

# 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 composite 1-3 est détaillée dans un premier temps, suivie 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 a 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 bleu.

Deux empilements de départ qui alternent une couche piézoélectrique et une couche 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  $N$  précédemment définis dans le chapitre 6. 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. Pour les explications données ici sur la méthode de fabrication, des couches de polymère sont considérées. Cependant, dans la réalité, des cales sont placées entre les couches de matériau piézoélectrique. Puis la résine époxy, à l'état liquide, est versée entre ces couches avant qu'elle ne polymérise et ne devienne solide.

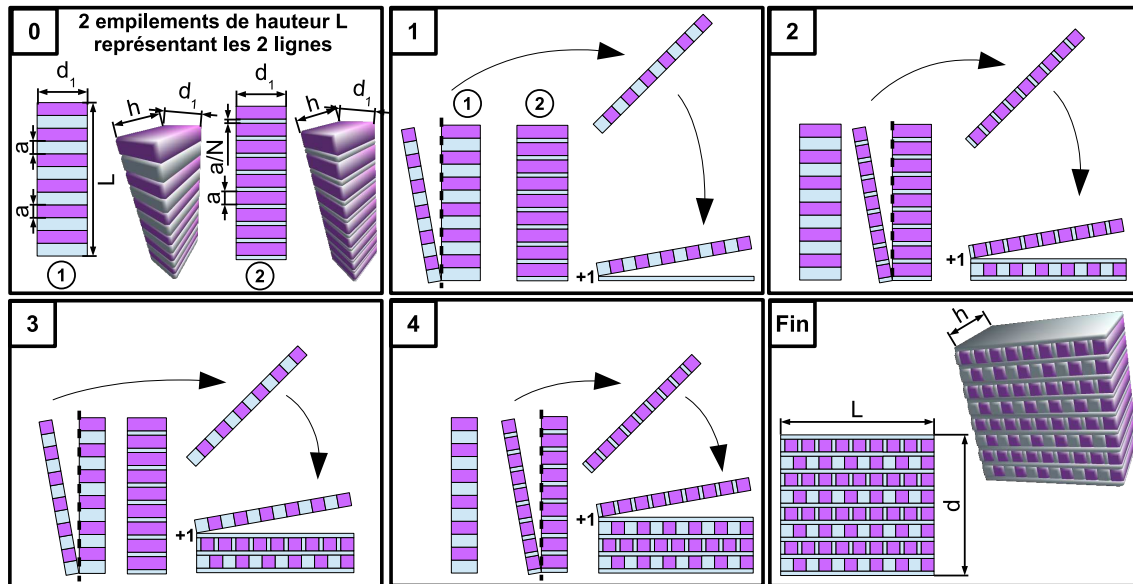


FIGURE 7.1 – Étapes de fabrication pour un composite pseudo-périodique de proportion  $N = 3$  par la méthode de lamination [18].

L'opération de base qui est répétée durant toute la fabrication se décompose en deux étapes :

1. Une couche de polymère d'épaisseur  $a/N$  et de surface  $L \times h$  est déposée 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 la couche de polymère. Cette opération est ensuite répétée en alternant avec une couche de polymère, une « tranche » de l'empilement ① puis ②.

Cette opération de base effectuée pour la 1<sup>ère</sup> fois est représentée dans le cadre 1 de la Figure 7.1. Le cadre 2 est la même opération mais appliquée au 2<sup>ème</sup> 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  $d_1$ . Cette technique a été mise en place et appliquée pour notre composite par Thales Research & Technology (TRT). Pour notre cas, des plaques de céramique Pz27 (PZT) [2] de dimensions  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 1 \text{ mm}$  sont achetées. Un premier empilement visible sur la Figure 7.2.a) est fait avec 28 couches piézoélectriques d'épaisseur 1 mm espacés de 0,33 mm pour verser la résine par la suite. De la même manière, l'empilement de la Figure 7.2.b) est réalisé mais avec 19 plaques piézoélectriques espacés de 1 mm. La résine époxy E501 [4] est donc versée dans ces espaces pour former des volumes de  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 1 \text{ mm}$  et  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2 \times 0,33 \text{ mm}$ . 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).

## 7.1. FABRICATION ET PROTOCOLE DE MESURE DES ÉCHANTILLONS

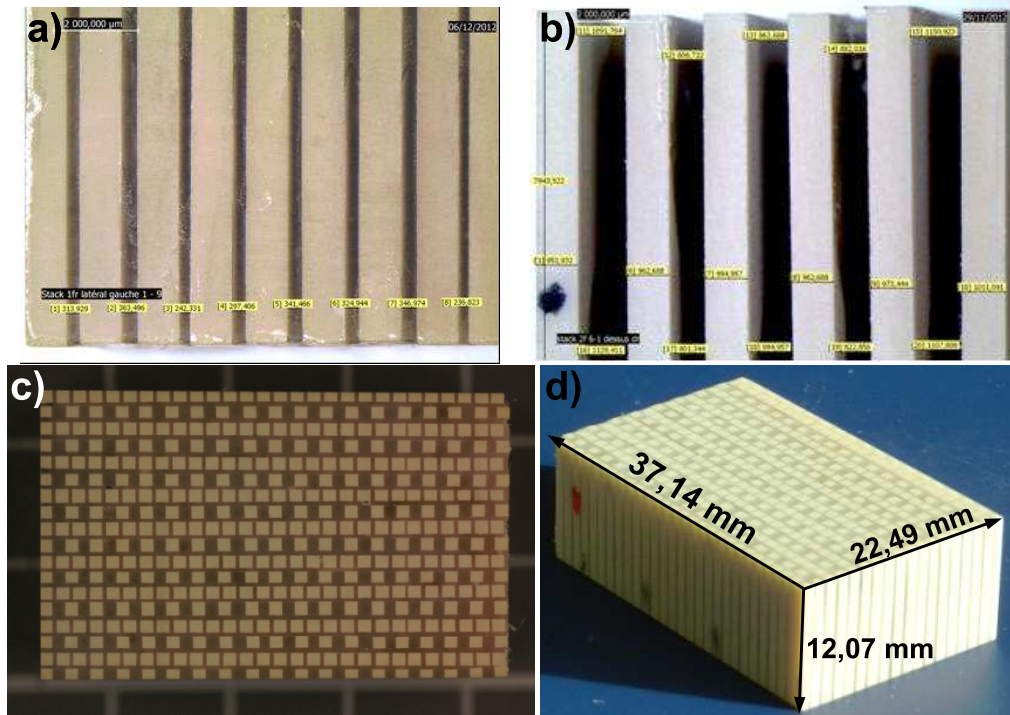


FIGURE 7.2 – Photographies prises par TRT, de a)l'empilement ①, b)l'empilement ②, c)de la surface du composite final (vue de dessus) et d)d'une vue globale.

En prenant les paramètres de départ  $L=37,14$  mm,  $h=12,7$  mm et  $d_1=12,7$  mm, les dimensions finales du composite sont  $L=37,14$  mm,  $h=12,07$  mm et  $d=22,49$  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  $d_1=12,7$  mm, il n'est donc possible d'obtenir que 9 tranches de 1 mm. Une largeur  $d$  égale à 24 mm est donc 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 fabriqués avec les mêmes matériaux et par la méthode « Dice and Fill » [37]. 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,  $a = 1351$  µm et  $p = 1955$  µm au lieu de  $a = 1368$  µm et  $p = 1998$  µm, passant la  $v_f$  d'une valeur de 46,9% à 47,7%.
- pour le C13PP,  $a = 881$  µm et  $p = 1275$  µm au lieu de  $a = 912$  µm et  $p = 1332$  µm, ayant exactement le même effet que précédemment sur la  $v_f$ .

Ces dimensions structurales sont la moyenne de mesures faites au microscope sur chaque structure. Les photographies des 2 composites sont données sur la Figure 7.3. Des électrodes de 400 nm ont été déposées sur chacune des faces.

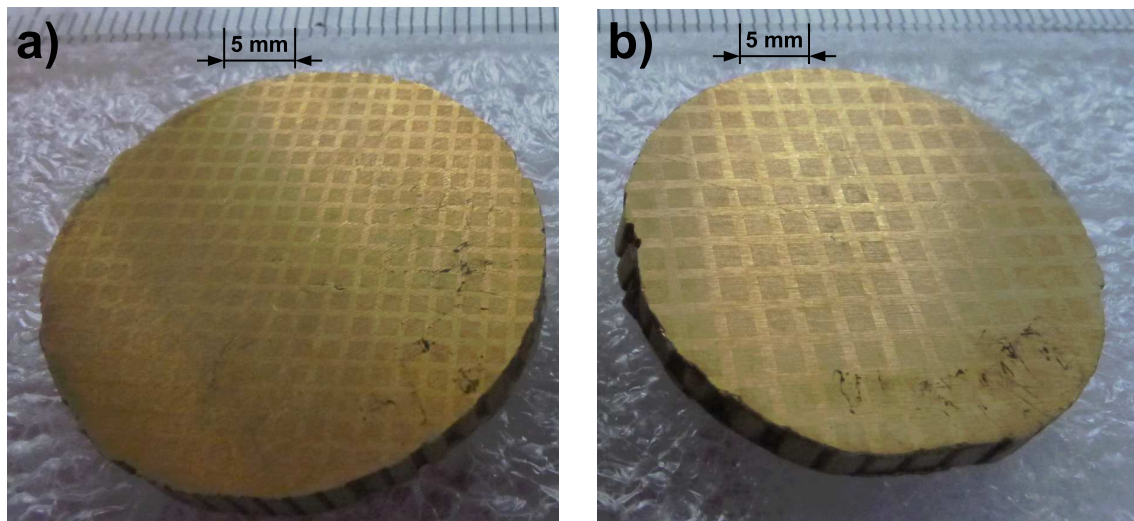


FIGURE 7.3 – Photographies des composites réguliers a) C13PP et b) C13GP fabriqués par la société Vermon.

### 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 réalisée sur la même démarche que l'étude numérique du chapitre 6. Il s'agit de mesurer les REA des 3 composites pour un rapport  $h/p$  assez grand ( $>1,3$ ) pour ne pas être dans des cas critiques pour les structures régulières et, ensuite, diminuer les épaisseurs des 3 composites, pas à pas, afin d'observer leur comportement lors des cas critiques ( $h/p < 1,3$ ). Cela permettra de comparer les performances des composites et de tirer des conclusions sur les avantages et inconvénients d'une structure pseudo-périodique. La totalité des opérations d'amincissement ont été réalisées par la société Vermon également.

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 est constituée d'un générateur Tektronix AFG3102C permettant une excitation électrique de type *burst* ou *pulse* de 10Vpp (volt pic-à-pic), d'un amplificateur (émetteur-récepteur ultrasonore Olympus 5077PR) et d'un oscilloscope Tektronix TDS3044B pour la visualisation des signaux électriques émis et reçus.

En émission, le composite 1-3 est plongé dans l'eau et les contacts électriques sont réalisés avec deux lames de laiton. Le composite va alors créer deux ondes : une se dirigeant vers la surface de l'eau et l'autre vers le fond de la cuve pour se réfléchir sur une cible métallique. En réception, l'onde réfléchie sur la cible et atteignant le composite (l'écho) sera exploité pour l'extraction des propriétés recherchées. Le schéma et la photographie du montage sont représentés sur la Figure 7.4.

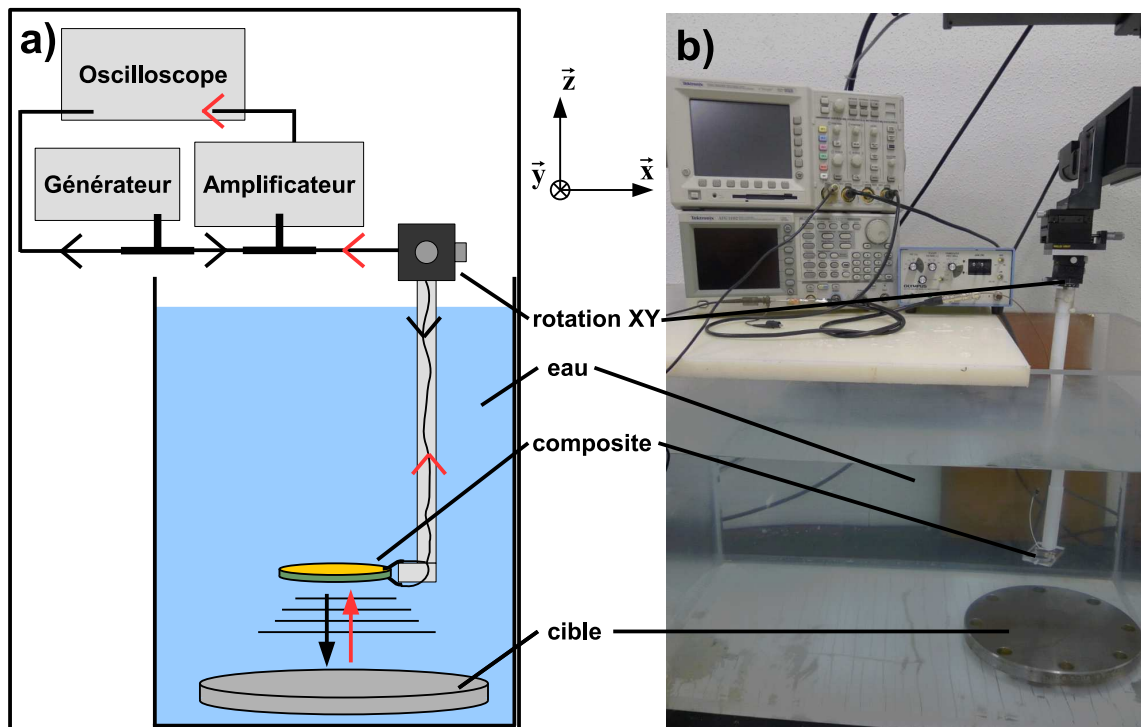


FIGURE 7.4 – La chaîne de mesure pour la mesure de la REA a) schématisée et b) photographiée.

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

- soit un *pulse* qui permet de couvrir une large gamme fréquentielle.
- soit un *burst* à une fréquence donnée et ainsi permettre de mesurer la sensibilité du composite plus précisément à chacune des fréquences. 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. L'orientation du composite est à chaque fois optimisée (rotation autour des axes  $\vec{x}$  et  $\vec{y}$  de la Figure 7.4) afin d'obtenir une amplitude maximale de la REA. 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 de 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* qui est en réalité une demi-période, 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 initiale 2,78 mm et la confirmation *a posteriori* sur des épaisseurs plus faibles, un *burst* de 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 provenant de la cible réfléchissante soit perturbé par l'écho provenant 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 ( $h/p=1,25$ ) pour les structures régulières, la  $BP_{-6dB}$  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. En effet, si les constantes des matériaux ne sont pas connues ou si de petites erreurs existent, les épaisseurs intéressantes pourront être loupées à cause de simulations faussées. 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 *in situ* 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 non couplés, ce qui permettra d'utiliser l'algorithme décrit dans le chapitre 4.

### 7.2.1 Paramètres spécifiques

La même démarche que celle utilisée pour la validation de l'algorithme sur un composite 1-3 (partie 4.3) est suivie et les paramètres sont très proches voire identiques.

**Paramètres de la Fonction Objectif (FO)** Sur les mesures d'impédance électrique dans l'air du C13PP, le 2<sup>nd</sup> 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<sup>er</sup> 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). Les pondérations et les pénalisations associées à ce type de caractérisation sont identiques à celles de la partie 4.3.2.

**Paramètres de l'Algorithme Génétique (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  $\epsilon_{33}^S$  pour la céramique Pz27 et  $c_{11}$  et  $c_{12}$  pour la résine epoxy. Les bases de données référence sont celles fournies par MEGGIT Ferroperm [2] et Epotecny [4]. Les valeurs de  $\lim_{\text{inf}}$  et  $\lim_{\text{sup}}$  sont respectivement 0,01% et 100%. Les valeurs du fournisseur sont données dans la Table 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.

### 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 MEGGIT 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 apparait 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 initiales du fournisseur.

Les valeurs des constantes ajustées sont listées dans la Table 7.1. Si les coefficients de couplage  $k_t$  et  $k_{33}$  de la phase piézoélectrique sont calculés, les différences restent raisonnables avec, respectivement, 46,9% et 69,9% pour les données commerciales contre 49,6% et 68,1% pour les données ajustées. L'interprétation des variations doit être faite avec beaucoup de

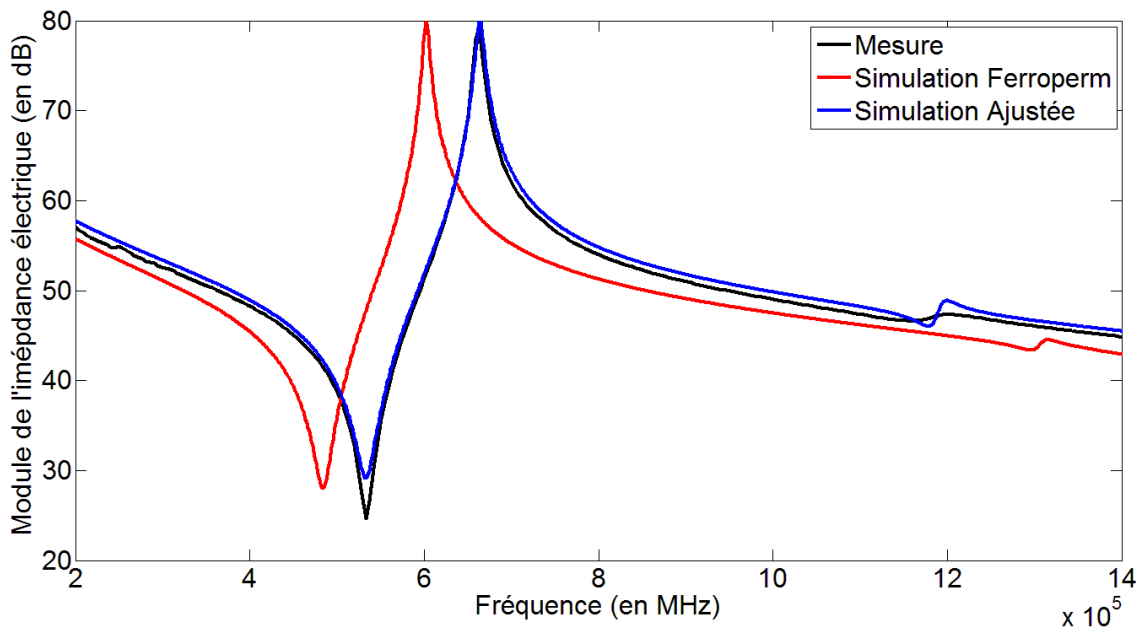


FIGURE 7.5 – Les courbes d'impédance électrique du composite C13PP et d'épaisseur 2,78 mm sont mesurée et simulées avec les données commerciales et ajustées.

## 7.2. 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 (MEGGIT Ferroperm [2] et Epotecny [4]).

Données	Commerciales	Ajustées	Différences (%)
$c_{11}^E$ (GPa)	147,4	150,1	1,8
$c_{12}^E$ (GPa)	104,9	80,9	25,9
$c_{13}^E$ (GPa)	93,7	84,8	10,0
$c_{33}^E$ (GPa)	112,6	121,0	7,2
$e_{33}$ (C/m <sup>2</sup> )	16,0	16,0	0,0
$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$	914	734	21,8
$c_{11}$ (GPa)	7,8	6,8	13,3
$c_{12}$ (GPa)	3,8	3,8	0,0

précaution car, pour le cas du  $c_{12}^E$  ou  $c_{13}^E$  par exemple, ils font partie des paramètres les moins sensibles sur les deux modes ajustés ici. En effet, lorsque leurs valeurs sont doublées (test préliminaire de sensibilité des paramètres dans le chapitre 4, section 4.3.2), la FO ne varie que de 1,5%. Lorsque les paramètres  $c_{11}^E$ ,  $c_{33}^E$  et  $c_{11}$  sont doublés par exemple, la FO varie jusqu'à 20%. Parmi les paramètres ajustés, les sensibilités ne sont pas toutes les mêmes et cela doit être pris en compte dans l'analyse finale. Les constantes des matériaux les plus sensibles aux modes observés et qui ont le plus varié sont les constantes  $c_{11}$  de la résine et  $\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$  du matériau piézoélectrique. Les caractéristiques de la résine ont pu être modifiées à cause de la porosité créée lors de la fabrication du composite. Quant à la baisse de la constante diélectrique du matériau piézoélectrique, les modifications de la structure durant la fabrication en sont certainement une des raisons principales.

Pour finir, la simulation avec les données commerciales prévoit une fréquence du 1<sup>er</sup> mode latéral très éloignée de la réalité, ce qui est un grave problème pour notre étude sur ce mode spécifique. Ce jeu de données ajustée permet avant tout de bien réduire l'écart entre la mesure et la simulation, ce qui est le point essentiel pour l'étude qui va suivre.

**REA** Les REA normalisées dans l'eau, 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<sup>er</sup> mode latéral. Cependant, la BP<sub>-6dB</sub> semble être sur-évaluée lors des simulations par rapport à la mesure. La chute du niveau de la REA à la fréquence du 1<sup>er</sup> latéral (1 MHz) prévue par la simulation est bien confirmée par 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



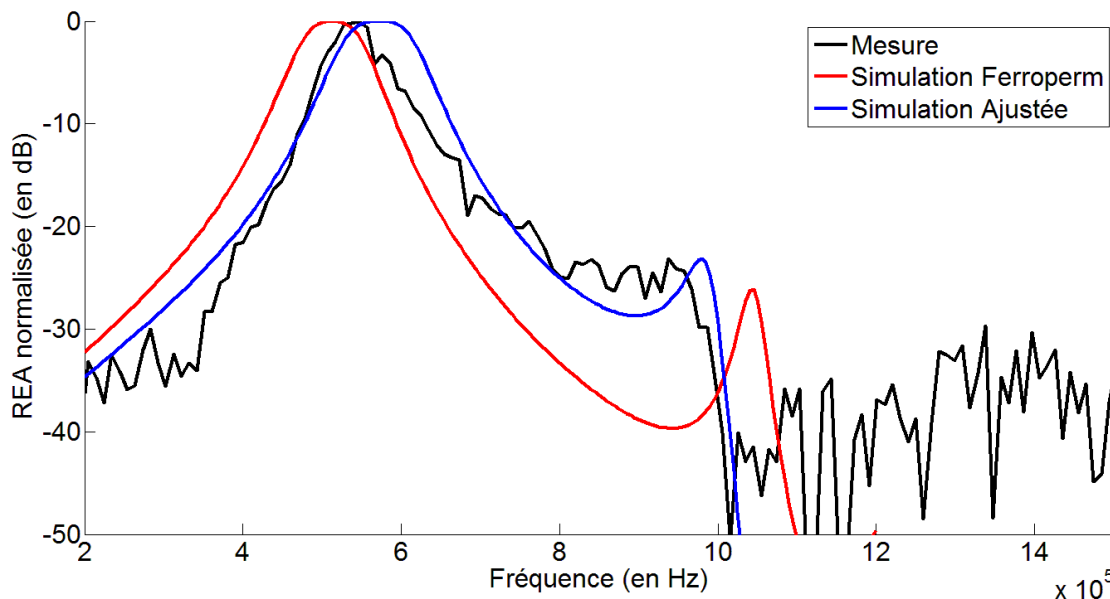


FIGURE 7.6 – Les REA normalisées du composite C13PP et d'épaisseur 2,78 mm sont mesurée (en noir), simulées avec les données MEGGIT Ferroperm (en rouge) et simulée avec les données ajustées (en bleu).

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. Le C13Pse (Figure 7.2) a dû être, avant tout, découpé en 2 dans le sens de son épaisseur avant d'effectuer l'amincissement pour passer d'une épaisseur de 12 mm à 3 mm. Au total, 11 épaisseurs ont été choisies pour les mesures et leurs valeurs sont données dans la Table 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 optimiser le nombre de mesures, l'épaisseur de départ (2,78 mm) a été choisie 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, les échantillons sont repolarisés et de nouvelles électrodes d'or sont déposées (société Vermon).

### 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	2	1,8	1,7	1,4	1,3	1,11
h/p (C13GP)	1,42	1,33	1,28	1,23	1,12	1,02	0,92	0,87	0,72	0,66	0,57
h/p (C13PP)	2,18	2,04	1,96	1,88	1,72	1,57	1,41	1,33	1,10	1,02	0,87

#### 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 les différences de sensibilités mesurées. 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 diminution peut être observée pour l'épaisseur de 2,2 mm ( $h/p=1,1$ ) avant de ré-augmenter puis de re-diminuer à nouveau pour une épaisseur de 1,4 mm. En plus d'une perte de sensibilité à cette dernière épaisseur, la REA (en fréquence) n'est plus symétrique. C'est aussi ce qui se passe pour le C13PP à partir de 1,4 mm alors que le C13Pse délivre des sensibilités plus stables. Les mesures du C13Pse, sur la Figure 7.7.c), soulignent, de par la forme des REA pour les plus faibles épaisseurs, que ce dernier possède une structure nettement moins sensible à la présence de modes parasites comme le sont les modes latéraux dans les structures régulières. Quelque soit l'épaisseur, les REA en fréquence restent symétriques et proche d'une forme dite « gaussienne » contrairement aux 2 autres échantillons.

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 la Table 7.3. Il est important de remarquer que le  $k_t$  du C13Pse est, en moyenne, inférieur de 5% même si l'écart se réduit durant l'amincissement. Cette différence peut s'expliquer par les méthodes de fabrication. En effet, pour la méthode de « Dice and Fill » [37], le Pz27 utilisé pour les C13GP et C13PP est déjà polarisé avant les étapes de fabrication. Pour le C13Pse et la méthode par lamination [18], la direction de polarisation des plaques de céramique Pz27 n'est pas la même que la direction de polarisation finale du composite. Cette désorientation nécessite une repolarisation complète de l'échantillon. 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 déduire des valeurs correctes. De même, les  $BP_{-6dB}$  pour ces mêmes épaisseurs ont été calculées mais vue la forme des REA, elles n'ont plus vraiment de sens. Les données de ce tableau sont essentiellement exploitées et discutées dans la section suivante. Il est rappelé que la caractérisation *in situ* du C13PP, dans la section 7.2, pour une épaisseur de 2,6 mm avait donné un  $k_t$  du composite à 63,8% grâce à la méthode d'homogénéisation de Smith *et al.* [35], ce qui est très proche de sa valeur dans la Table 7.3 ( $k_t = 63,7\%$ ).

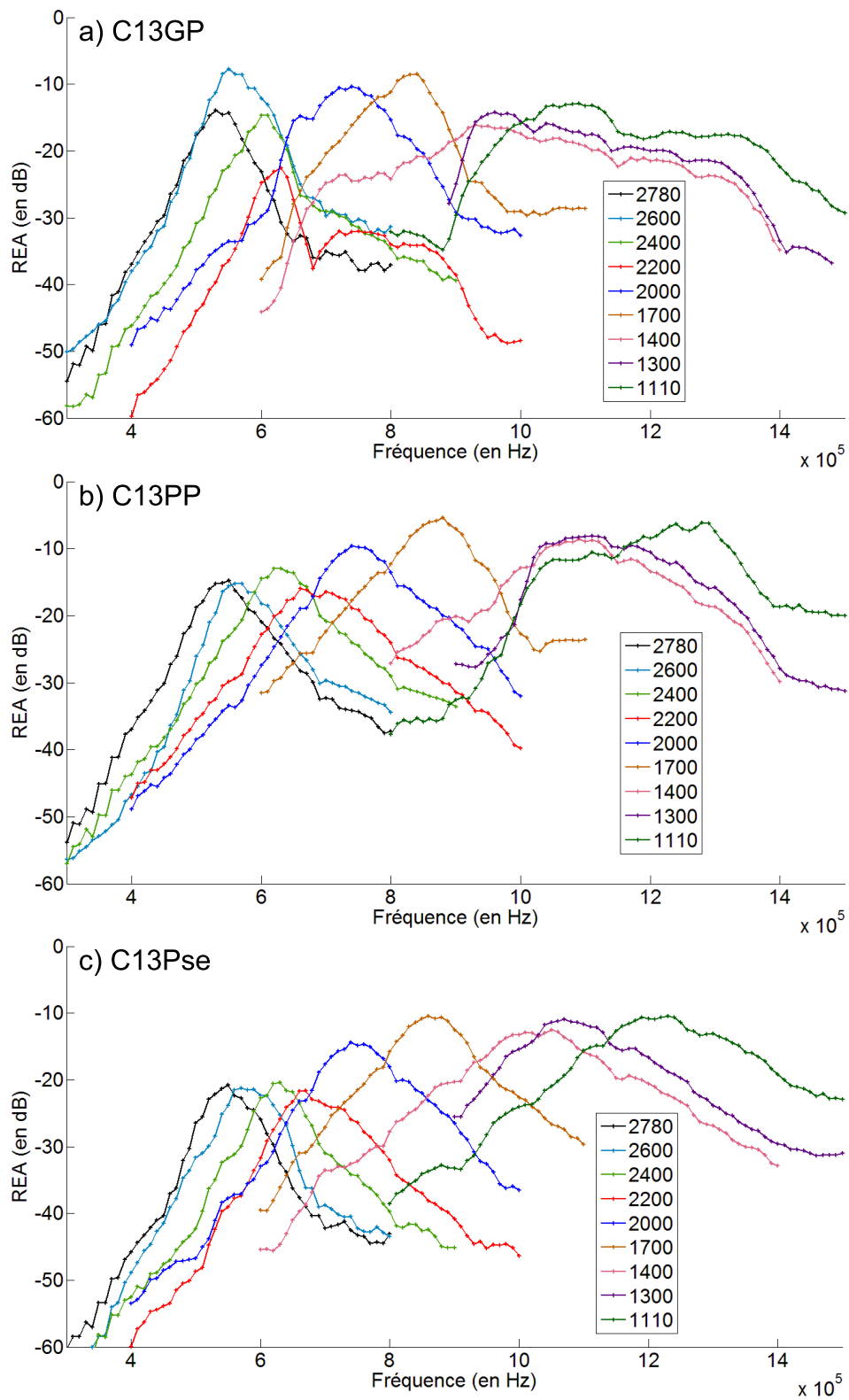


FIGURE 7.7 – REA mesurées par *burst*-echo, pour les échantillons a)C13GP, b)C13PP et c)C13Pse. Seulement 9 épaisseurs, exprimées en  $\mu\text{m}$ , sont représentées.

### 7.3. COMPARAISON PSEUDO/RÉGULIER PAR AMINCISSEMENT

TABLE 7.3 – Valeurs expérimentales des BP<sub>-6dB</sub>, des sensibilités et des coefficients de couplage  $k_t$  pour les échantillons C13GP, C13PP et C13Pse pour les 11 épaisseurs. La moyenne et l'écart-type  $\sigma$  sont aussi donnés.

Épaisseur	BP <sub>-6dB</sub> (%)			Sensibilité (dB)			$k_t$ (%)		
	GP	PP	Pse	GP	PP	Pse	GP	PP	Pse
2,78	16,4	19,3	19	-13,9	-14,7	-20,8	62,7	62,9	54,6
2,6	17,4	18,9	18,4	-7,8	-15,3	-21,3	64,3	63,7	55,8
2,5	12,4	18,8	13,3	-11,5	-12,4	-19,3	63,7	62,9	56,9
2,4	13,7	17,3	14,7	-14,7	-13,0	-20,4	63,5	62,9	58,5
2,2	11,1	24,3	20,3	-22,6	-16,2	-21,6	65,8	64,3	60,1
2	21,7	16,5	19,2	-10,3	-9,6	-14,4	66,2	64,4	61,3
1,8	18,6	19,0	19,8	-10,5	-6,3	-12,2	66,4	64,1	61,2
1,7	15,5	14,2	15,3	-8,5	-5,4	-10,5	67,3	64,1	62,2
1,4	-	22,1	21,5	-16,1	-8,6	-12,6	-	65,6	61,5
1,3	-	21,9	20,7	-14,2	-8,0	-10,9	-	64,6	62,3
1,11	-	-	22,3	-12,8	-6,1	-10,4	-	-	62,3
Moyenne	15,85	22,23	18,59	-12,99	-10,51	-15,85	64,98	63,96	59,70
$\sigma$	3,45	11,50	2,93	4,12	3,94	4,78	1,65	0,89	2,80

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, aucune REA du C13PP ne présente les mêmes caractéristiques (diminution de sensibilité et de BP<sub>-6dB</sub>) que la REA du C13GP à 2,2 mm. Au vu des prévisions de la fréquence du mode latéral à 1 MHz, une telle REA aurait dû se trouver à des épaisseurs voisines de 1,6 mm. L'amincissement de 1,7 mm à 1,4 mm a donc été trop rapide. De plus, les formes des REA à partir de 1,4 mm pour le C13PP ne sont plus symétriques, ce qui confirme que le 1<sup>er</sup> mode latéral a bien été dépassé.

#### 7.3.2 Interprétation

Dans cette partie, les valeurs de BP<sub>-6dB</sub> de la Table 7.3 sont reportées sur le graphe de la Figure 7.8 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 sur la Figure 7.8. Comme les courbes théoriques le montrent, l'allure des variations de BP pour le C13GP et C13PP sont très

### 7.3. COMPARAISON PSEUDO/RÉGULIER PAR AMINCISSEMENT

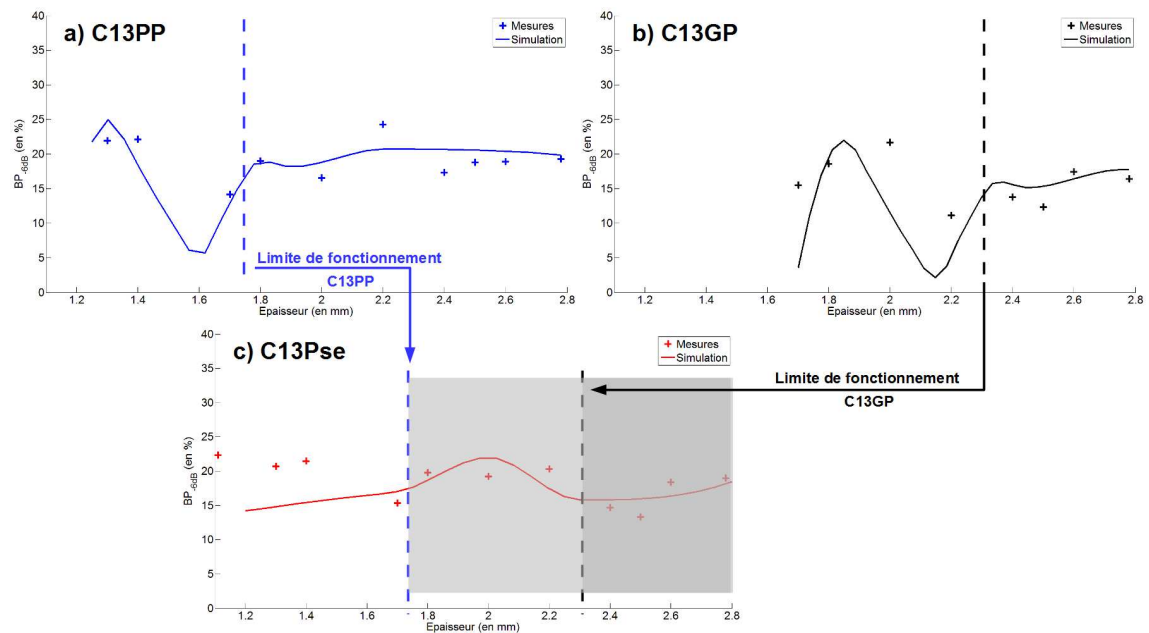


FIGURE 7.8 – Les  $BP_{-6dB}$  pour les composites a)C13PP, b)C13GP et c)C13Pse. Les points sont les valeurs expérimentales et les courbes sont les valeurs théoriques.

semblables avec uniquement un décalage en épaisseur.

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. Les moyennes et écart-types calculés dans la Table 7.3 témoignent aussi de ces tendances. En effet, l'écart-type de la structure pseudo-périodique est le plus faible. Ces observations faites pour les courbes théoriques peuvent être transposées sur les points expérimentaux puisque leurs variations semblent correspondre. Les épaisseurs limites pour lesquelles la  $BP_{-6dB}$  diminue pour les composites C13GP et C13PP sont reportées sur la Figure 7.8.c). Les zones de fonctionnement peuvent être ainsi représentées (en gris) et de cette manière, il est possible de voir que la zone de fonctionnement du C13Pse est plus grande que ses homologues réguliers.

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 observée donc expérimentalement mais aussi théoriquement. Elle est sûrement due à une interaction constructive entre le mode épaisseur et le mode latéral. Ce phénomène est probablement très ponctuel et c'est sûrement pour cela que les diminutions d'épaisseur trop rapides sur le C13PP n'ont pas permis de l'observer une seconde fois.

### 7.3.3 Conclusion

La confrontation expérimentale des structures régulières et pseudo-périodique confirme un des principaux objectifs visés lors de la conception de cette nouvelle structure : la stabilité de la bande passante en fréquence. En effet, pour les valeurs de  $h/p$  critiques des structures régulières, la structure pseudo-périodique délivre 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 cette nouvelle structure et se sont révélées concluantes. Ce composite pseudo-périodique peut être fabriqué pour une plus large gamme de fréquences que le sont les composites réguliers aujourd'hui. Il serait intéressant maintenant de franchir l'étape suivante qui est l'intégration de ce nouveau composite dans un transducteur complet afin d'évaluer ses performances.

Quatrième partie

Transducteurs sans plomb





## Chapitre 8

# Transducteur de type Langevin pour des applications sous-marines (BaTiO<sub>3</sub>:Co)

Aussi appelé par les allemands pendant la Seconde Guerre Mondiale « *Tonpilz* » (champignon acoustique), ce transducteur essentiellement utilisé pour les applications sous-marines se compose de 4 parties principales (illustrées sur la Figure 8.1). Une **colonne** d'anneaux de céramiques piézoélectriques est le moteur du transducteur. Ces anneaux sont empilés de manière à ce que les orientations des polarisations soient alternées avec des connexions électriques adéquates. Pour cela, des feuillets conducteurs (fines feuilles de cuivre, par exemple) peuvent être placés entre chaque céramique pour permettre la reprise des contacts électriques afin de pouvoir envoyer l'excitation nécessaire.

Un **pavillon**, généralement conçu avec un matériau dont la masse volumique est assez faible (aluminium par exemple), possède une face contre la colonne de céramiques et une autre face au contact de l'eau, appelée face avant. Le pavillon sert à amplifier le rayonnement du mode piston dans l'eau qui est créé par la colonne de céramiques. Ses dimensions conditionnent la qualité du rayonnement.

Une **contremasse** est constituée d'un matériau de grande densité. Elle se positionne à l'opposé du pavillon, de l'autre côté de la colonne de céramique. Son rôle est d'immobiliser au mieux la surface arrière de la colonne de céramiques. De cette manière, le nœud de l'onde de vibration se placera idéalement à l'interface colonne/contremasse pour laisser le maximum d'énergie vers le pavillon.

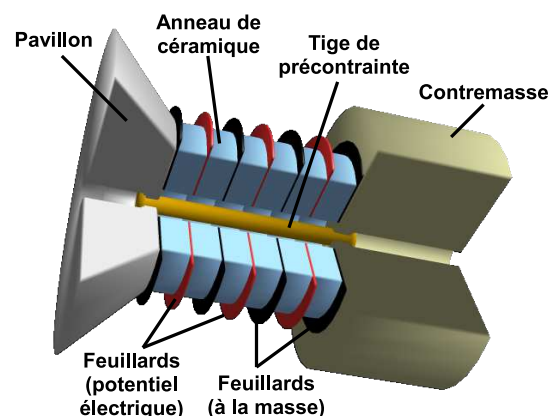


FIGURE 8.1 – Schéma d'un transducteur de type Langevin

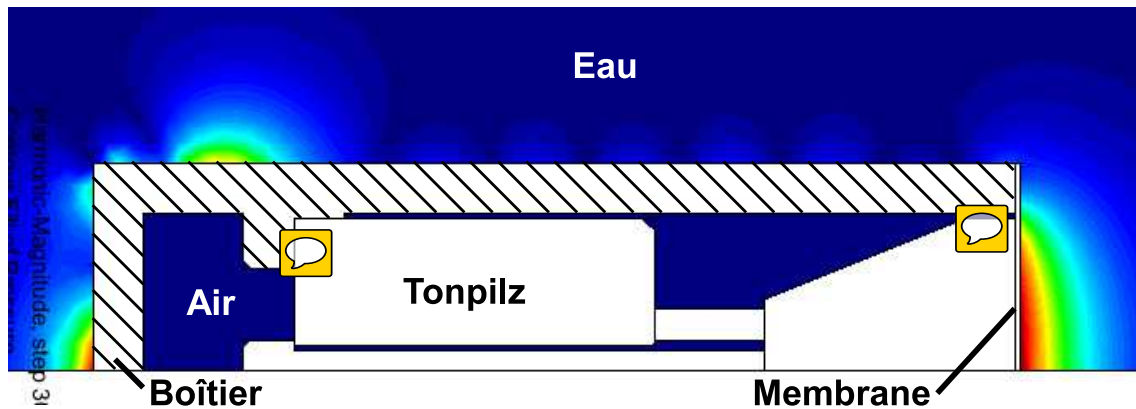


FIGURE 8.2 – Coupe axisymétrique d'un *tonpilz* dans un boîtier étanche et plongé dans l'eau.

Une **tige de précontrainte** solidarise l'ensemble. Son but essentiel est de maintenir les céramiques sous une compression permanente qui est une condition indispensable pour des performances optimisées.

Enfin, pour que ce transducteur puisse être immergé sans problème, un boîtier étanche lui est ajouté tout autour comme le montre la Figure 8.2. Pour l'optimisation du *tonpilz*, tout un travail doit aussi être fait sur le boîtier afin d'améliorer le rayonnement dans l'eau dont les pressions élevées sont représentées en rouge sur le schéma. C'est évidemment du côté de la membrane collée sur la face du pavillon que la pression est la plus forte. Pour créer cette pression, le mode de fonctionnement de la colonne de céramiques et du pavillon est le mode piston. Le but de ce chapitre est d'évaluer les performances du *tonpilz* avec des céramiques piézoélectriques sans plomb par rapport à ceux intégrant les habituelles céramiques PZT. Les dimensions et géométries des éléments du *tonpilz* ont été choisies suite à des études d'optimisation faites au préalable avec différentes configurations par l'IEMN. La simulation numérique et quelques mesures sont réalisées pour cette comparaison de transducteurs avec ou sans plomb. Pour savoir si un matériau piézoélectrique est efficace pour ce genre de transducteur, sa sensibilité  $M$  qui fait partie de la figure de mérite (FOM) définie dans l'ouvrage de Sherman et Butler [145], est calculée comme suit :

$$M = d_{33} + 2d_{31} \quad (8.1)$$

Un autre paramètre très important dans cette FOM est le facteur de qualité mécanique  $Q_m$ . La FOM augmente avec la valeur croissante de  $Q_m$ . Avec ces informations et la liste des caractéristiques des matériaux sans plomb du chapitre 3, les céramiques à base de BT sont un bon choix car elles possèdent des valeurs de  $d_{33}$  qui peuvent être supérieures aux céramiques KNN voire même certains PZT. Suite à un travail effectué par Thalès Research&Technology où différentes compositions à base de BT sont testées, la céramique BaTiO<sub>3</sub> dopée au cobalt (BaTiO<sub>3</sub>:Co) apparaît comme la meilleure composition car ses propriétés électromécaniques laissent présager de relativement bonnes performances avec des coefficients de couplage mesurés, sur un disque, de 39,9% pour le  $k_t$  et 27,5% pour le  $k_p$ . Les facteurs de qualité ont des valeurs très intéressantes, supérieures à 500.

## 8.1 Caractérisation des anneaux de $\text{BaTiO}_3:\text{Co}$

Pour une simulation correcte du *tonpilz*, une des premières étapes est de renseigner correctement les propriétés des matériaux. L'outil de caractérisation développé dans le chapitre 4 sert ici à la caractérisation directe des anneaux avant qu'ils soient intégrés dans le transducteur. Cet outil est indispensable pour ce type de caractérisation car, comme il est montré plus loin, les dimensions des anneaux ne permettent pas le découplage des modes et donc il est impossible de caractériser l'anneau en utilisant la méthode standard IEEE [25]. De plus, les caractéristiques piézoélectriques importantes du matériau pour la conception d'un *tonpilz* sont les valeurs de  $d_{33}$  et  $d_{31}$  qui participent à la figure de mérite de ce transducteur. N'ayant pas été déterminées au préalable, elles le seront ici afin d'évaluer si ce matériau sans plomb est un bon candidat pour remplacer le PZT dans ces transducteurs.

### 8.1.1 Les anneaux

Le choix du nombre d'anneaux qui forment la colonne de céramique se fait en fonction des caractéristiques finales souhaitées. En effet, la hauteur de la colonne conditionne la fréquence de résonance de l'ensemble même si ce n'est pas le seul paramètre puisque les matériaux aussi participent par leurs caractéristiques propres (masse volumique, élasticité, etc.). Dans notre cas, comme il s'agit d'une comparaison de *tonpilz* intégrant des matériaux piézoélectriques avec ou sans plomb, le nombre d'anneaux importe peu.

Deux anneaux sont donc retenus. Leurs dimensions sont données sur la Figure 8.3 et la masse volumique est de  $5656 \text{ kg/m}^3$ . Pour vérifier que leurs propriétés électro-mécaniques sont quasi-identiques, leurs impédances électriques sont superposées sur la Figure 8.4. Les trois principaux modes qui y sont numérotés de 1 à 3 dans l'ordre fréquentiel d'apparition ont quasiment les mêmes fréquences de résonance et d'anti-résonance. Dans cette gamme fréquentielle d'observation devrait se trouver le mode épaisseur « pur » car les caractéristiques mises en jeu dans le calcul de la fréquence d'anti-résonance de ce mode épaisseur ( $\rho$ ,  $c_{33}^D$  et l'épaisseur  $t$ ) la prévoient à 1,1 MHz. Le paramètre élastique et la masse volumique sont extraits de la caractérisation du mode épaisseur d'un disque de même composition. Autour de cette fréquence, il existe 3 modes légèrement couplés qui s'apparentent donc à un mode épaisseur et deux modes radiaux dépendant des dimensions radiales de l'anneau. Il n'y a aucune raison de commencer la caractérisation sur un mode en particulier donc le travail se fera sur ces 3 modes pour avoir un maximum d'information. Les déformées de ces modes simulés sont reportées sur la Figure 8.5 et ne sont pas typiques d'un mode épaisseur ou d'un mode radial pur, même si le mode 1 a une nature proche de celle d'un mode radial. Le plan reproduit est un plan radial de l'anneau et le calcul a été fait en 2 dimensions sur une demi-épaisseur avec des conditions d'axisymétrie. Il est appelé

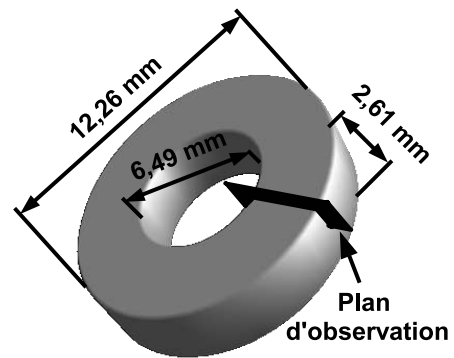
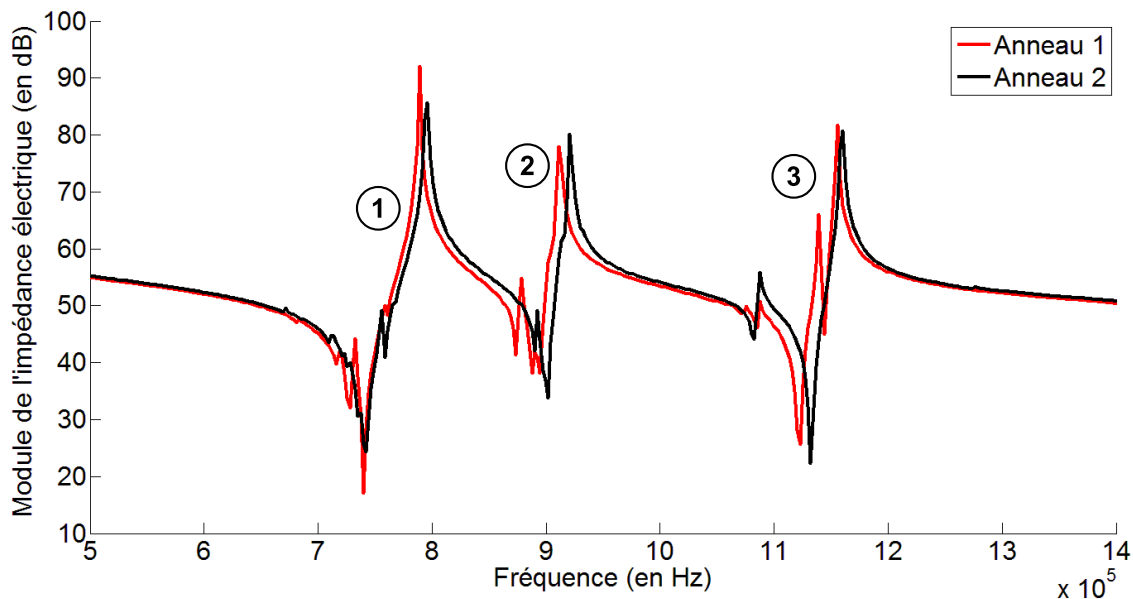


FIGURE 8.3 – Dimensions des anneaux utilisés pour la fabrication des *tonpilz*.

FIGURE 8.4 – Impédances électriques des 2 anneaux de  $\text{BaTiO}_3\text{:Co}$  du *tonpiliz*.

« plan d'observation » et il est représenté sur la Figure 8.3.

Cette mesure d'impédance électrique est un cas où les modèles unidimensionnels de circuit électrique équivalent ne peuvent pas fonctionner pour la caractérisation piézoélectrique car les modes ne sont pas purs. Il est néanmoins intéressant de faire la caractérisation à cette étape de l'élaboration du *tonpiliz*, même si, habituellement, les matériaux sont caractérisés avant l'usinage pour des questions de facilité. En effet, l'anneau est prêt à être intégré dans le transducteur et donc les propriétés déterminées à cette étape seront extrêmement proches des propriétés finales. Si la caractérisation avait été faite avant l'usinage de la céramique pour la transformer en anneau (sur le disque), les propriétés auraient pu être légèrement différentes. Il s'agit ici de la même démarche que la caractérisation d'un composite piézoélectrique de connectivité 1-3 *in situ* vu dans le chapitre 7.

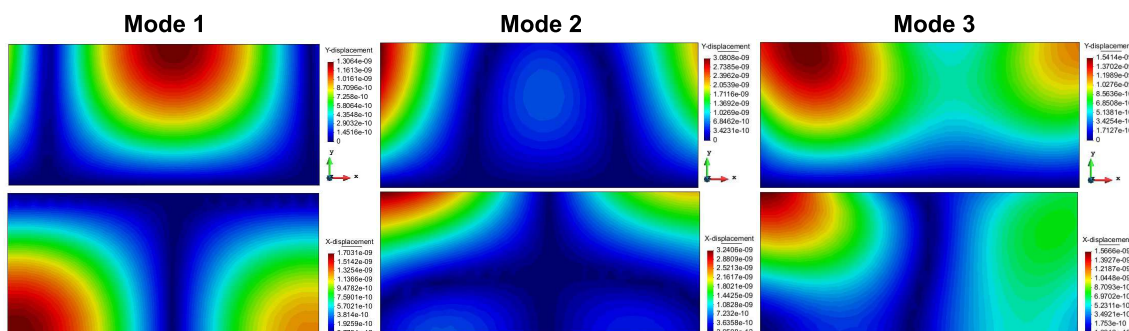
FIGURE 8.5 – Composantes selon la direction de l'épaisseur  $\vec{y}$  (1<sup>ère</sup> ligne) et selon la direction radiale  $\vec{x}$  (2<sup>ème</sup> ligne) du champ de déplacement d'une coupe radiale de l'anneau.

TABLE 8.1 – Données commerciales et ajustées de la céramique BaTiO<sub>3</sub> utilisée dans la fabrication des anneaux de *tonpitz*

Données	Commerciales [2]	Ajustées	Différences (%)
$c_{11}^E$ (GPa)	164,9	173,5	5,1
$c_{12}^E$ (GPa)	57,7	83,6	36,7
$c_{13}^E$ (GPa)	61,5	76,1	21,3
$c_{33}^E$ (GPa)	151,5	160,4	5,7
$c_{44}^E$ (GPa)	37,7	42,3	11,5
$c_{66}^E$ (GPa)	53,5	-	-
$e_{31}$ (C/m <sup>2</sup> )	-1,9	-2,3	20,2
$e_{33}$ (C/m <sup>2</sup> )	11,6	17,0	37,6
$e_{15}$ (C/m <sup>2</sup> )	7,7	-	-
$\epsilon_{11}^S/\epsilon_0$	1696	-	-
$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$	454	1090	56,2

### 8.1.2 Caractérisation piézoélectrique

L'algorithme de caractérisation mis au point dans le chapitre 4 est aussi utilisé ici pour déterminer les caractéristiques des anneaux de BaTiO<sub>3</sub>:Co qui présentent des modes de vibration légèrement couplés.

**Paramètres de la Fonction Objectif (FO)** Les modes utilisés sur la mesure d'impédance électrique pour la caractérisation piézoélectrique multimodale sont les 3 modes spécifiés précédemment. De ce fait, les grandeurs spécifiques  $Dif_1^1$ ,  $Dif_1^2$ ,  $Dif_2^2$ ,  $Dif_2^1$ ,  $Dif_3^1$  et  $Dif_3^2$  sont créées en suivant les définitions (4.3) et (4.4), sans oublier la grandeur  $Eps$  (expression (4.5)). Contrairement à la caractérisation multiphasique des composites 1-3, les filtres utilisés (représentés sur la Figure 4.5) se limitent aux filtres sur les valeurs des coefficients de couplage et les conditions de stabilité thermodynamique. Les pondérations des  $Dif$  sont égales car il n'y a pas de raison d'avantager un mode plus que les autres :  $\alpha_1 = \beta_1 = \alpha_2 = \beta_2 = \alpha_3 = \beta_3$ . Autrement, les valeurs de pénalisation sont identiques à celles données dans le chapitre 4.

**Paramètres de l'Algorithme Génétique (GA)** Pour la caractérisation piézoélectrique s'appuyant sur ces 3 modes, les constantes du BaTiO<sub>3</sub>:Co les plus sensibles sont  $c_{11}^E$ ,  $c_{12}^E$ ,  $c_{13}^E$ ,  $c_{33}^E$ ,  $c_{44}^E$ ,  $e_{31}$ ,  $e_{33}$  et  $\epsilon_{33}^S$ . La base de données commerciales utilisée est celle du BT de Ferroperm [2] car, en les utilisant, elles donnent déjà une approximation correcte de l'impédance électrique de l'anneau de BaTiO<sub>3</sub>:Co. Elles sont données dans la Table 8.1. Les valeurs de  $\lim_{\inf}$  et  $\lim_{\sup}$  sont toujours égales à 0,01% et 100%, respectivement, pour ne

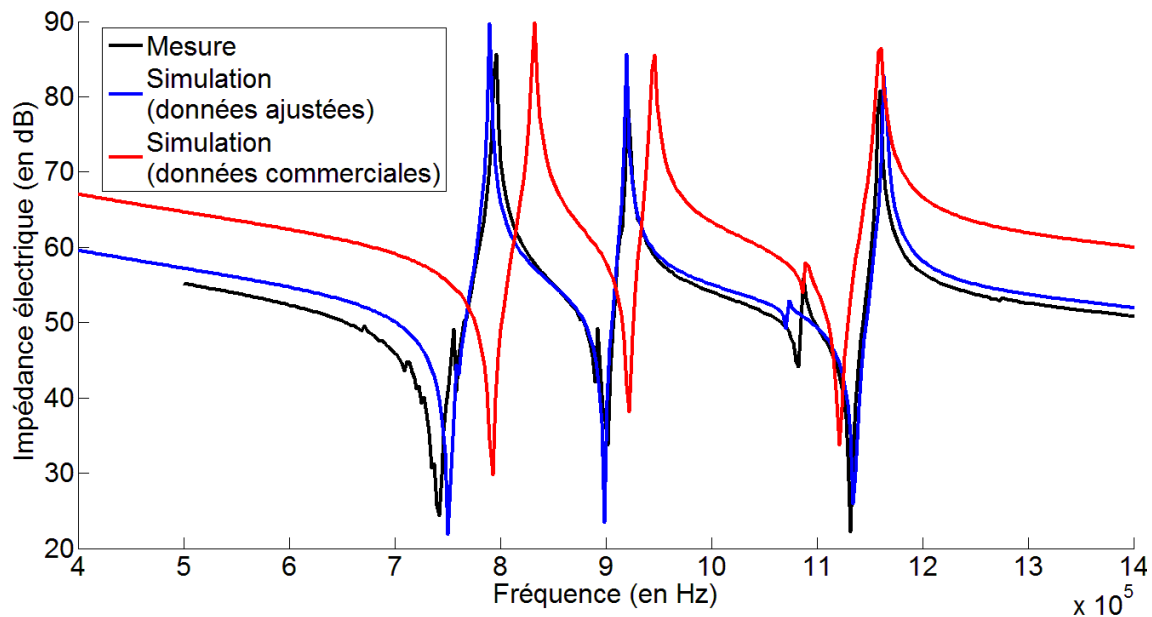


FIGURE 8.6 – Comparaison des impédances électriques mesurées d'un anneau de  $\text{BaTiO}_3\text{:Co}$  avec les impédances électriques simulées avec des données commerciales et ajustées.

pas contraindre l'algorithme et garder les avantages liés à l'utilisation de l'algorithme génétique. Comme le nombre de variables est le même que pour la caractérisation des phases d'un composite 1-3, les 200 individus évoluant sur 100 générations avec une élite contenant 10 individus sont conservés.

**Résultats** La caractérisation est faite sur l'impédance électrique mesurée du premier anneau. Elle est tracée sur la Figure 8.6 avec la simulation utilisant les données commerciales et la simulation employant les données ajustées par l'algorithme. Comme pour la caractérisation multiphasique du composite 1-3, l'impédance simulée avec les données ajustées est plus proche de la mesure. Les fréquences de résonance et d'anti-résonance du 1<sup>er</sup> mode ne sont pas aussi bien évaluées que celles des deux autres modes. La précision obtenue aurait pu être améliorée en augmentant le temps d'ajustement qui, dans notre cas, a été limité à 48h. De plus, les quelques différences observées peuvent également provenir de petits défauts dimensionnels (non planéité par exemple) sur l'échantillon qui provoque une évolution de l'impédance qui ne pourra pas être prise en compte dans la simulation. Les valeurs de cette solution sont données dans la Table 8.1. Grâce aux filtres de l'algorithme de caractérisation, les nouveaux  $k_t$  et  $k_p$  de cette base de données ajustée sont très proches de ceux mesurés à l'origine et valent, respectivement, 39,7% et 30,5%.

Les différences des caractéristiques entre la base de données commerciale et la base de données ajustées est difficile à interpréter car les anneaux sont à base de BT mais dopés avec du cobalt (Co). La plus grande variation vient de la constante diélectrique  $\epsilon_{33}^S$  qui est très dépendante de l'ajout de dopant. Ayant déterminé les constantes nécessaires au calcul des constantes  $d_{31}$  et  $d_{33}$  du tenseur piézoélectrique  $d$  grâce à cette caractérisation,