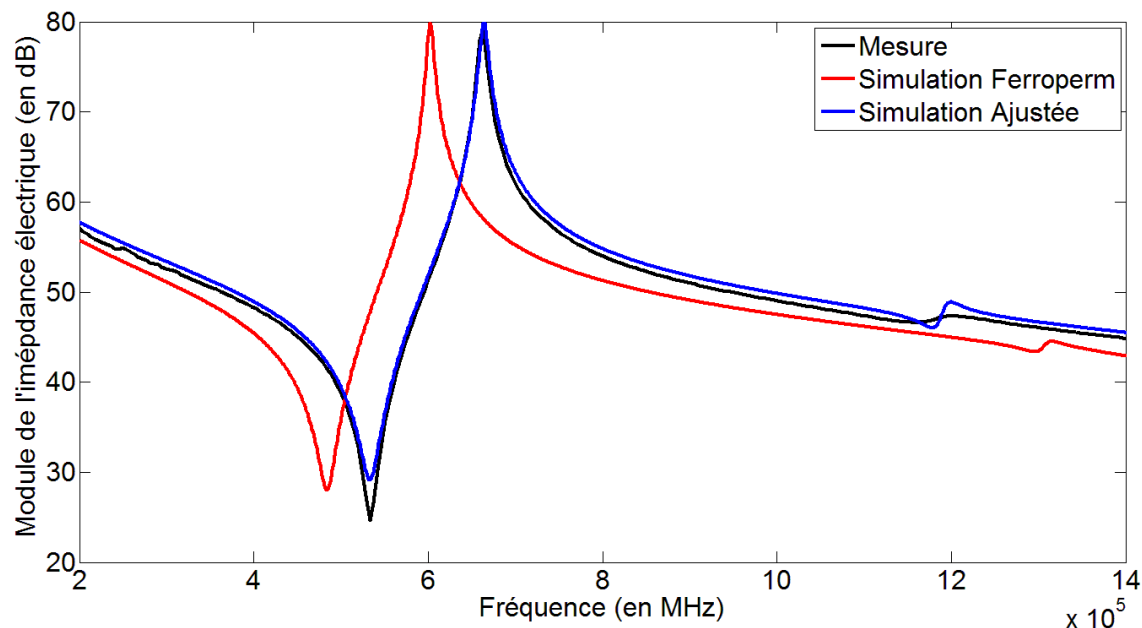


FIGURE 7.5 – Les courbes d'impédance électrique du composite C13PP et d'épaisseur 2,78 mm sont mesurée et simulées avec les données commerciales et ajustées.

7.2.2 Résultats

Impédance électrique La figure 7.5 montre les courbes d'impédance électrique du composite C13PP de 2,78 mm d'épaisseur mesurée, simulée avec les données Ferroperm et simulée avec les données ajustées par l'algorithme de caractérisation du chapitre 4. En caractérisant les phases directement en mode de fonctionnement, les écarts entre les fréquences d'anti-résonance et résonance du mode épaisseur simulé et du mode épaisseur mesuré diminuent de 49 kHz à moins de 0,1 kHz. Cependant, l'atout essentiel de cet algorithme de caractérisation est de pouvoir travailler sur plusieurs modes et le résultat apparaît ici en prévoyant le premier mode latéral à moins de 18 kHz de sa position réelle contre une différence de 139 kHz pour les données de Ferroperm. Les valeurs des constantes ajustées sont listées dans le tableau 7.1. Une grande variation est à noter pour la constante diélectrique $\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$ de la céramique mais, en général, c'est une des constantes les moins stables d'un échantillon à l'autre. La grande variation de la valeur de c_{12}^E vient sûrement de la difficulté à la mesurer par les méthodes standards [15]. Il est normal aussi de voir la valeur de la constante élastique de la résine varier énormément car c'est le paramètre le plus influent sur les caractéristiques du mode latéral. Or, la simulation avec les données commerciales prévoit une fréquence du 1^{er} mode latéral très éloignée de la réalité.

REA Les REA avec les données commerciales et ajustées sont maintenant calculées pour le C13PP d'épaisseur 2,78 mm et elles sont confrontées aux mesures faites avec le protocole décrit précédemment en *pulse-echo*. Les 3 courbes sont tracées sur la figure 7.6. Comme pour l'impédance électrique dans l'air, les données ajustées permettent de prévoir plus précisément les fréquences du mode épaisseur et du 1^{er} mode latéral. Cependant, la BP_{-6dB}

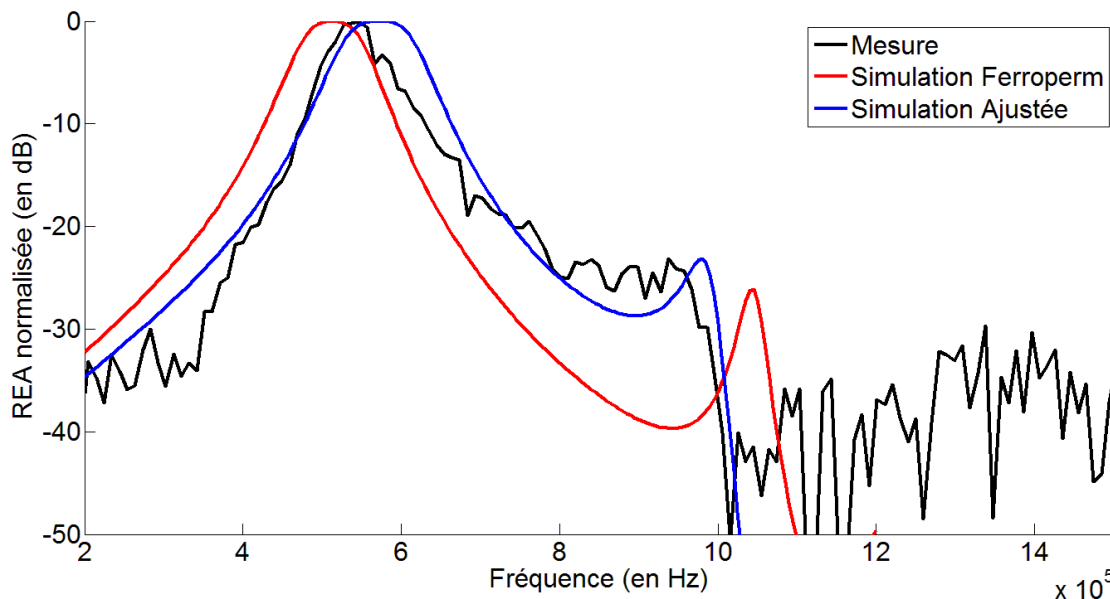


FIGURE 7.6 – Les REA normalisée du composite C13PP et d'épaisseur 2,78 mm sont mesurée, simulées avec les données Ferroperm et simulée avec les données ajustées.

semble être sur-évaluée lors des simulations par rapport à la mesure. Les mêmes comparaisons à de nouvelles épaisseurs permettront de confirmer ou d'infirmer cette tendance dans le paragraphe 7.3. La chute du niveau de la REA à la fréquence du 1^{er} latéral (1 MHz) prévue par la simulation a bien lieu lors de la mesure. L'ajustement des données, encore une fois, permet de prévoir avec une plus grande précision cette chute. Dans ce paragraphe, il a été montré que, grâce à l'algorithme de caractérisation du chapitre 4, les simulations sont en relativement bon accord avec les mesures d'impédance et de REA pour la position fréquentielle des modes. Elles sont désormais utilisées pour déterminer les épaisseurs de l'étude par amincissement.

7.3 Comparaison pseudo/régulier par amincissement

Cette section détaille la campagne de mesures des 3 échantillons C13GP, C13PP et C13Pse qui sont amincis d'une épaisseur de 2,78 mm à 1,11 mm et dont les réponses électroacoustiques sont mesurées à chaque nouvelle épaisseur. C'est exactement la démarche faite lors de l'étude numérique des structures régulières mais effectuée expérimentalement pour sa validation. La seule différence est l'ajout de la structure pseudo-périodique qui n'a pas pu être étudiée numériquement à cause de certaines limites de maillage imposées dans le code ATILA. Au total, 11 épaisseurs ont été choisies pour les mesures et leurs valeurs sont données dans le tableau 7.2. Le h/p limite pour des composites à base de céramique PZ27 et de résine epoxy a été trouvé pour une valeur de 1,25 (section 6.2.2). Pour ne pas perdre de temps, l'épaisseur de départ (2,78 mm) a été préférée pour positionner le C13GP à l'entrée de sa zone critique. En effet, pour cette épaisseur, son h/p vaut 1,42 alors que le C13PP est encore loin de la sienne ($h/p=2,18$). À chaque nouvelle épaisseur,

7.3. COMPARAISON PSEUDO/RÉGULIER PAR AMINCISSEMENT

TABLE 7.2 – Valeurs des épaisseurs choisies pour l’étude par amincissement avec les rapports h/p équivalents des structures régulières.

Épaisseur(mm)	2,78	2,6	2,5	2,4	2,2
h/p (C13GP/PP)	1,42/2,18	1,33/2,04	1,28/1,96	1,23/1,88	1,12/1,72
2	1,8	1,7	1,4	1,3	1,11
1,02/1,57	0,92/1,41	0,87/1,33	0,72/1,10	0,66/1,02	0,57/0,87

les échantillons sont repolarisés et de nouvelles électrodes d’or sont déposées.

7.3.1 Mesures et observations

La figure 7.7 représente les REA mesurées des composites C13GP, C13PP et C13Pse de seulement 9 épaisseurs pour une meilleure clarté. Elles ont été obtenues par *burst*-echo et ne sont pas normalisées pour apprécier le niveau de sensibilité. En effet, contrairement aux C13PP et C13Pse, le C13GP a des niveaux de sensibilité qui ne varient pas de façon monotone lors de l’amincissement. Une chute peut être observée pour l’épaisseur de 2,2 mm ($h/p=1,1$) avant de récupérer un bon niveau de sensibilité et de le perdre à nouveau à 1,4 mm. En plus d’une perte de sensibilité à cette dernière épaisseur, la forme de la REA n’est plus symétrique et s’éloigne d’une forme gaussienne. C’est aussi ce qu’il se passe pour le C13PP à partir de 1,4 mm alors que le C13Pse semble moins affecté.

Pour plus de précision, les valeurs de BP_{-6dB} , sensibilité en fréquence (valeur maximale de la REA) et du coefficient de couplage k_t sont données dans le tableau 7.3. Il est important de remarquer que le k_t du C13Pse est inférieur de 10% pour les premières épaisseurs même si l’écart se réduit durant l’amincissement. Les raisons de cette différence viennent très probablement d’une difficulté à polariser correctement cette nouvelle structure pseudo-périodique bien que la tension de polarisation de 2,5 kV/mm eut été la même pour les 3 composites à chaque nouvelle épaisseur. Le k_t étant mesuré sur l’impédance électrique, ses 3 dernières valeurs (de 1,4 mm à 1,11 mm), pour le C13GP, n’ont pas été retenues car le couplage entre le mode épaisseur et le mode latéral est trop important pour pouvoir en tirer des valeurs correctes. En revanche, les BP_{-6dB} pour ces mêmes épaisseurs ont été calculées mais vu les valeurs atteintes et les formes des REA, elles n’ont plus vraiment de sens. Les données de ce tableau sont essentiellement exploitées et discutées dans la section suivante. Sur les REA mesurées, les modes latéraux sont présents à 700 kHz pour le C13GP et 1 MHz pour le C13PP. La figure 7.8 a pour but de montrer les différences entre les fréquences du 1^{er} mode latéral simulées et mesurées pour les composites C13GP et C13PP. La fréquence prévue du mode latéral du C13PP est égale à celle mesurée. La comparaison de ces courbes à 1,7 mm complète la comparaison de la figure 7.6 pour le même composite mais à 2,78 mm. En effet, cela met en évidence que les propriétés des matériaux, durant l’amincissement, n’ont pas varié puisque, dans les deux cas, la simulation correspond fortement à la mesure sans ré-ajustement des caractéristiques. Néanmoins, pour le C13GP, la fréquence du mode latéral est moins bien évaluée avec une différence d’à peu près 40 kHz entre la simulation et la mesure. Les caractéristiques utilisées pour la simulation du C13GP sont les données

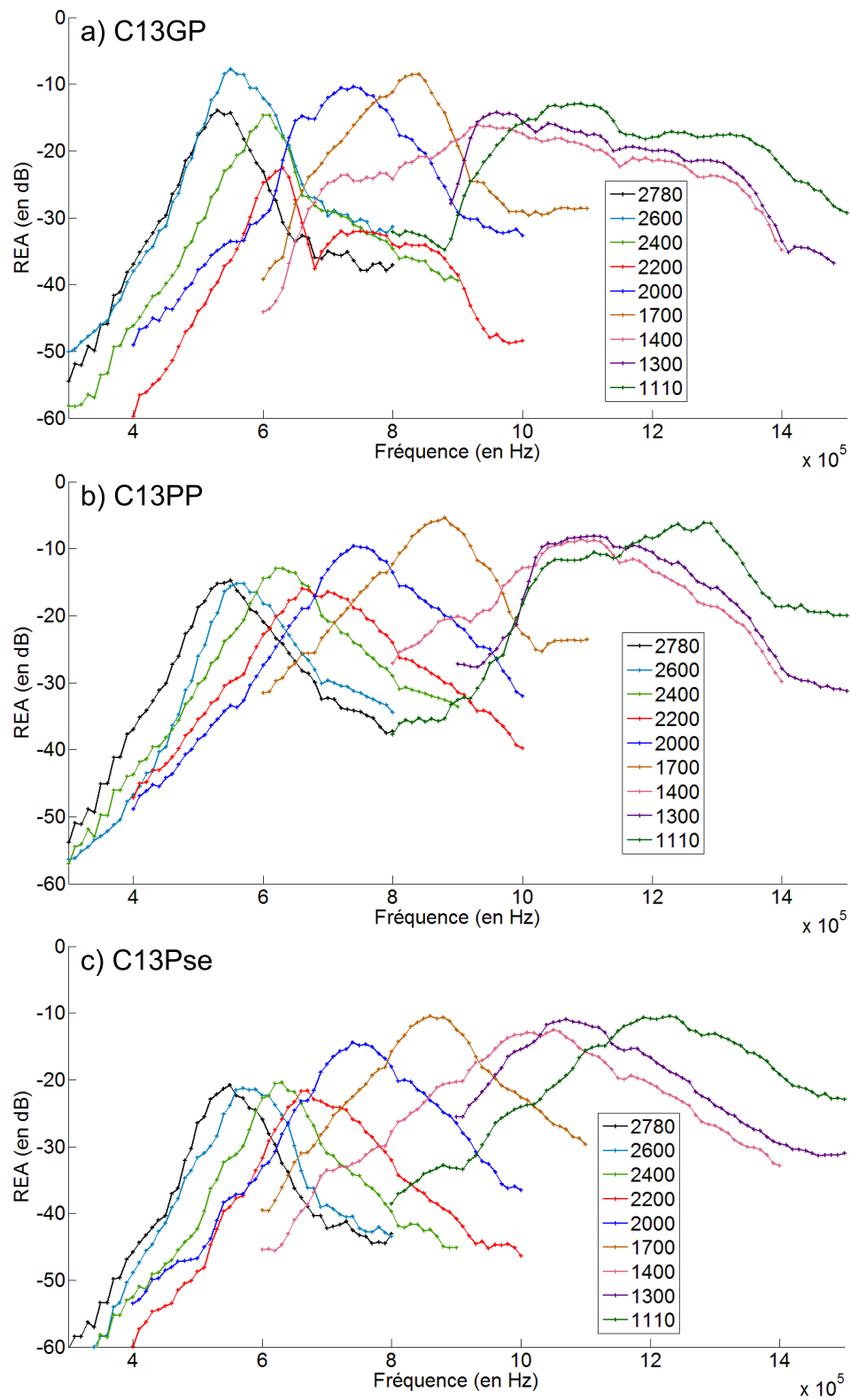


FIGURE 7.7 – REA mesurées par *burst*-echo, pour les échantillons a)C13GP, b)C13PP et c)C13Pse. Seulement 9 épaisseurs, exprimées en μm , sont représentées.

7.3. COMPARAISON PSEUDO/RÉGULIER PAR AMINCISSEMENT

TABLE 7.3 – Valeurs expérimentales des BP_{-6dB} , des sensibilités et des coefficients de couplage k_t pour les échantillons C13GP, C13PP et C13Pse pour les 11 épaisseurs.

Épaisseur	BP _{-6dB} (%)			Sensibilité (dB)			k_t (%)		
C13	GP	PP	Pse	GP	PP	Pse	GP	PP	Pse
2,78	16,41	19,3	19	-13,91	-14,75	-20,79	62,67	62,94	54,62
2,6	17,4	18,88	18,37	-7,77	-15,27	-21,26	64,27	63,72	55,8
2,5	12,37	18,76	13,29	-11,52	-12,37	-19,28	63,68	62,89	56,9
2,4	13,74	17,33	14,68	-14,69	-12,98	-20,41	63,52	62,86	58,48
2,2	11,12	24,28	20,28	-22,58	-16,17	-21,62	65,82	64,27	60,1
2	21,69	16,53	19,24	-10,32	-9,57	-14,36	66,2	64,4	61,26
1,8	18,6	18,97	19,8	-10,46	-6,33	-12,19	66,4	64,1	61,17
1,7	15,5	14,17	15,33	-8,51	-5,43	-10,48	67,27	64,1	62,2
1,4	33,7	22,14	21,47	-16,06	-8,61	-12,56	-	65,65	61,53
1,3	29,72	21,94	20,73	-14,22	-8,01	-10,94	-	64,65	62,32
1,11	34,02	25,04	22,32	-12,85	-6,13	-10,42	-	67,5	62,33

ajustées sur l'impédance électrique du C13PP (paragraphe 7.2). Cette différence sur les fréquences du mode latéral simulée et mesurée signifie manifestement qu'il aurait été peut-être nécessaire d'ajuster les caractéristiques pour le C13GP également.

Lors de l'amincissement, il semble qu'une épaisseur importante ait été manquée pour le C13PP. En effet, étant une structure régulière, elle doit théoriquement se comporter de la même manière que le C13GP mais à des fréquences plus élevées. Or, la forme de la REA du C13GP à 2,2 mm ne se retrouve pas dans les REA du C13PP. Au vu des prévisions de la fréquence du mode latéral à 1 MHz, cette forme de REA doit se trouver à des épaisseurs voisines de 1,6 mm. L'amincissement de 1,7 mm à 1,4 mm a donc été surestimé. De plus, la forme des REA à partir de 1,4 mm pour le C13PP perd l'aspect gaussien, ce qui confirme que le 1^{er} mode latéral a bien été dépassé.

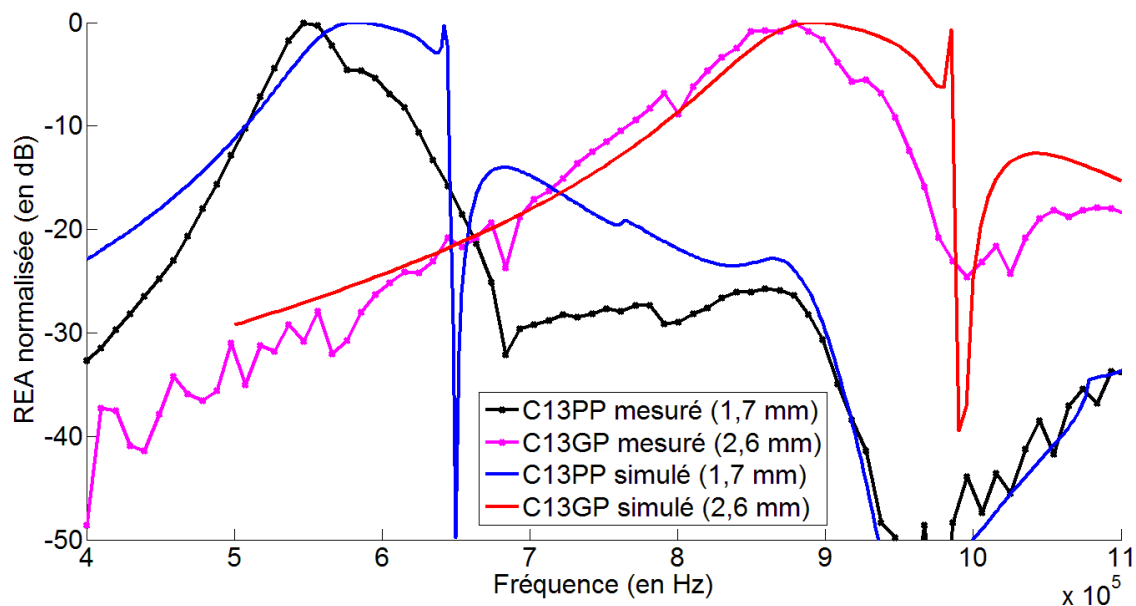


FIGURE 7.8 – REA mesurées et simulées pour les composites C13GP à 2,6 mm et C13PP à 1,7 mm.

7.3.2 Interprétation

Dans cette partie, les valeurs de BP_{-6dB} du tableau 7.3 sont reportées sur le graphe de la figure 7.9 pour les 3 composites. Au premier abord, il est difficile de dégager de ces mesures une tendance. C'est pour cela que les courbes obtenues par simulation de ces 3 structures sont superposées aux points expérimentaux. Des épaisseurs pour la courbe théorique du C13Pse sont absentes à cause des limites du code ATILA qui ne permet pas de respecter le critère de maillage pour ces faibles épaisseurs. Néanmoins, grâce à ces courbes, il est plus aisé de visualiser les variations des bandes passantes. Comme les courbes théoriques le montrent, l'allure des variations de BP pour le C13GP et C13PP sont très semblables avec uniquement un décalage en épaisseur.

Les 3 derniers points expérimentaux du C13GP (de 1,4 mm à 1,11 mm) sont très loin des valeurs simulées, confirmant la mise en garde faite précédemment sur le calcul de ces bandes passantes sur des REA aux allures inhabituelles. Le couplage des modes épaisseur et latéral doit donc détériorer la mesure. De manière générale, cette superposition entre les courbes théoriques et les valeurs expérimentales ne sert pas à confronter les valeurs de BP dans l'absolu. En effet, lors de l'ajustement des caractéristiques des matériaux, les pertes diélectriques et mécaniques n'ont pas été ajustées. C'est pour cela que les simulations sont précises sur la position fréquentielle des modes mais non sur les valeurs absolues de sensibilité ou de bande passante. Cela a d'ailleurs été déjà dit lorsque, pour l'épaisseur 2,78 mm du C13PP (figure 7.6), la bande passante était surestimée. Lorsque les 3 courbes théoriques sont comparées entre elles, les BP_{-6dB} du C13Pse sont plus stables que celles de ses deux équivalents réguliers. Alors que la courbe du C13GP, pour des épaisseurs autour de 2,35 mm, diminue fortement, celle du C13Pse reste constante. De même, autour de 1,7 mm, la courbe du C13PP baisse pendant que celle du C13Pse demeure constante.

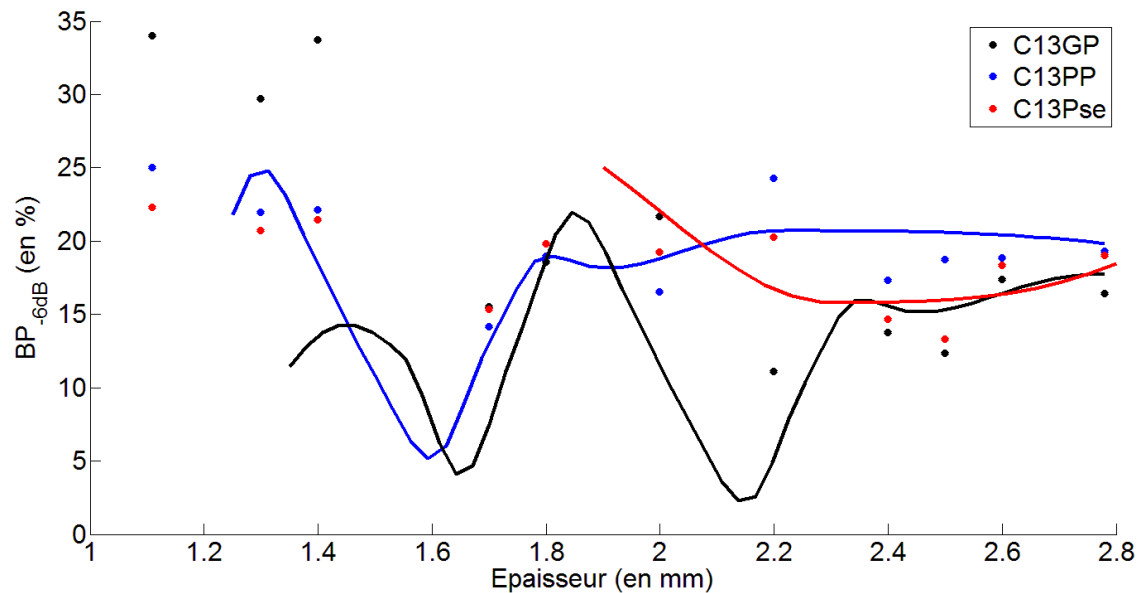


FIGURE 7.9 – Les bandes passantes à -6dB pour les composites C13GP, C13PP et C13Pse. Les points sont les valeurs expérimentales et les courbes sont les valeurs théoriques.

Ces observations faites pour les courbes théoriques peuvent être transposées sur les points expérimentaux puisque leurs variations semblent correspondre, à l'exception des épaisseurs qui amènent les fréquences des modes épaisseurs au-delà des fréquences des 1^{er} modes latéraux (au-deçà de 1,8 mm pour le C13GP et 1,3 mm pour le C13PP).

Une particularité intéressante est le niveau de sensibilité pour le C13GP à une épaisseur de 2,6 mm couplé à une bonne valeur de BP. Le C13GP possède, à ce moment là, la valeur de sensibilité la plus élevée des 3 composites alors qu'il se situe en entrée de zone critique. Cette augmentation de sensibilité est sûrement due à une interaction constructive entre le mode épaisseur et le mode latéral. Elle a été remarquée lors de simulations mais vu la ponctualité de ce phénomène par rapport aux grandes variations d'épaisseurs, il nous paraissait peu raisonnable d'essayer de l'obtenir. L'ayant probablement mesuré, ce phénomène pourrait être le sujet de nouvelles études.

7.3.3 Conclusion

La confrontation expérimentale des structures régulières et pseudo-périodique confirme les objectifs visés lors de la conception de cette nouvelle structure : l'amélioration de la bande passante. En effet, pour les valeurs de h/p critiques des structures régulières, la structure pseudo-périodique délivrent encore des valeurs de bande passante acceptables. Les chapitres 6 et 7 avaient pour but d'imaginer un composite piézoélectrique de connectivité 1-3 qui serait exempt des modes parasites que sont les modes latéraux. Pour ce faire, une structure brisant la périodicité et la plus simple possible a été retenue pour ses possibilités d'être modélisée, dans un premier temps, et fabriquée de façon simple, dans un second temps. Des mesures expérimentales ont été faites pour valider les attentes théoriques de

7.3. COMPARAISON PSEUDO/RÉGULIER PAR AMINCISSEMENT

cette nouvelle structure et se sont révélées concluantes. Le travail effectué durant cette thèse s'arrête là mais il serait intéressant de franchir l'étape suivante qui est l'intégration de ce nouveau composite dans un transducteur complet afin d'évaluer ses performances.

Bibliographie

- [1] B. Jaffe, "Piezoelectric Properties of Lead Zirconate-Lead Titanate Solid-Solution Ceramics," *Journal of Applied Physics*, vol. 25, no. 6, p. 809, 1954. Cité page 9
- [2] S.-E. Park and T. R. Shrout, "Ultrahigh strain and piezoelectric behavior in relaxor based ferroelectric single crystals," *Journal of Applied Physics*, vol. 82, no. 4, p. 1804, 1997. 2 citations pages 9 et 84
- [3] European Union, "EU-Directive 2002/96/EC," *Official Journal of European Union*, vol. 46, p. 19, 2003. Cité page 9
- [4] European Union, "EU-Directive 2002/96/EC," *Official Journal of European Union*, vol. 46, p. 24, 2003. Cité page 9
- [5] J. Rödel, W. Jo, K. T. P. Seifert, E.-M. Anton, T. Granzow, and D. Damjanovic, "Perspective on the Development of Lead-free Piezoceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 92, pp. 1153–1177, June 2009. 2 citations pages 9 et 39
- [6] P. Curie and J. Curie, "Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémiedres à faces inclinées," *Bulletin de la Société minéralogique de France*, vol. 3, pp. 90–93, 1880. Cité page 13
- [7] D. Brewster, "Observations of the pyro-electricity of minerals," *The Edinburgh Journal of Science*, vol. 1, pp. 208–215, 1824. Cité page 13
- [8] E. Klein, "Some Background History of Ultrasonics," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 20, no. 5, p. 601, 1948. Cité page 13
- [9] M. Brissaud, *Matériaux piézoélectriques*. Presses Polytechniques et Universitaires Romande, 1ère édit. ed., 2007. Cité page 14
- [10] J. Valasek, "Piezo-Electric and Allied Phenomena in Rochelle Salt," *Physical Review*, vol. 17, pp. 475–481, Apr. 1921. Cité page 14
- [11] M. Davidson and G. Lofgren, "Photomicrography in the geological sciences," *Journal of Geological Education*, vol. 39, pp. 403–422, 1991. Cité page 14
- [12] O. Hubert, "Sciences des matériaux." 2013. Cité page 15
- [13] T. Ikeda, *Fundamentals of Piezoelectricity*. 1996. 10 citations pages 15, 16, 17, 20, 22, 23, 58, 59, 73, et 77
- [14] D. Royer and E. Dieulesaint, *Elastic Waves in Solids I : Free and Guided Propagation*. Springer-Verlag Berlin, 1999. 4 citations pages 16, 19, 23, et 88
- [15] ANSI/IEEE Standard on Piezoelectricity, "Publication and Proposed Revision of ANSI/IEEE Standard 176-1987 "ANSI/IEEE Standard on Piezoelectricity", " *IEEE*

BIBLIOGRAPHIE

- Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 43, p. 717, Sept. 1996. 9 citations pages 20, 22, 24, 34, 69, 70, 72, 74, et 124
- [16] W. Mason, *Physical acoustics*. 1964. Cité page 22
- [17] D. Berlincourt, D. Curran, and H. Jaffe, *Physical Acoustics - Principles and Methods*. w.p. mason ed., 1964. 4 citations pages 23, 58, 77, et 88
- [18] R. Krimholtz, D. Leedom, and G. Matthaei, "New equivalent circuits for elementary piezoelectric transducers," *Electronics Letters*, vol. 6, no. 13, p. 398, 1970. 2 citations pages 25 et 92
- [19] C. Desilets, J. Fraser, and G. Kino, "The design of efficient broad-band piezoelectric transducers," *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, vol. 25, pp. 115–125, May 1978. Cité page 29
- [20] R. E. Newnham, D. P. Skinner, and L. E. Cross, "CONNECTIVITY AND PIEZOELECTRIC-PYROELECTRIC COMPOSITES," *Materials Research Bulletin*, vol. 13, no. 5, pp. 525–536, 1978. Cité page 31
- [21] S. Degraeve, *Cristaux phononiques accordables*. PhD thesis, Université Lille 1, 2013. Cité page 32
- [22] Y. Jiang, C. E. M. Demore, C. Meggs, C. Dunare, T. Stevenson, J. Bamber, S. Cochran, and T. W. Button, "Micro-moulded randomised piezocomposites for high frequency ultrasound imaging," in *2012 IEEE International Ultrasonics Symposium*, pp. 1–4, IEEE, Oct. 2012. 3 citations pages 33, 37, et 38
- [23] W. A. Smith and B. A. Auld, "Modeling 1-3 composite piezoelectrics : thickness-mode oscillations," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 38, pp. 40–7, Jan. 1991. 2 citations pages 33 et 59
- [24] F. Levassort, *Modélisation, réalisation et caractérisation de composites piézoélectriques de connectivité 0-3 pour la transduction ultrasonore*. PhD thesis, Université François-Rabelais de Tours, Tours, 1996. 2 citations pages 33 et 38
- [25] H. Savakus, K. Klicker, and R. Newnham, "PZT-epoxy piezoelectric transducers : A simplified fabrication procedure," *Materials Research Bulletin*, vol. 16, pp. 677–680, June 1981. 2 citations pages 33 et 41
- [26] S. A. J. P. M. I. John W. Sliwa, Jr., "Method for making piezoelectric composites," 1993. Cité page 34
- [27] L. J. Bowen, "Injection molding polymer-ceramic mixture, heating released body, sintering," 1993. Cité page 34
- [28] R. Liu, K. A. Harasiewicz, and F. S. Foster, "Interdigital pair bonding for high frequency (20-50 MHz) ultrasonic composite transducers," *Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on*, vol. 48, no. 1, pp. 299–306, 2001. 2 citations pages 34 et 37
- [29] R. Farlow, W. Galbraith, M. Knowles, and G. Hayward, "Micromachining of a piezocomposite transducer using a copper vapor laser," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 48, pp. 639–640, May 2001. Cité page 34
- [30] J. Zola, "Method for fabricating composite transducers," 1985. Cité page 34

- [31] W. Smith, "The role of piezocomposites in ultrasonic transducers," in *Proceedings., IEEE Ultrasonics Symposium*, pp. 755–766, IEEE, 1989. Cité page 34
- [32] F. Wang, C. He, Y. Tang, X. Zhao, and H. Luo *Materials Chemistry and Physics*, vol. 105, pp. 273–277, Oct. 2007. Cité page 34
- [33] M. P. Thi, A.-C. Hladky-Hennion, H. L. Khanh, L.-P. Tran-Huu-Hue, M. Lethiecq, and F. Levassort, "Large area 0-3 and 1-3 piezoelectric composites based on single crystal PMN-PT for transducer applications," *Physics Procedia*, vol. 3, pp. 897–904, Jan. 2010. 2 citations pages 34 et 108
- [34] K. S. Ramadan, D. Sameoto, and S. Evoy, "A review of piezoelectric polymers as functional materials for electromechanical transducers," *Smart Materials and Structures*, vol. 23, p. 033001, Mar. 2014. Cité page 35
- [35] T. R. Gururaja, W. A. Schulze, L. E. Cross, R. E. Newnham, B. A. Auld, and Y. J. Wang, "PIEZOELECTRIC COMPOSITE-MATERIALS FOR ULTRASONIC TRANSDUCER APPLICATIONS .1. RESONANT MODES OF VIBRATION OF PZT ROD POLYMER COMPOSITES," *Ieee Transactions on Sonics and Ultrasonics*, vol. 32, no. 4, pp. 481–498, 1985. Cité page 35
- [36] B. A. Auld and Y. Wang, "Acoustic Wave Vibrations in Periodic Composite Plates," in *IEEE 1984 Ultrasonics Symposium*, pp. 528–532, 1984. Cité page 35
- [37] D. Certon, O. Casula, F. Patat, and D. Royer, "Theoretical and experimental investigations of lateral modes in 1-3 piezocomposites," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 44, pp. 643–651, May 1997. Cité page 36
- [38] M. Yamaguchi, K. Y. Hashimoto, and H. Makita, "Finite Element Method Analysis of Dispersion Characteristics for 1-3 Type Piezoelectric Composites," in *IEEE 1987 Ultrasonics Symposium*, pp. 657–662, 1987. Cité page 36
- [39] J. A. Hossack and G. Hayward, "FINITE-ELEMENT ANALYSIS OF 1-3 COMPOSITE TRANSDUCERS," *Ieee Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 38, no. 6, pp. 618–629, 1991. 2 citations pages 36 et 37
- [40] 3 citations pages 36, 102, et 106
- [41] G. Hayward and J. Bennett, "Assessing the influence of pillar aspect ratio on the behavior of 1-3 connectivity composite transducers," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 43, pp. 98–108, Jan. 1996. 5 citations pages 36, 103, 105, 106, et 107
- [42] J. Hossack, B. Auld, and H. Batha, "Techniques for suppressing spurious resonant modes in 1 :3 composite transducers," in *IEEE 1991 Ultrasonics Symposium*, pp. 651–655, IEEE. Cité page 37
- [43] J. A. Brown, E. Cherin, J. H. Yin, and F. S. Foster, "Fabrication and Performance of High-Frequency Composite Transducers with Triangular-Pillar Geometry," *Ieee Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 56, no. 4, pp. 827–836, 2009. Cité page 37
- [44] J. Yin, M. Lee, J. Brown, E. Cherin, and F. Foster, "Effect of triangular pillar geometry on high- frequency piezocomposite transducers," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 57, pp. 957–68, Apr. 2010. Cité page 37

- [45] H.-C. Yang, J. Cannata, J. Williams, and K. K. Shung, "Crosstalk reduction for high-frequency linear-array ultrasound transducers using 1-3 piezocomposites with pseudo-random pillars," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 59, pp. 2312–21, Oct. 2012. 2 citations pages 37 et 38
- [46] G. Harvey, A. Gachagan, J. W. Mackersie, and R. Banks, "P2O-2 Exploring the Advantages of a Random 1-3 Connectivity Piezocomposite Structure Incorporating Piezoelectric Fibres as the Active Element," in *2006 IEEE Ultrasonics Symposium*, pp. 1903–1906, IEEE, 2006. 2 citations pages 37 et 38
- [47] T. Tani, "Origin of texture development in barium bismuth titanate prepared by the templated grain growth method," *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 32, pp. 1217–1220, 1998. Cité page 38
- [48] E. Suvaci, K.-S. Oh, and G. Messing, "Kinetics of template growth in alumina during the process of templated grain growth (TGG)," *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 2075–2081, June 2001. Cité page 38
- [49] S. Li, L. Zheng, W. Jiang, R. Sahul, V. Gopalan, and W. Cao, "Characterization of full set material constants of piezoelectric materials based on ultrasonic method and inverse impedance spectroscopy using only one sample," *Journal of Applied Physics*, vol. 114, p. 104505, Sept. 2013. 3 citations pages 39, 84, et 95
- [50] T. R. Shrout and S. J. Zhang, "Lead-free piezoelectric ceramics : Alternatives for PZT?," *Journal of Electroceramics*, vol. 19, pp. 113–126, Feb. 2007. Cité page 39
- [51] E. Aksel and J. L. Jones, "Advances in lead-free piezoelectric materials for sensors and actuators," *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 10, pp. 1935–54, Jan. 2010. Cité page 39
- [52] A. von Hippel, "Ferroelectricity, Domain Structure, and Phase Transitions of Barium Titanate," *Reviews of Modern Physics*, vol. 22, pp. 221–237, July 1950. Cité page 39
- [53] G. Smolenskii, V. Isupov, A. Agranovskaya, and N. Krainik, "New Ferroelectrics of Complex Composition. IV," *Soviet Physics - Solid State*, vol. 2, pp. 2651 – 2654, 1961. 2 citations pages 39 et 40
- [54] B. Matthias and J. Remeika, "Dielectric Properties of Sodium and Potassium Niobates," *Physical Review*, vol. 82, pp. 727–729, June 1951. Cité page 39
- [55] MEGGITT, "<http://www.ferroperm-piezo.com/>." 6 citations pages 40, 42, 62, 63, 77, et 123
- [56] Y. Saito, H. Takao, T. Tani, T. Nonoyama, K. Takatori, T. Homma, T. Nagaya, and M. Nakamura, "Lead-free piezoceramics," *Nature*, vol. 432, pp. 84–7, Nov. 2004. Cité page 40
- [57] J. Suchanicz, A. JeŹijowski, and R. Poprawski, "Low-Temperature Thermal and Dielectric Properties of Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃," *physica status solidi (a)*, vol. 169, pp. 209–215, Oct. 1998. Cité page 40
- [58] Y. Hiruma, H. Nagata, and T. Takenaka, "Grain-Size Effect on Electrical Properties of (Bi 1/2 K 1/2)TiO 3 Ceramics," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 46, pp. 1081–1084, Mar. 2007. Cité page 40
- [59] W. Liu and X. Ren, "Large Piezoelectric Effect in Pb-Free Ceramics," *Physical Review Letters*, vol. 103, p. 257602, Dec. 2009. Cité page 40

- [60] M. M. Hejazi, B. Jadidian, and A. Safari, "Fabrication and evaluation of a single-element $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ -based ultrasonic transducer.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 59, pp. 1840–7, Aug. 2012.
3 citations pages 40, 42, et 45
- [61] N. F. Foster, "ZINC OXIDE FILM TRANSDUCERS," *Applied Physics Letters*, vol. 8, no. 9, p. 221, 1966.
Cité page 40
- [62] D. B. Fraser, "Lithium Niobate : A High-Temperature Piezoelectric Transducer Material," *Journal of Applied Physics*, vol. 37, no. 10, p. 3853, 1966.
Cité page 40
- [63] H. Kawai, "The Piezoelectricity of Poly (vinylidene Fluoride)," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 8, pp. 975–976, July 1969.
Cité page 40
- [64] E. Sun and W. Cao, "Relaxor-based ferroelectric single crystals : growth, domain engineering, characterization and applications.," *Progress in materials science*, vol. 65, pp. 124–210, Aug. 2014.
Cité page 41
- [65] D. Lin and K. W. Kwok, "Piezoelectric Properties of $\text{K}_{0.47}\text{Na}_{0.47}\text{Li}_{0.06}\text{NbO}_3$ - NaSbO_3 Lead-Free Ceramics for Ultrasonic Transducer Applications," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 8, pp. 684–690, May 2011.
3 citations pages 41, 42, et 45
- [66] J. M. Cannata, J. A. Williams, Q. F. Zhou, L. Sun, K. K. Shung, H. Yu, and E. S. Kim, "Self-focused ZnO transducers for ultrasonic biomicroscopy.," *Journal of applied physics*, vol. 103, pp. 84109–841094, Apr. 2008.
2 citations pages 41 et 45
- [67] X. Yan, K. H. Lam, X. Li, R. Chen, W. Ren, X. Ren, Q. Zhou, and K. K. Shung, "Lead-free intravascular ultrasound transducer using BZT-50BCT ceramics.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 60, pp. 1272–6, July 2013.
2 citations pages 42 et 45
- [68] G. Edwards, S. Choy, H. Chan, D. Scott, and A. Batten, "Lead-free transducer for non-destructive evaluation," *Applied Physics A*, vol. 88, pp. 209–215, Apr. 2007.
2 citations pages 42 et 45
- [69] S. T. F. Lee, K. H. Lam, X. M. Zhang, and H. L. W. Chan, "High-frequency ultrasonic transducer based on lead-free BSZT piezoceramics.," *Ultrasonics*, vol. 51, pp. 811–4, Oct. 2011.
2 citations pages 42 et 45
- [70] X. Yan, H. Ji, K. H. Lam, R. Chen, F. Zheng, W. Ren, Q. Zhou, and K. K. Shung, "Lead-free BNT composite film for high-frequency broadband ultrasonic transducer applications.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 60, pp. 1533–7, July 2013.
2 citations pages 42 et 45
- [71] S. Lau, X. Li, Q. Zhou, K. Shung, J. Ryu, and D.-S. Park, "Aerosol-deposited $\text{KNN}\text{--}\text{LSO}$ lead-free piezoelectric thick film for high frequency transducer applications," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 163, pp. 226–230, Sept. 2010.
2 citations pages 42 et 45
- [72] M.-R. Yang, S.-Y. Chu, and C.-C. Tsai, "An ultrasonic therapeutic transducers using lead-free $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3\text{--}\text{CuNb}_2\text{O}_6$ ceramics," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 507, pp. 433–438, Oct. 2010.
Cité page 42

- [73] D. W. Wu, R. M. Chen, Q. F. Zhou, D. M. Lin, H. L. W. Chan, and K. K. Shung, "P6H-6 Lead-Free Piezoelectric Ceramics for High-Frequency Ultrasound Transducers," in *2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings*, pp. 2590–2593, IEEE, Oct. 2007. *2 citations pages 42 et 45*
- [74] D. W. Wu, R. M. Chen, Q. F. Zhou, K. K. Shung, D. M. Lin, and H. L. W. Chan, "Lead-free KNLNT piezoelectric ceramics for high-frequency ultrasonic transducer application.," *Ultrasonics*, vol. 49, pp. 395–8, Mar. 2009. *2 citations pages 42 et 45*
- [75] A. Safari, M. Abazari, K. Kerman, N. Marandian-Hagh, and E. K. Akdoğan, "(K0.44,Na0.52,Li0.04)(Nb0.84,Ta0.10,Sb0.06)O3 ferroelectric ceramics.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 56, pp. 1586–94, Aug. 2009. *2 citations pages 42 et 45*
- [76] N. M. Hagh, B. Jadidian, E. Ashbahian, and A. Safari, "Lead-free piezoelectric ceramic transducer in the donor-doped K1/2Na1/2NbO3 solid solution system.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 55, pp. 214–24, Jan. 2008. *2 citations pages 42 et 45*
- [77] B. Jadidian, N. M. Hagh, A. A. Winder, and A. Safari, "25 MHz ultrasonic transducers with lead-free piezoceramic, 1-3 PZT fiber-epoxy composite, and PVDF polymer active elements.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 56, pp. 368–78, Mar. 2009. *2 citations pages 42 et 45*
- [78] S. T. Lau, H. F. Ji, X. Li, W. Ren, Q. Zhou, and K. K. Shung, "KNN/BNT composite lead-free films for high-frequency ultrasonic transducer applications.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 58, pp. 249–54, Jan. 2011. *2 citations pages 42 et 45*
- [79] N. Kari, T. Ritter, S. Park, T. Shrout, and K. Shung, "Investigation of potassium niobate as an ultrasonic transducer material," in *2000 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium (Cat. No.00CH37121)*, vol. 2, pp. 1065–1068, IEEE. *3 citations pages 42, 43, et 45*
- [80] Y. Chen, X. P. Jiang, H. S. Luo, J. Y. Dai, and H. L. W. Chan, "High-frequency ultrasonic transducer fabricated with lead-free piezoelectric single crystal.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 57, pp. 2601–4, Dec. 2010. *2 citations pages 42 et 45*
- [81] A. Jakob, M. Bender, T. Knoll, R. Lemor, M. Bender, T. Lehnert, M. Koch, M. Veith, Q. Zhou, B. P. Zhu, J. X. Han, and K. K. Shung, "Comparison of different piezoelectric materials for GHz acoustic microscopy transducers," in *2009 IEEE International Ultrasonics Symposium*, pp. 1722–1725, IEEE, Sept. 2009. *2 citations pages 42 et 45*
- [82] Boston Piezo-optics Incorporation, <http://bostonpiezooptics.com/>. Bellingham, MA. *Cité page 42*
- [83] J. S. Jeong and K. K. Shung, "Improved fabrication of focused single element P(VDF-TrFE) transducer for high frequency ultrasound applications.," *Ultrasonics*, vol. 53, pp. 455–8, Mar. 2013. *2 citations pages 42 et 45*
- [84] D. Y. Wang, K. Li, and H. L. W. Chan, "High frequency 1-3 composite transducer fabricated using sol-gel derived lead-free BNT fibers," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 114, pp. 1–6, Aug. 2004. *3 citations pages 41, 43, et 45*

- [85] M. Zgonik, R. Schlessner, I. Biaggio, E. Voit, J. Tscherry, and P. Günter, "Materials constants of KNbO₃ relevant for electro- and acousto-optics," *Journal of Applied Physics*, vol. 74, no. 2, p. 1287, 1993. 5 citations pages 43, 71, 84, 88, et 90
- [86] K. Nakamura and Y. Kawamura, "Orientation dependence of electromechanical coupling factors in KNbO₃," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 47, pp. 750–5, Jan. 2000. 7 citations pages 43, 71, 86, 88, 89, 90, et 95
- [87] K. Nakamura, T. Tokiwa, and Y. Kawamura, "Domain structures in KNbO₃ crystals and their piezoelectric properties," *Journal of Applied Physics*, vol. 91, no. 11, p. 9272, 2002. 3 citations pages 43, 71, et 95
- [88] Z.-Y. Shen, J.-F. Li, R. Chen, Q. Zhou, and K. K. Shung, "Microscale 1-3-Type (Na,K)NbO₃-Based Pb-Free Piezocomposites for High-Frequency Ultrasonic Transducer Applications," *Journal of the American Ceramic Society. American Ceramic Society*, vol. 94, pp. 1346–1349, May 2011. 2 citations pages 43 et 45
- [89] D. Zhou, K. H. Lam, Y. Chen, Q. Zhang, Y. C. Chiu, H. Luo, J. Dai, and H. L. W. Chan, "Lead-free piezoelectric single crystal based 1-3 composites for ultrasonic transducer applications," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 182, pp. 95–100, Aug. 2012. 2 citations pages 43 et 45
- [90] W. K. Tam, K. W. Kwok, J. T. Zeng, and H. L. W. Chan, "Fabrication of textured BNKLT ceramics by Reactive Templated Grain Growth using NBT templates," in *2007 Sixteenth IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*, pp. 670–672, IEEE, May 2007. Cité page 43
- [91] K. Snook, C. Alves, J. Cannata, R. Meyer, T. Ritter, and K. Shung, "Design, fabrication, and evaluation of high frequency, single-element transducers incorporating different materials," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 49, pp. 169–176, Feb. 2002. 2 citations pages 44 et 45
- [92] J. Ketterling, O. Aristizabal, and D. Turnbull, "High-frequency piezopolymer transducers with a copper-clad polyimide backing layer," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 53, pp. 1376–1380, July 2006. 2 citations pages 44 et 45
- [93] W. K. Tam, *Study of lead-free piezoelectric ceramics for transducer applications*. PhD thesis, Hong Kong Polytechnic University, 2008. 2 citations pages 44 et 45
- [94] K. H. Lam, H. F. Ji, F. Zheng, W. Ren, Q. Zhou, and K. K. Shung, "Development of lead-free single-element ultrahigh frequency (170-320MHz) ultrasonic transducers," *Ultrasonics*, vol. 53, pp. 1033–8, July 2013. Cité page 45
- [95] J. Cannata, T. Ritter, R. Silverman, and K. Shung, "Design of efficient, broadband single-element (20-80 MHz) ultrasonic transducers for medical imaging applications," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 50, pp. 1548–1557, Nov. 2003. Cité page 45
- [96] J. Cannata, V. Marmarelis, and K. Shung, "Half-thickness inversion layer high-frequency ultrasonic transducers using LiNbO₃/sub 3/ single crystal," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 52, pp. 127–133, Jan. 2005. Cité page 45

- [97] Q. F. Zhou, C. Sharp, J. M. Cannata, K. K. Shung, G. H. Feng, and E. S. Kim, “Self-focused high frequency ultrasonic transducers based on ZnO piezoelectric films,” *Applied Physics Letters*, vol. 90, no. 11, p. 113502, 2007. *Cité page 45*
- [98] H. H. Kim, J. M. Cannata, R. Liu, J. H. Chang, R. H. Silverman, and K. K. Shung, “20 MHz/40 MHz dual element transducers for high frequency harmonic imaging,” *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 55, pp. 2683–91, Dec. 2008. *2 citations pages 45 et 46*
- [99] J. Ketterling, O. Aristizabal, D. Turnbull, and F. Lizzi, “Design and fabrication of a 40-MHz annular array transducer,” *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 52, pp. 672–681, Apr. 2005. *Cité page 45*
- [100] J. H. Holland, *Adaptation in Natural and Artificial Systems*. 1975. *Cité page 49*
- [101] IEMN département ISEN, “ATILA 6.0.0,” 2005. *3 citations pages 49, 56, et 99*
- [102] T. Weise, *Global Optimization Algorithms - Theory and Application*. Self-Published, second ed., June 26, 2009. Online available at <http://www.it-weise.de/>. *Cité page 50*
- [103] J. C. Lagarias, J. A. Reeds, M. H. Wright, and P. E. Wright, “Convergence Properties of the Nelder–Mead Simplex Method in Low Dimensions,” *SIAM Journal on Optimization*, vol. 9, pp. 112–147, Jan. 1998. *2 citations pages 50 et 51*
- [104] The MathWorks Inc., *MATLAB and Global Optimization Toolbox Release 2012a*. The MathWorks Inc., Natick, Massachusetts, United States, 2012. *4 citations pages 50, 51, 55, et 56*
- [105] J. Nelder and R. Mead, “A simplex method for function minimization,” *Computer Journal*, vol. 7, no. 4, pp. 308–313, 1965. *Cité page 50*
- [106] S. Kirkpatrick, C. D. Gelatt, and M. P. Vecchi, “Optimization by simulated annealing,” *Science (New York, N.Y.)*, vol. 220, pp. 671–80, May 1983. *Cité page 52*
- [107] Z. Michalewicz, *Genetic Algorithms + Data Structures = Evolution Programs*. 3ème ed., 1996. *3 citations pages 53, 56, et 84*
- [108] D. E. Goldberg, *Genetic Algorithms in Search, Optimization and Machine Learning*. 1st ed., 1989. *Cité page 55*
- [109] A. H. Wright, “Genetic Algorithms for Real Parameter Optimization,” *Foundations of genetic algorithms*, pp. 205–218, 1991. *Cité page 55*
- [110] K. Deep, K. P. Singh, M. Kansal, and C. Mohan, “A real coded genetic algorithm for solving integer and mixed integer optimization problems,” *Applied Mathematics and Computation*, vol. 212, pp. 505–518, June 2009. *Cité page 55*
- [111] K. Deep and M. Thakur, “A new mutation operator for real coded genetic algorithms,” *Applied Mathematics and Computation*, vol. 193, pp. 211–230, Oct. 2007. *2 citations pages 55 et 56*
- [112] V. I. Aleshin and I. P. Raevski, “Negative Poisson’s ratio and piezoelectric anisotropy of tetragonal ferroelectric single crystals,” *Journal of Applied Physics*, vol. 112, no. 11, p. 114101, 2012. *Cité page 58*
- [113] V. I. Aleshin and I. P. Raevski, “Piezoelectric anisotropy of orthorhombic ferroelectric single crystals,” *Journal of Applied Physics*, vol. 113, no. 22, p. 224105, 2013. *2 citations pages 58 et 84*

BIBLIOGRAPHIE

- [114] Y. I. Sirotnin and M. Shaskol'skaya, *Fundamentals of crystal physics*. Moscow : Mir Publishers Miscow, 1982. Cité page 58
- [115] F. Levassort, M. Lethiecq, D. Certon, and F. Patat, "A matrix method for modeling electroelastic moduli of 0-3 piezo-composites.," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 44, pp. 445–52, Jan. 1997. Cité page 59
- [116] McGrawHill, *American Institute of Physics Handbook*. 2ème édité ed., 1963. 2 citations pages 62 et 63
- [117] V. Yu. Topolov and C. R. Bowen, "Inconsistencies of the complete sets of electromechanical constants of relaxor-ferroelectric single crystals," *Journal of Applied Physics*, vol. 109, no. 9, p. 094107, 2011. 2 citations pages 69 et 79
- [118] L. Katz and H. D. Megaw, "The structure of potassium niobate at room temperature : the solution of a pseudosymmetric structure by Fourier methods," *Acta Crystallographica*, vol. 22, pp. 639–648, May 1967. Cité page 71
- [119] S. D. Phatak, R. C. Srivastava, and E. C. Subbarao, "Elastic constants of orthorhombic KNbO₃ by X-ray diffuse scattering," *Acta Crystallographica Section A*, vol. 28, pp. 227–231, May 1972. Cité page 71
- [120] E. Wiesendanger, "Dielectric, mechanical and optical properties of orthorhombic KNbO₃," *Ferroelectrics*, vol. 6, pp. 263–281, Jan. 1973. Cité page 71
- [121] T. Fukuda, H. Hirano, Y. Uematsu, and T. Ito, "Dielectric Constant of Orthorhombic KNbO₃ Single Domain Crystal," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 13, pp. 1021–1022, June 1974. Cité page 71
- [122] M. Davis, N. Klein, D. Damjanovic, N. Setter, A. Gross, V. Wesemann, S. Vernay, and D. Rytz, "Large and stable thickness coupling coefficients of [001]_C-oriented KNbO₃ and Li-modified (K,Na)NbO₃ single crystals," *Applied Physics Letters*, vol. 90, no. 6, p. 062904, 2007. 2 citations pages 71 et 95
- [123] FEE, "FEE," 2014. Cité page 71
- [124] L. Zheng, X. Huo, R. Wang, J. Wang, W. Jiang, and W. Cao, "Large size lead-free (Na,K)(Nb,Ta)O₃ piezoelectric single crystal : growth and full tensor properties," *CrystEngComm*, vol. 15, no. 38, p. 7718, 2013. 3 citations pages 72, 79, et 86
- [125] S. Zhu, B. Jiang, and W. Cao, "Characterization of piezoelectric materials using ultrasonic and resonant techniques," in *1998 SPIE Medical Imaging* (K. K. Shung, ed.), (San Diego), pp. 154–162, May 1998. Cité page 72
- [126] W. Jiang, R. Zhang, B. Jiang, and W. Cao, "Characterization of piezoelectric materials with large piezoelectric and electromechanical coupling coefficients," *Ultrasonics*, vol. 41, pp. 55–63, mar 2003. Cité page 77
- [127] B. Jaffe, W. R. Cook, and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics*. New York : Academic Press Incorporation, 1971. Cité page 77
- [128] C. Bantignies, E. Filoux, P. Mauchamp, R. Dufait, M. Pham Thi, R. Rouffaud, J. Gregoire, and F. Levassort, "Lead-free high-frequency linear-array transducer (30 MHz) for in vivo skin imaging," in *2013 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, pp. 785–788, IEEE, July 2013. Cité page 77

- [129] E. Hollenstein, *Preparation and properties of KNbO₃-based piezoelectric ceramics*. PhD thesis, École polytechnique fédérale de Lausanne EPFL, 2007. *Cité page 77*
- [130] M. Kim, J. Kim, and W. Cao, “Aspect ratio dependence of electromechanical coupling coefficient of piezoelectric resonators,” *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 13, p. 132901, 2005. *Cité page 77*
- [131] F. Wang, L. Luo, D. Zhou, X. Zhao, and H. Luo, “Complete set of elastic, dielectric, and piezoelectric constants of orthorhombic 0.71Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.29PbTiO₃ single crystal,” *Applied Physics Letters*, vol. 90, no. 21, p. 212903, 2007. *2 citations pages 79 et 86*
- [132] H. Cao, V. H. Schmidt, R. Zhang, W. Cao, and H. Luo, “Elastic, piezoelectric, and dielectric properties of 0.58Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.42PbTiO₃ single crystal,” *Journal of Applied Physics*, vol. 96, no. 1, p. 549, 2004. *2 citations pages 79 et 86*
- [133] R. G. Leisure and F. A. Willis, “Resonant ultrasound spectroscopy,” *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 9, pp. 6001–6029, July 1997. *2 citations pages 84 et 95*
- [134] H. Ogi, Y. Kawasaki, M. Hirao, and H. Ledbetter, “Acoustic spectroscopy of lithium niobate : Elastic and piezoelectric coefficients,” *Journal of Applied Physics*, vol. 92, no. 5, p. 2451, 2002. *2 citations pages 84 et 95*
- [135] T. Delaunay, E. L. Clezio, M. Guennou, H. Dammak, M. P. Thi, and G. Feuillard, “Full Tensorial characterization of PZN-12%PT single crystal by resonant ultrasound spectroscopy,” *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 55, pp. 476–88, Feb. 2008. *2 citations pages 84 et 95*
- [136] F. Li, S. Zhang, Z. Xu, X. Wei, J. Luo, and T. R. Shrout, “Electromechanical properties of tetragonal Pb(In₁₂Nb₁₂)O₃-Pb(Mg₁₃Nb₂₃)O₃-PbTiO₃ ferroelectric crystals,” *Journal of applied physics*, vol. 107, p. 54107, Mar. 2010. *Cité page 86*
- [137] M. Lethiecq, F. Patat, L. Pourcelot, and L. P. Tran-Huu-Hue, “Measurement of losses in five piezoelectric ceramics between 2 and 50 MHz,” *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 40, pp. 232–7, Jan. 1993. *Cité page 92*
- [138] T. Delaunay, *Caractérisation fonctionnelle et relations structure-propriétés de monocristaux piézoélectriques de type pérovskite*. PhD thesis, Université François-Rabelais, 2006. *2 citations pages 93 et 95*
- [139] O. C. Zienkiewicz, *The Finite Element Method In Engineering Science*. London : McGraw-Hill Book Company, 2nd ed., 1971. *Cité page 99*
- [140] A. Taflov and S. C. Hagness, *Computational Electrodynamics : The Finite-Difference Time-Domain Method*. Artech House, third edit ed., 2004. *Cité page 99*
- [141] R. Eymard, T. Gallouët, and R. Herbin, *Handbook of Numerical Analysis vol.7 - Solution of Equation in R, Techniques of Scientific Computing*. 2000. *Cité page 99*
- [142] J.-N. Decarpigny, *Application de la méthode des éléments finis à l’étude de transducteurs piézoélectriques*. PhD thesis, Université des Sciences et Techniques de Lille, 1984. *Cité page 101*

BIBLIOGRAPHIE

- [143] L. Brillouin and M. Parodi, *Propagation des ondes dans les milieux périodiques*. 1956.
Cité page 102
- [144] A.-C. Hladky-Hennion, *Application de la méthode des éléments finis à la modélisation de structures périodiques utilisées en acoustique*. PhD thesis, Université Lille1, 1990.
Cité page 102
- [145] H. Le Khanh, *Formulation et caractérisation de composites microcristaux piézoélectrique-polymère*. PhD thesis, ESPCI - TRT, 2007.
Cité page 108

