



**HAL**  
open science

# Etude et réalisation de capteurs à sortie fréquentielle en orthophosphate de gallium

Laurent Delmas

► **To cite this version:**

Laurent Delmas. Etude et réalisation de capteurs à sortie fréquentielle en orthophosphate de gallium. Ingénierie biomédicale. Université de Franche-Comté, 2005. Français. NNT: . tel-00010981

**HAL Id: tel-00010981**

**<https://theses.hal.science/tel-00010981>**

Submitted on 15 Nov 2005

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**THESE**

Présentée à

**L'U.F.R. des Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté**

par

**Laurent DELMAS**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L' UNIVERSITE DE FRANCHE-COMTE**

Spécialité

**SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

**Etude et réalisation de capteurs à sortie fréquentielle en orthophosphate de gallium (GaPO<sub>4</sub>)**

Soutenue le 15 septembre 2005, devant la commission d'examen :

Président :	<b>P. Papet</b>	Professeur à l'Université de Montpellier II
Rapporteurs :	<b>P.W. Krempf</b>	Univ. Doz à l'Institut de Physique de l'Université de Graz, Autriche
	<b>J. Nosek</b>	Professeur à l'Université technologique de Liberec, République Tchèque
	<b>P. Papet</b>	Professeur à l'Université de Montpellier II
Examineurs :	<b>M. Minunni</b>	Ricercatore (Maître de conférences) à l'Université de Florence, Italie
	<b>F. Sthal</b>	Maître de conférences HDR à l'ENSMM, Besançon
	<b>E. Bigler</b>	Professeur à l'ENSMM , Besançon







## Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire de Chronométrie, Electronique et Piézo-électricité de Besançon (LCEP) département de FEMTO-ST (UMR CNRS 6174) ainsi qu'au Laboratoire de Chimie de l'Université de Florence en Italie. Ils se sont déroulés dans le cadre du projet européen GAPOGROWTH, n° G5RD-CT-2002-00709.

Je tiens à remercier vivement les membres du Jury qui ont accepté d'examiner ce travail.

- Monsieur P. Papet, Professeur de l'Université de Montpellier II qui me fait l'honneur d'être rapporteur de ce travail et président du jury.
- Monsieur P.W. Kreml, Univ. Doz. à l'institut de Physique de l'Université de Graz, coordinateur du projet européen et membre de l'entreprise autrichienne AVL, qui a accepté d'être rapporteur de ce travail.
- Monsieur J. Nosek, Professeur à l'Université technologique de Liberec en République Tchèque, qui a également accepté d'être rapporteur de ce mémoire.
- Madame M. Minunni, ricercatore (Maître de conférences) de l'Université de Florence en Italie qui m'a accepté au sein de son Laboratoire et a également accepté de participer à ce jury.
- Monsieur R. Bourquin, Professeur ENSMM, qui m'a accueilli dans son laboratoire et aidé tout au long de ce travail.

Je ne saurais trop remercier, Monsieur F. Sthal, HDR Maître de conférences ENSMM pour sa grande disponibilité et ses précieux conseils tout au long de ce travail.

Je tiens également à remercier, Monsieur E. Bigler, Professeur ENSMM pour m'avoir guidé et fait profiter de son expérience tout au long de ce travail.

Je n'oublie pas de mentionner de même, sans les citer, les chercheurs, ingénieurs, techniciens et personnels du LCEP, du département de chimie de l'université de Florence en Italie et de l'ENSMM pour m'avoir consacré de leur temps, de leurs connaissances et de leurs compétences pour mener à bien ce travail.

Je tiens à exprimer toute mon amitié et profonde reconnaissance, à Fabienne Cornu pour sa disponibilité permanente, à Georges Huve pour ses discussions animées, Sylvie Cuhe pour sa sympathie et Jean-Pierre Romand pour tous ses conseils éclairés, ainsi que de leur écoute et pour avoir été eux-mêmes.







# Table des matières

<b>INTRODUCTION</b>	<b>3</b>
1. Historique de la piézoélectricité	4
2. Principe	5
3. Applications	5
4. L'orthophosphate de gallium GaPO <sub>4</sub>	6
<b>CHAPITRE I : MODELES ANALYTIQUES</b>	<b>9</b>
1. Mode d'extension	
1.1. Détermination de la fréquence de résonance	11
1.2. Sensibilité thermique	14
1.3. Détermination du coefficient de couplage électromécanique	19
1.4. Application numérique	28
2. Mode de flexion	
2.1. Détermination de la fréquence de résonance	29
2.2. Sensibilité thermique	31
2.3. Détermination du coefficient de couplage électromécanique	35
2.4. Application numérique	39
3. Mode de torsion	
3.1. Calcul de la fréquence de résonance	39
3.2. Etude d'une section rectangulaire	45
3.2.A. Calcul de la fonction de St Venant	45
3.2.B. Calcul du coefficient de torsion	49
3.2.C. Calcul des coefficients de température de la fréquence	50
3.2.D. Calcul du coefficient de couplage électromécanique	52

3.3. Etude d'une section circulaire	53
3.3.A. Calcul de la fonction de St Venant et de la fréquence de résonance	53
3.3.B. Calcul des coefficients de température de la fréquence	55
3.3.C. Détermination du coefficient de couplage	56
4. Conclusion	61

## CHAPITRE II : MODELES ELEMENTS FINIS

1. Introduction	65
2. Principe	67
3. Simulation avec ANSYS	69
4. Analyse modale	70
5. Analyse dynamique	76
6. Conclusion	85

## CHAPITRE III : REALISATIONS ET EXPERIMENTATIONS

1. Introduction	89
2. Réalisation technologique	89
3.1. Le sciage	89
3.2. Le rodage et le polissage	90
3.3. Usinage ultrasonore	90
3.4. Métallisation	94
3. Expérimentations	
3.1. Vérification des modes	98
3.3. Mesures fréquence-température	106
4. Conclusion	112

## **CHAPITRE IV : APPLICATION AUX BIOCAPTEURS**

<b>1. Introduction</b>	<b>117</b>
<b>2. Principe de la microbalance et des biocapteurs associés</b>	<b>117</b>
<b>3. Modélisation du biocapteur</b>	<b>119</b>
<b>4. Simulation modale</b>	<b>122</b>
<b>5. Simulation dynamique</b>	<b>122</b>
<b>6. Comparaison entre mesures expérimentales et modèle</b>	<b>125</b>
<b>7. Conclusion</b>	<b>127</b>
<b>8. Perspectives</b>	<b>128</b>

<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>133</b>
----------------------------	------------

<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>137</b>
----------------------	------------

### **ANNEXES**

<b>Annexe 1 : Classe cristallographique 32 (<math>\text{GaPO}_4</math>, quartz)</b>	<b>143</b>
<b>Annexe 2 : Propriétés du <math>\text{GaPO}_4</math></b>	<b>147</b>
<b>Annexe 3 : Propriétés du quartz</b>	<b>151</b>
<b>Annexe 4 : Calculs des <math>T_{sij}</math> et <math>T_{cij}</math></b>	<b>155</b>







# **INTRODUCTION**



## INTRODUCTION

Les objectifs de cette étude, qui a eu lieu dans le cadre d'un projet européen GAPOGROWTH n° G5RD-CT2002600709, sont de modéliser et de réaliser des capteurs à sortie fréquentielle en GaPO<sub>4</sub>. La connaissance et l'expérience du quartz dans le domaine des capteurs va nous permettre de comparer et valider les résultats des modèles que nous présentons dans ce mémoire. De plus certains des capteurs présentés sont réalisés et confrontés aux modèles.

Le chapitre I présente les modèles analytiques des structures choisies. La structure est une poutre pour laquelle nous étudions différents modes de vibration. Le premier est celui d'élongation, suivi du mode de flexion puis le mode de torsion. Pour chaque mode, le calcul de la fréquence de résonance est brièvement rappelé pour déboucher ensuite sur l'étude de la sensibilité thermique. La détermination de coupes compensées en température autour de l'ambiante est démontrée. Le calcul du facteur de couplage ainsi que celui des paramètres motionnels sont effectués par la méthode de transformation conforme.

Le chapitre II est également une étude théorique des structures, mais celle ci est beaucoup plus complète. Un modèle numérique tridimensionnel de la structure, basé sur les éléments finis, est présenté. Une analyse modale permet de déterminer les modes du résonateur ainsi que leurs fréquences associées. Une comparaison avec les fréquences calculées au chapitre précédent est réalisée. Une analyse dynamique permet d'extraire les paramètres motionnels du capteur ainsi que l'étude du couplage entre les modes. L'influence de la géométrie des électrodes est également développée.

Le chapitre III présente les capteurs réalisés. La technologie utilisée pour la réalisation est détaillée. Les structures sont ensuite testées. La première expérimentation consiste à déterminer les fréquences de résonance et les paramètres motionnels associés. La seconde expérimentation a pour but de mesurer la fréquence en fonction de la température. Les mesures obtenues sont comparées au modèle du chapitre I et II.

Le chapitre IV est le travail d'une collaboration entre le département de Chimie de l'Université de Florence (IT) et le LCEP département FEMTO-ST. L'objectif étant d'apporter une explication aux problèmes rencontrés lors des mesures. Pour cela, un modèle numérique en éléments finis est construit. La comparaison entre les mesures et les valeurs du modèle est rapportée. Le

remplacement du quartz par le GaPO<sub>4</sub> dans les microbalances conduit à une meilleure sensibilité ainsi qu'à la possibilité de développement de nanobalances. L'augmentation de sensibilité implique la prise en compte de certains paramètres qui, pour une Microbalance en Cristal de Quartz (QCM), influe peu tel que la température. Les perspectives de futures études et collaborations sont également présentées.

## **1. Historique de la piézo-électricité [1-2]**

La piézo-électricité, pressentie au milieu du XIX<sup>e</sup> siècle d'après les théories cristallographiques de René Just Haüy, a été mise en évidence à Paris en 1880 par les frères Pierre et Jacques Curie. Ces derniers montrèrent que les cristaux de quartz, topaze, tourmaline, cane à sucre et sel de Rochelle génèrent une polarisation électrique sous contraintes mécaniques. La théorie des cristaux piézoélectriques fut déduite mathématiquement du principe fondamental de la thermodynamique par Lippmann en 1881. Immédiatement les frères Curies confirmèrent l'existence de l'effet piézoélectrique inverse. Ils apportèrent une preuve quantitative de la réversibilité complète de la déformation électro-élasto-mécanique dans les cristaux piézoélectriques.

La piézo-électricité n'était qu'une curiosité de laboratoire mais la guerre de 1914-1918 la fit entrer dans la voie des applications pratiques. En 1917, Paul Langevin eut l'idée d'exciter des lames de quartz par un signal électrique alternatif pour créer des ultrasons ; ceux-ci, réfléchis sur la coque des sous-marins ennemis, retournent vers d'autres cristaux piézoélectriques et y font naître des tensions électriques alternatives aisées à détecter. C'est, déjà, le sonar et la première utilisation conjuguée des effets piézoélectriques direct et inverse.

Walter G. Cady, en 1918, réalisa le premier oscillateur électronique stabilisé par un cristal de quartz. Il établit le schéma électrique équivalent du résonateur piézoélectrique. Dès lors, la piézo-électricité devint l'associée de l'électronique naissante. Elle permit la génération de fréquences électriques, donc d'échelles de temps, extrêmement stables, au point que dans les années trente on put ainsi mettre en évidence les irrégularités de rotation de la Terre.

La seconde guerre mondiale vit naître l'industrie moderne de la piézo-électricité. Cinquante millions de résonateurs à quartz piézoélectriques furent alors fabriqués aux Etats-Unis. A la même époque furent étudiés : des cristaux synthétiques, parfois décevants à l'usage ; mais surtout certaines céramiques, dites ferroélectriques, rendues anisotropes par un champ électrique au cours de leur élaboration et présentant ensuite un effet piézoélectrique intense.

## 2. Principe

La piézo-électricité est un phénomène propre à certains types de cristaux (le quartz est le plus connu). Parmi les 32 classes cristallographiques, seules 20 présentent les propriétés piézoélectriques [2]. Il apparaît à la surface de ces corps, quand on les soumet à des pressions, des charges électriques (effet "direct"). Inversement, l'application d'une tension électrique sur ces mêmes surfaces donne lieu à une modification des dimensions des cristaux (effet "indirect") (Figure 1). Il y a là un moyen de transformer un signal électrique en déformation mécanique et réciproquement.

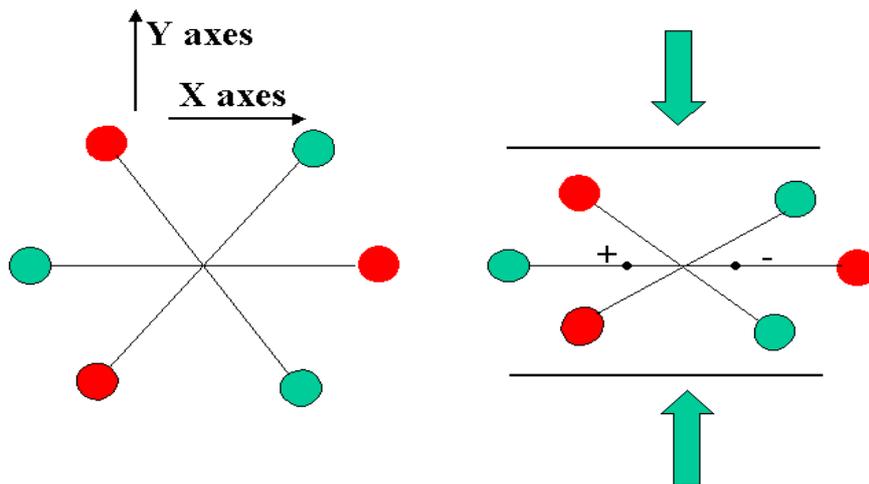


Figure 1 : Descriptif de l'effet piézoélectrique direct.

## 3. Applications

Ce phénomène, combiné aux propriétés de résonance mécanique des corps utilisés, permet d'obtenir des vibrations électriques ou mécaniques, à l'origine de nombreuses applications pratiques.

La première application fut militaire : le sonar. Elle ouvrit la porte à bien d'autres qui suivirent tel que : les accéléromètres, gyromètres, GPS... Tous les domaines sont touchés, des télécommunications jusqu'à l'automobile en passant par le médical.

Dans le secteur pétrolier sont employés des capteurs de pression compensés en température réalisés en quartz. Pour cela, sont utilisés les modes A et B en cisaillement d'épaisseur [3]. L'un mesure la pression quant à l'autre il permet de mesurer la température et par conséquent de compenser la pression. Les contraintes environnementales d'utilisation sont extrêmes, les capteurs vont au fond des puits lors du forage.

Dans les télécommunications, l'utilisation de matériaux piézoélectriques est importante. En terme de base de temps avec des résonateurs ultra-stables mais également avec l'utilisation des filtres à ondes de surfaces (téléphonie mobile). Une application commerciale connue du grand public et provenant directement du secteur militaire américain utilisant la piézo-électricité est le système de positionnement GPS (Système Global de positionnement). La mesure des distances s'effectue non pas avec des transducteurs piézoélectriques comme pour le sonar mais avec des horloges très précises basées sur l'effet piézoélectrique [3] . La stabilité et la précision de la base de temps sont cruciales pour cette application car elle en sont le coeur.

L'échographie est employée dans différents domaines de la médecine, du suivi de grossesse aux problèmes cardiaques en passant par l'examen du tube digestif. Le principe est le même que celui du sonar. Des actionneurs piézoélectriques en céramiques sont utilisés dans le secteur de l'automobile (injecteurs) et informatique (buses d'imprimante à jet d'encre), car ayant un facteur de couplage plus élevé. Le facteur de couplage est la propriété qu'a un matériau piézoélectrique à convertir l'énergie électrique en énergie mécanique ou inversement.

Les applications sont en constante évolution, diverses et variées, et nécessitent des performances de plus en plus accrues. Il est donc devenu essentiel de prospecter de nouveaux matériaux piézoélectriques ayant de nouvelles propriétés pour étendre ou améliorer les applications actuelles.

C'est dans cet objectif que s'est effectuée l'étude qui vous est présentée dans ce mémoire. Cette étude fait partie d'un contrat européen GAPOGROWTH dont le but est d'étudier, évaluer et développer des applications autour de l'orthophosphate de gallium ( $\text{GaPO}_4$ ).

#### **4. L'orthophosphate de gallium : $\text{GaPO}_4$ [4-10].**

Il y a un peu plus de 15 ans que les scientifiques d'AVL, entreprise autrichienne qui développe des capteurs piézoélectriques, étaient encouragés par le Président d'AVL, Professeur Helmut List à développer un nouveau matériau piézoélectrique pour dépasser les limitations des capteurs de pressions. Les activités de recherches ont été très rapidement concentrées sur la classe des cristaux homéotypiques du quartz, où les atomes de silicium sont remplacés par des atomes des groupes (III) et (IV) soit le gallium Ga (III) et le phosphore P (IV) dans le  $\text{GaPO}_4$ .

Lors de l'indisponibilité des cristaux, un modèle mathématique fut développé afin de prédire les propriétés futures du cristal [8]. Ainsi le plus prometteur des matériaux, le  $\text{GaPO}_4$  fut sélectionné pour être produit. Pour cela, un nouveau processus de croissance devait être développé pour créer les premiers cristaux d'orthophosphate de gallium. C'est en 1992, que le processus de croissance du

GaPO<sub>4</sub> sur des germes de quartz fut développé et breveté. Deux ans plus tard, la première application commerciale basée sur le GaPO<sub>4</sub> est introduite sur le marché avec succès. Il s'agit d'un capteur de pression permettant le suivi de la combustion à l'intérieur d'un moteur pour l'optimiser. Depuis 1994, la production de GaPO<sub>4</sub> n'a pas cessé de croître pour répondre à l'engouement suscité par les nouvelles propriétés de ce cristal.

L'orthophosphate de gallium est un nouveau cristal piézoélectrique qui offre de très bonnes propriétés :

- Fort facteur de couplage.
- Stabilité thermique, transition de phase à 970°C (Figure 2).

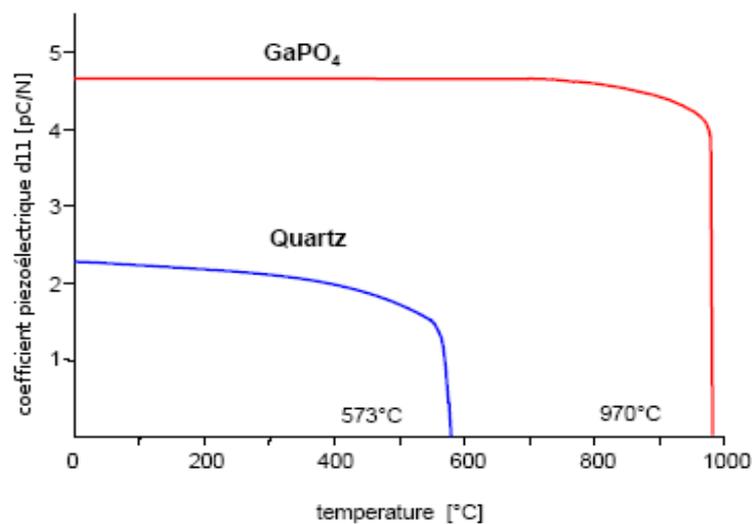


Figure 2 : Comparaison entre la constante piézoélectrique d<sub>11</sub> du quartz et du GaPO<sub>4</sub> [5].

Le GaPO<sub>4</sub> appartient à la même classe cristalline que le quartz (classe 32 : ce qui veut dire un système trigonal avec un axe d'ordre 3 et deux axes d'ordre 2). Il partage les mêmes excellentes propriétés que ce dernier. Cependant, il a une plus grande sensibilité piézoélectrique et une remarquable stabilité à hautes températures (jusqu'à 970°C).

La structure cristalline du GaPO<sub>4</sub> peut être obtenue à partir de la structure du quartz alpha en remplaçant alternativement les atomes de silicium (Si) par des atomes de gallium (Ga) et de phosphore (P) (Figure 3).

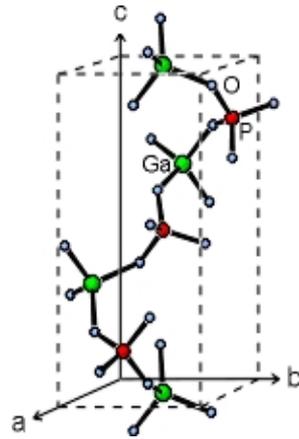


Figure 3 : Maille du GaPO<sub>4</sub> [5].

# **CHAPITRE I**

# **MODELES ANALYTIQUES**



Dans ce chapitre, nous allons développer des modèles analytiques pour différentes structures. L'objectif est d'étudier des structures simples, en l'occurrence des poutres. Nous pouvons donc valider et comparer les modèles théoriques avec le quartz. Car ce dernier est parfaitement connu pour ces structures aussi bien par la théorie que par l'expérience. Les modes d'extension, de flexion et de torsion sont détaillés et l'évolution de la fréquence en fonction de la température est analysée.

## 1. MODE D'EXTENSION

### 1.1. Détermination de la fréquence de résonance [11-15]

La géométrie de la structure étudiée est représentée sur la Figure I.1 . Soit  $v$  le déplacement en  $y$  d'une section rectangulaire  $S$  le long de l'axe  $Y$ , et  $v+dv$  celui en  $y+dy$ .

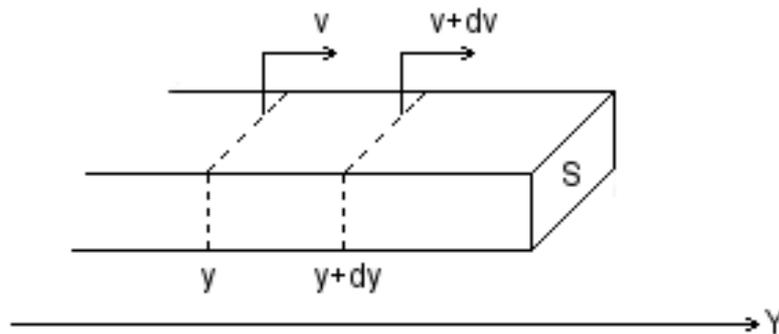


Figure I.1 : Section droite d'une poutre soumise à des efforts de traction-compression, dus à la propagation d'une onde longitudinale dans la direction  $Y$ .

Comme premières hypothèses, l'effet piézoélectrique est négligé ainsi que la masse des électrodes. Donc le principe fondamental de la dynamique appliqué à la tranche de la poutre comprise entre  $y$  et  $y+dy$  conduit à :

$$\rho S \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = F(y+dy) - F(y) = \frac{\partial F}{\partial y} dy \quad (\text{I.1})$$

Avec  $\rho$  la densité,  $F$  les forces extérieures.

On montre que la relation de Hooke relative à la poutre travaillant en traction-compression

permet d'écrire que la contrainte  $\sigma = \frac{F}{S} = \frac{1}{s_{22}} \frac{\partial v}{\partial y}$  .  $s_{22}$  est la composante 22 du tenseur  $s_{ij}$  des

souples et  $\frac{1}{s_{22}}$  est le module de Young suivant la direction Y. L'équation précédente (I.1) devient donc :

$$\frac{1}{\rho s_{22}} \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} - \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} = 0 \quad (\text{I.2})$$

L'équation (I.2) étant l'équation des ondes ou équation de d'Alembert, la solution générale (I.3) d'une telle équation est obtenue par la méthode de séparation des variables.

$$v(y, t) = \sum_{n=1}^{\infty} \left[ C_1 \cos\left(\frac{\omega_n}{c} y\right) + C_2 \sin\left(\frac{\omega_n}{c} y\right) \right] \left[ A_n \cos(\omega_n t) + B_n \sin(\omega_n t) \right] \quad (\text{I.3})$$

Avec,  $c = \sqrt{\frac{1}{\rho s_{22}}}$  vitesse de propagation du son suivant Y et  $\omega_n$  pulsation du n<sup>ième</sup> mode.

Les constantes  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $A_n$  et  $B_n$  sont déterminées par les conditions aux limites. Dans le cas d'une poutre encadrée-encadrée et encadrée-libre, nous obtenons respectivement une fréquence de résonance (I.4) et (I.5) :

$$f_n = \frac{n}{2 y_o} \sqrt{\frac{1}{\rho s_{22}}} \quad n \in \mathbb{N}^* \quad (\text{I.4})$$

$$f_n = \frac{n}{4 y_o} \sqrt{\frac{1}{\rho s_{22}}} \quad n \in \mathbb{N}^* \quad (\text{I.5})$$

Dans le cas des matériaux anisotropes, l'orientation de l'axe de la poutre par rapport au repère cristallographique est primordiale. Pour ce faire, nous nous conformons à la norme IEEE Std 176-1949 [16] dans le cas du quartz, représentée sur la Figure I.2 et la norme IEEE Std 176-1987 [17] pour le GaPO<sub>4</sub>.

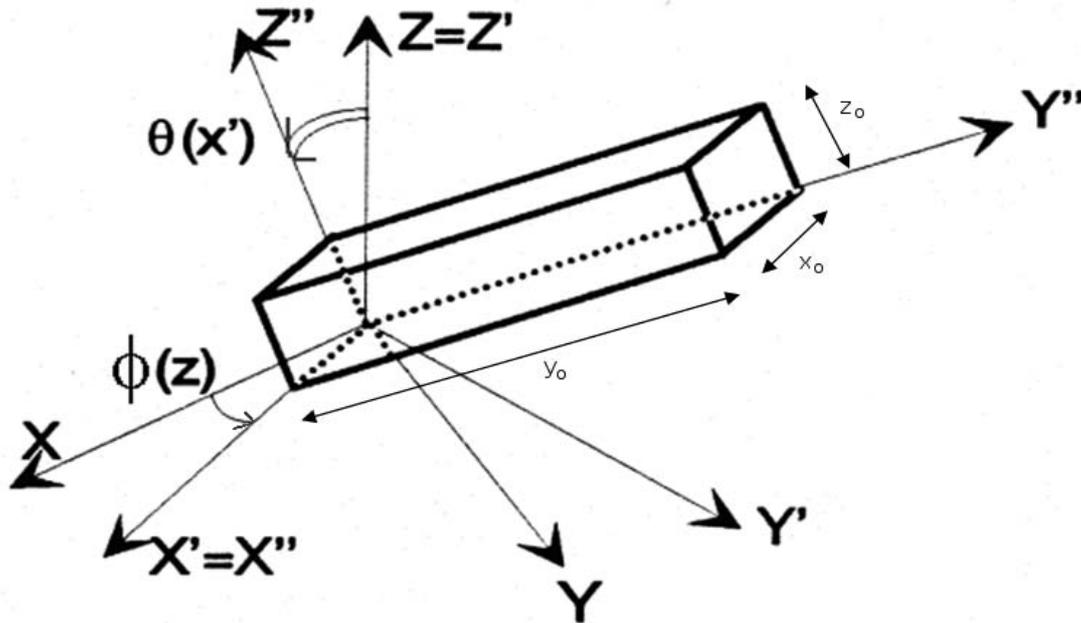


Figure I.2 : Définition des angles de rotation suivant le standard IEEE Std 176-1949 [16].

Pour une simple rotation suivant l'axe X, nous constatons (Figure I.3) une importante variation de fréquence en fonction de l'angle de coupe, ce qui est une conséquence directe de l'orientation de la poutre par rapport au repère cristallographique.

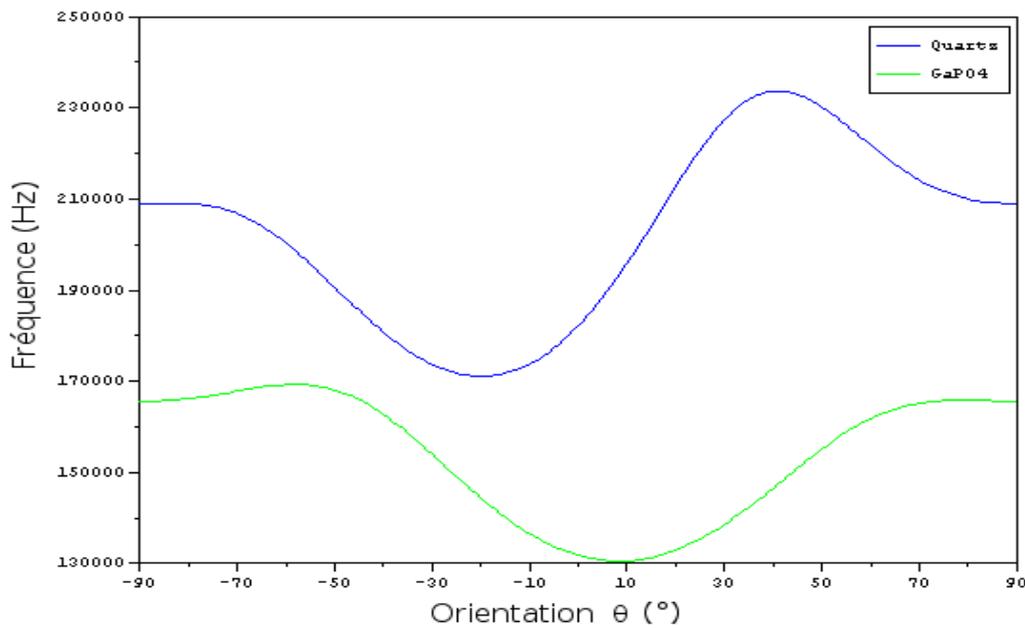


Figure I.3 : Fréquence en fonction de l'angle de coupe pour une poutre de section carrée ( $y_0 = 15$  mm,  $x_0 = 2$  mm et  $z_0 = 1$  mm).

## 1.2. Sensibilité thermique [18-19]

La sensibilité thermique pour un résonateur ou un capteur est primordiale, par conséquent pour ce type de capteur dont la mesure n'est pas la température, la sensibilité thermique doit être minimale voire nulle si possible. Cette sensibilité dépend principalement du mode de vibration utilisé ainsi que de l'angle de coupe.

Soit pour le cas d'une poutre en mode d'élongation, les expressions de la fréquence de résonance (I.4) ou (I.5) peuvent être simplifiées du fait que : les dimensions (I.6a, I.6b, I.6c), la souplesse (I.6d) et la densité (I.6e) dépendent également de la température :

$$x_T = x_o (1 + \epsilon_{xx}^1 (T - T_o) + \epsilon_{xx}^2 (T - T_o)^2 + \epsilon_{xx}^3 (T - T_o)^3 + \dots) \quad (\text{I.6a})$$

$$y_T = y_o (1 + \epsilon_{yy}^1 (T - T_o) + \epsilon_{yy}^2 (T - T_o)^2 + \epsilon_{yy}^3 (T - T_o)^3 + \dots) \quad (\text{I.6b})$$

$$z_T = z_o (1 + \epsilon_{zz}^1 (T - T_o) + \epsilon_{zz}^2 (T - T_o)^2 + \epsilon_{zz}^3 (T - T_o)^3 + \dots) \quad (\text{I.6c})$$

$$s_{22T} = s_{22T_o} (1 + T_{S_u}^1 (T - T_o) + T_{S_u}^2 (T - T_o)^2 + T_{S_u}^3 (T - T_o)^3 + \dots) \quad (\text{I.6d})$$

$$\rho_T = \rho_o \frac{x_o y_o z_o}{x_T y_T z_T} \quad (\text{I.6e})$$

Avec  $\rho_o$  est la densité à l'ambiante  $T_o = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ .  $x_o$ ,  $z_o$  et  $y_o$  sont les dimensions de la poutre à l'ambiante,  $\epsilon_{xx}^i$ ,  $\epsilon_{yy}^i$  et  $\epsilon_{zz}^i$  sont les coefficients de dilatation suivant x, y et z du  $i^{\text{ème}}$  ordre,  $T_{S_{kl}}^i$  est le coefficient de température de la souplesse du  $i^{\text{ème}}$  ordre.

Les expressions (I.6a) injectées dans les expressions de la fréquence (I.4) et (I.5) conduisent respectivement à (I.7) et (I.8) :

$$f_{nT} = \frac{n}{2} \sqrt{\frac{1}{\rho_o x_o y_o z_o}} \sqrt{\frac{x_T z_T}{s_{22T} y_T}} \quad (\text{I.7})$$

$$f_{nT} = \frac{n}{4} \sqrt{\frac{1}{\rho_o x_o y_o z_o}} \sqrt{\frac{x_T z_T}{s_{22T} y_T}} \quad (\text{I.8})$$

De même que la longueur, la souplesse et la densité, l'évolution de la fréquence en fonction de la température peut être écrite sous forme de développements limités autour de la température de référence  $T_o$  :

$$f_{nT} = f_{nT_o} (1 + T_{cf}^1 (T - T_o) + T_{cf}^2 (T - T_o)^2 + T_{cf}^3 (T - T_o)^3) \quad (\text{I.9})$$

$$\text{Avec : } T_{cf}^1 = \frac{1}{f_{nT_o}} \frac{\partial f_{nT}}{\partial T} \Bigg|_{T=T_o}, \quad T_{cf}^2 = \frac{1}{2! f_{nT_o}} \frac{\partial^2 f_{nT}}{\partial T^2} \Bigg|_{T=T_o} \quad \text{et} \quad T_{cf}^3 = \frac{1}{3! f_{nT_o}} \frac{\partial^3 f_{nT}}{\partial T^3} \Bigg|_{T=T_o}$$

On remarque que les Coefficients de Température de la Fréquence (CTF)  $T_{cf}^i$  correspondent à une combinaison linéaire des dérivées du logarithme de la fréquence.

Soit :

$$T_{cf}^1 = \frac{f'_{nT}}{f_{nT_o}} \Bigg|_{T=T_o} = (\log f_{nT})'_{T=T_o} \quad (\text{I.10a})$$

$$T_{cf}^2 = \frac{1}{2!} \frac{f''_{nT}}{f_{nT_o}} \Bigg|_{T=T_o} = \frac{1}{2!} \left[ (\log f_{nT})''_{T=T_o} - (T_{cf}^1)^2 \right] \quad (\text{I.10b})$$

$$T_{cf}^3 = \frac{1}{3!} \frac{f^{(3)}_{nT}}{f_{nT_o}} \Bigg|_{T=T_o} = \frac{1}{3!} \left[ (\log f_{nT})^{(3)}_{T=T_o} + 6 T_{cf}^1 T_{cf}^2 - 2 (T_{cf}^1)^3 \right] \quad (\text{I.10c})$$

Pour obtenir les expressions des CTF, il nous faut donc calculer les dérivées successives du logarithme de la fréquence (I.11) :

$$\log f_{nT} = \log n - \log 2 + \frac{1}{2} \left[ \log(x_T) + \log(z_T) - \log(y_T) - \log(s_{22T}) \right] \quad (\text{I.11})$$

Donc nous obtenons pour  $T_{cf}^j$  :

$$T_{cf}^1 = \frac{1}{2} \left[ \frac{x'_T}{x_o} \Bigg|_{T=T_o} + \frac{z'_T}{z_o} \Bigg|_{T=T_o} - \frac{y'_T}{y_o} \Bigg|_{T=T_o} - \frac{s'_{22T}}{s_{22T_o}} \Bigg|_{T=T_o} \right] \quad (\text{I.12})$$

Le développement limité de la variable  $x$  en fonction de la température est donné par (I.6a) ,la première dérivée de  $x$  par rapport à la température est donc :

$$\frac{\partial x_T}{\partial T} = x_o \left( \epsilon_{xx}^1 + 2\epsilon_{xx}^2 (T - T_o) + 3\epsilon_{xx}^3 (T - T_o)^2 + \dots \right) \quad (I.13)$$

Ce qui donne pour  $T \approx T_o$  ,  $\left. \frac{x'_T}{x_o} \right|_{T=T_o} = \epsilon_{xx}^1$  . Procédons de même pour les autres variables pour obtenir l'expression du premier CTF (I.14) en fonction des propriétés du matériau.

$$T_{cf}^1 = \frac{1}{2} \left[ \epsilon_{xx}^1 + \epsilon_{zz}^1 - \epsilon_{yy}^1 - T_{s_{22}}^1 \right] \quad (I.14)$$

En procédant de même, nous obtenons pour les autres ordres des Coefficients de Température de Fréquence (I.15) et (I.16) :

$$T_{cf}^2 = \frac{1}{4} \left[ \frac{x''}{x} - \left( \frac{x'}{x} \right)^2 + \frac{z''}{z} - \left( \frac{z'}{z} \right)^2 - \frac{y''}{y} + \left( \frac{y'}{y} \right)^2 - \frac{s_{22}''}{s_{22}} \dots \right. \\ \left. \dots + \left( \frac{s_{22}'}{s_{22}} \right)^2 \right]_{T=T_o} + \frac{1}{2} \left[ \frac{1}{2} \left( \frac{x'}{x} + \frac{z'}{z} - \frac{y'}{y} - \frac{s_{22}'}{s_{22}} \right) \right]_{T=T_o}^2 \quad (I.15)$$

$$T_{cf}^3 = \frac{1}{3!} \frac{1}{2} \left[ \frac{x^{(3)}}{x} - 3 \left( \frac{x''}{x} \frac{x'}{x} \right) + 2 \left( \frac{x'}{x} \right)^3 + \frac{z^{(3)}}{z} - 3 \left( \frac{z''}{z} \frac{z'}{z} \right) + 2 \left( \frac{z'}{z} \right)^3 \dots \right. \\ \left. \dots - \frac{y^{(3)}}{y} + 3 \left( \frac{y''}{y} \frac{y'}{y} \right) - 2 \left( \frac{y'}{y} \right)^3 - \frac{s_{22}^{(3)}}{s_{22}} + 3 \left( \frac{s_{22}''}{s_{22}} \frac{s_{22}'}{s_{22}} \right) - 2 \left( \frac{s_{22}'}{s_{22}} \right)^3 \right]_{T=T_o} \dots \\ \dots + T_{cf}^1 T_{cf}^2 - \frac{1}{3} \left( T_{cf}^1 \right)^3 \quad (I.16)$$

Développons ces expressions afin d'obtenir des équations définies uniquement à partir des propriétés du matériau. Pour cela, continuons le raisonnement déjà effectué pour le premier CTF et appliquons le aux autres variables sachant qu'il en est de même.

Donc, la dérivée seconde et troisième de  $x$  par rapport à la température sont :

$$\frac{\partial^2 x_T}{\partial T^2} = x_o \left( 2\epsilon_{xx}^2 + 6\epsilon_{xx}^3 (T - T_o) \right) \quad (\text{I.17})$$

$$\frac{\partial^3 x_T}{\partial T^3} = x_o \left( 6\epsilon_{xx}^3 \right) \quad (\text{I.18})$$

Ce qui donne  $\left. \frac{x''}{x} \right|_{T=T_o} = 2\epsilon_{xx}^2$ ,  $\left. \frac{x^{(3)}}{x} \right|_{T=T_o} = 6\epsilon_{xx}^3$  pour  $T \approx T_o$ . Effectuons de même pour

les autres variables, ce qui conduit au second et troisième CTF :

$$T_{cf}^2 = \frac{1}{4} \left[ 2\epsilon_{xx}^2 - (\epsilon_{xx}^1)^2 + 2\epsilon_{zz}^2 - (\epsilon_{zz}^1)^2 - 2\epsilon_{yy}^2 + (\epsilon_{yy}^1)^2 \dots \right. \\ \left. \dots - 2T_{s_{22}}^2 + (T_{s_{22}}^1)^2 \right] + \frac{1}{2} \left[ \frac{1}{2} (\epsilon_{xx} + \epsilon_{zz} - \epsilon_{yy} - T_{s_{22}}^1) \right]^2 \quad (\text{I.19})$$

$$T_{cf}^3 = \frac{1}{12} \left[ 6\epsilon_{xx}^3 - 6\epsilon_{xx}^2 \epsilon_{xx}^1 + 2(\epsilon_{xx}^1)^3 + 6\epsilon_{zz}^3 - 6\epsilon_{zz}^2 \epsilon_{zz}^1 + 2(\epsilon_{zz}^1)^3 \dots \right. \\ \left. \dots - 6\epsilon_{yy}^3 + 6\epsilon_{yy}^2 \epsilon_{yy}^1 - 2(\epsilon_{yy}^1)^3 - 6T_{s_{22}}^3 + 6T_{s_{22}}^2 T_{s_{22}}^1 - 2(T_{s_{22}}^1)^3 \right] + T_{cf}^2 T_{cf}^1 - \frac{1}{3} (T_{cf}^1)^3 \quad (\text{I.20})$$

Le but principal du calcul de ces CTF et de trouver les coupes compensées à l'ambiante si elles existent. Les expressions de CTF (I.14), (I.19) et (I.20) permettent d'étudier l'évolution de la fréquence en fonction des angles de coupe au 1<sup>er</sup>, 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> ordre.

La Figure I.4 représente les variations du 1<sup>er</sup> CTF pour le quartz et le GaPO<sub>4</sub>. Nous retrouvons pour le quartz la coupe compensée à 5° [13]. Nous remarquons également que ce n'est pas une coupe purement compensée mais une coupe dont les effets de température sont minimisés. Le premier CTF vaut -1,2 ppm. Pour le GaPO<sub>4</sub>, il existe deux coupes réellement compensées, l'une à -52,6° et l'autre à -8° avec  $T_{cf}^1 = 0$ .

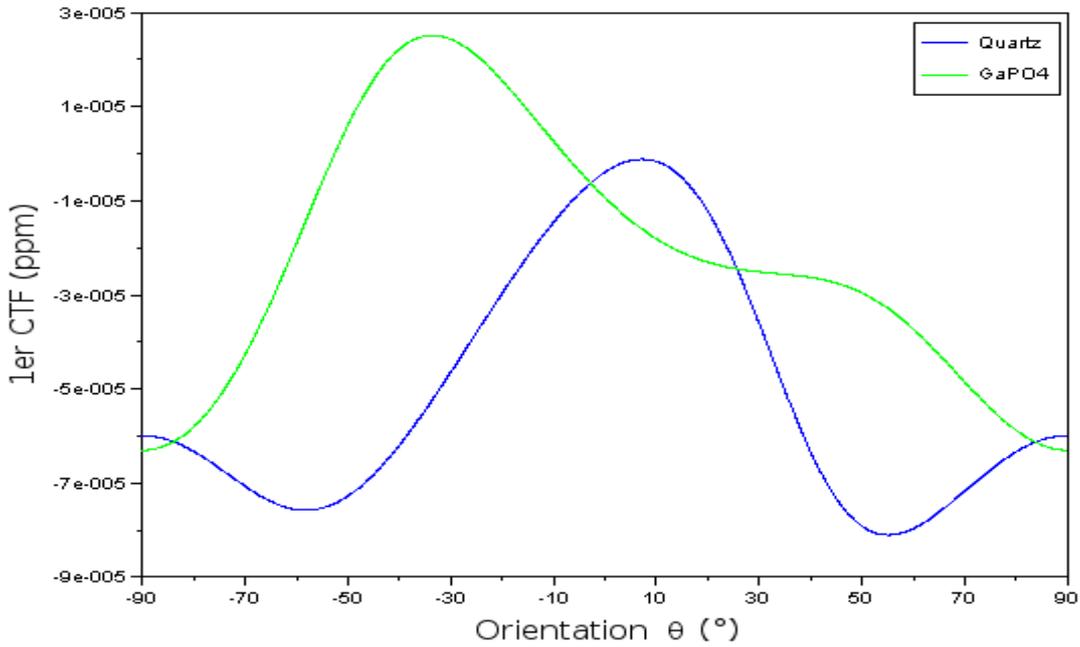
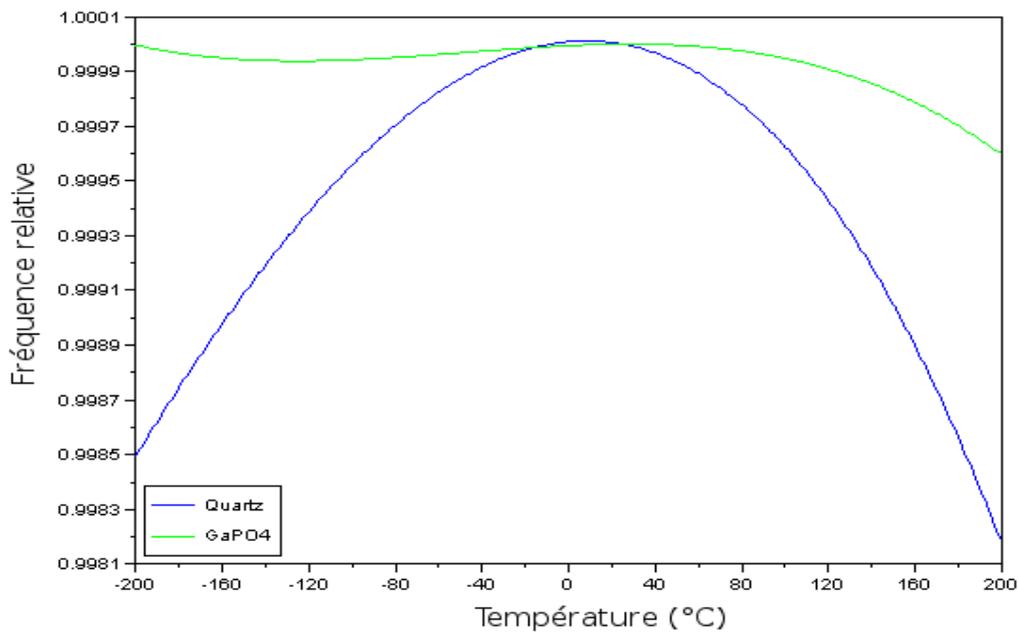


Figure I.4 : 1<sup>er</sup> CTF en fonction de l'angle de coupe pour le quartz et le GaPO<sub>4</sub>.

La Figure I.5 montre les variations normées de la fréquence en fonction de la température pour les coupes compensées en température : la coupe compensée X-8° pour le GaPO<sub>4</sub> et la coupe X+5° où les variations sont minimisées dans le cas du quartz.

a)



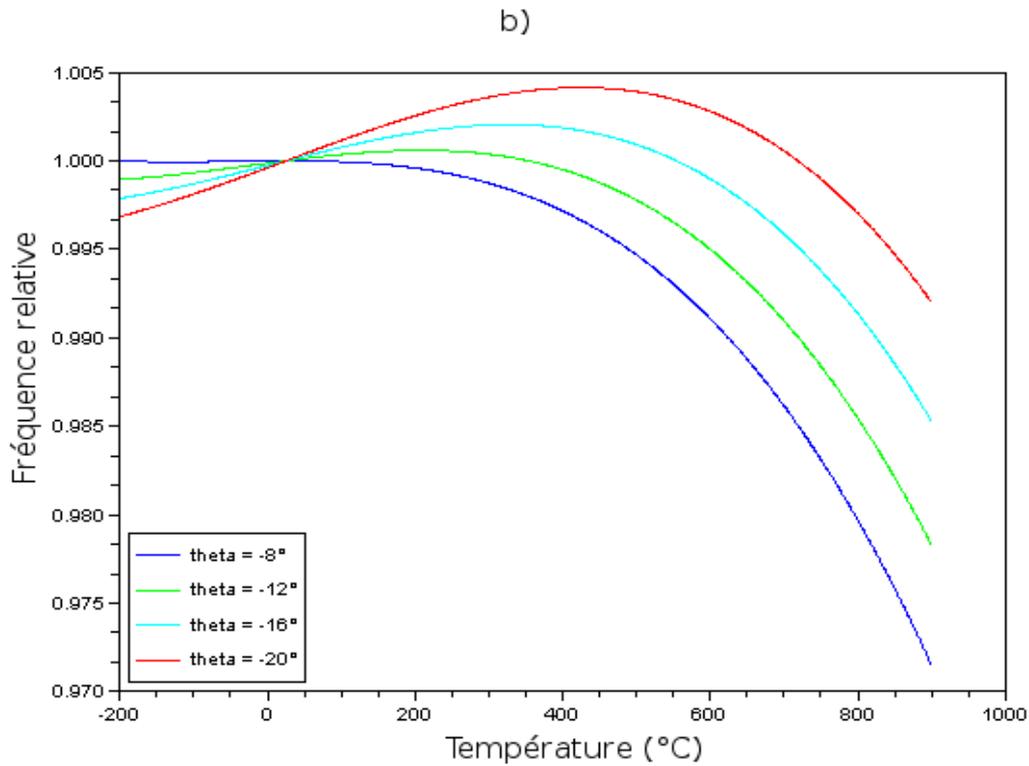


Figure I.5 : Variations relative de la fréquence en fonction de la température pour :

- a) les coupes X+5° du quartz et X-8° du GaPO<sub>4</sub>.
- b) différentes orientations suivant  $\theta$  pour le GaPO<sub>4</sub>.

Si nous modifions légèrement l'angle de coupe, nous remarquons que la fréquence est toujours compensée mais à une température différente de celle de l'ambiante [20].

### 1.3. Détermination du coefficient de couplage électromécanique

Nous allons déterminer le coefficient de couplage électromécanique ainsi que les paramètres motionnels d'un barreau vibrant en élongation pour les coupes compensées obtenues précédemment

1 – Coupe X-8°

2 – Coupe X-52,6°

Ces deux coupes sont représentées sur la Figure I.7. Le repère (X,Y, Z) est le repère cristallographique quant au repère (X,Y', Z') celui de la coupe en question.

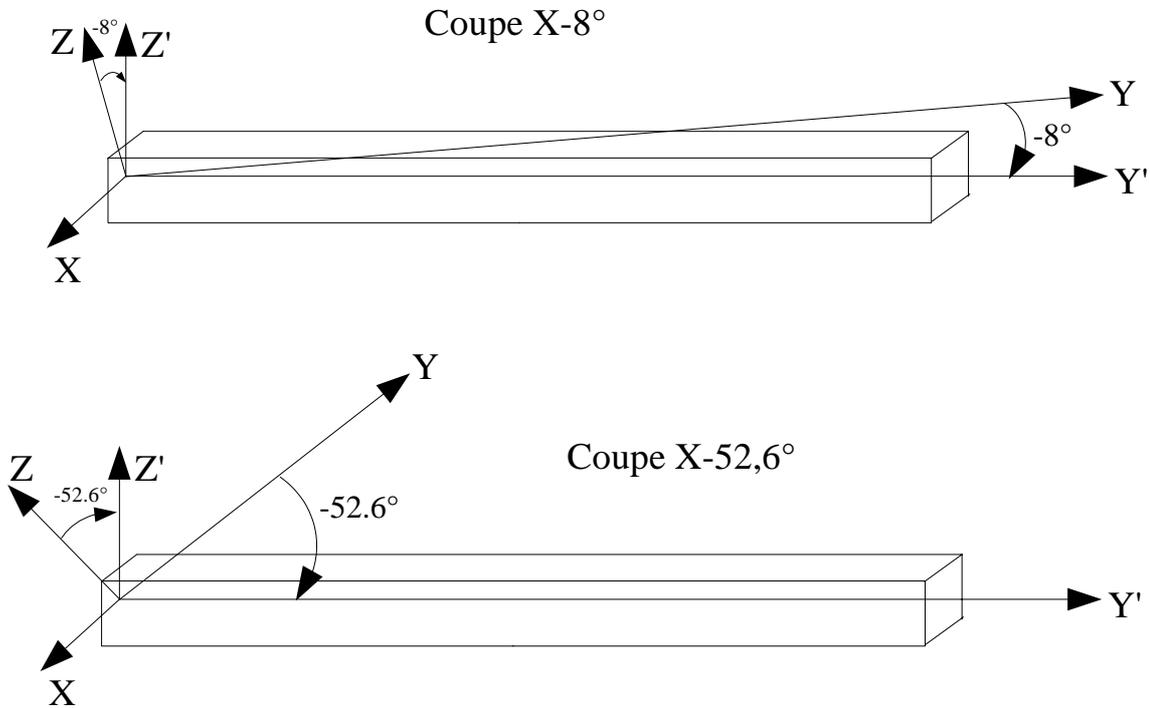
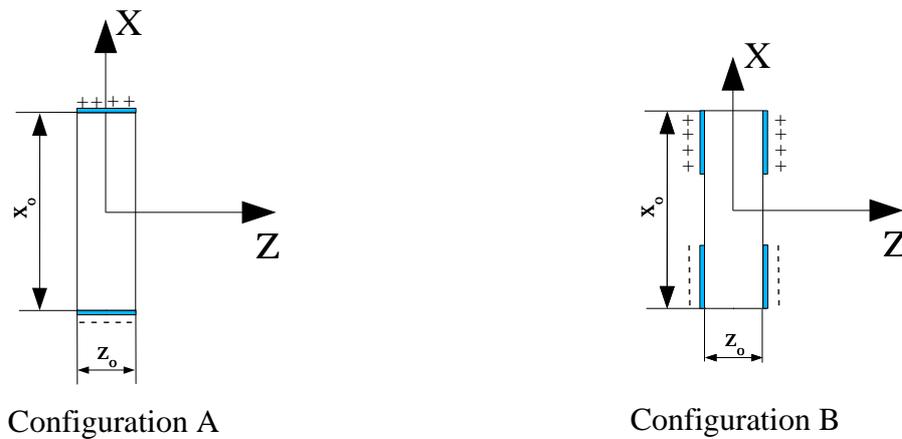


Figure I.7 : Représentation des coupes X-8° et X-52,6°

Afin d'obtenir le mode d'élongation pour de telles coupes, soit une simple rotation suivant  $\theta$ , il est nécessaire de part les propriétés piézoélectriques du cristal d'avoir un champ électrique résultant suivant l'axe X. Les configurations possibles des électrodes pour obtenir un tel champ électrique sont représentées sur la Figure I.8.



Configuration A

Configuration B

Figure I.8 : Configuration d'électrodes pour le mode d'élongation.

Le coefficient de couplage électromécanique caractérise l'aptitude du résonateur à transférer une partie de l'énergie électrique reçue en énergie mécanique. Nous pouvons le calculer en utilisant la formule de Lewis [21] :

$$k^2 = \frac{U_p^2}{U_m U_e} \quad (\text{I.21})$$

où  $U_p = \frac{1}{2} d_{ikl} \sigma_{kl} E_i$  énergie piézoélectrique

$U_m = \frac{1}{2} s_{ijkl}^E \sigma_{ij} \sigma_{kl}$  énergie mécanique

$U_e = \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^T E_i E_j$  énergie électrique

avec  $k, l$  de 1 à 6 et  $i, j$  de 1 à 3.

Avec  $d_{ikl}$  tenseur des coefficients piézoélectriques,  $s_{ijkl}$  tenseur des souplesses,  $\varepsilon_{ij}$  tenseur de permittivité,  $\sigma_{kl}$  composante  $kl$  des contraintes mécaniques et  $E_i$  champ électrique suivant  $i$ .

Il faut donc déterminer le champ électrique à l'intérieur de la poutre. Pour cela on considère que les dimensions de la section du barreau sont petites par rapport à sa longueur. Ce qui permet de supposer que toutes les composantes de contraintes sont négligeables à l'exception de la composante  $\sigma_2$  dirigée suivant la longueur. De plus l'énergie électrique est supposée concentrée au centre du résonateur. Le quartz et le  $\text{GaPO}_4$  sont considérés comme électriquement isotropes comparés aux céramiques piézoélectriques.

Le champ électrique n'étant pas uniforme à l'intérieur de la poutre, nous allons donc utiliser une méthode qui permet d'uniformiser ce champ électrique : méthode de transformation conforme [23].

Quel que soit la définition des électrodes, le calcul du champ électrique à l'intérieur de la poutre est ramené à un calcul de champ électrique pour des électrodes coplanaires.

La transformation conforme  $w = f(z)$  pour des électrodes définies suivant la configuration B est

représentée sur la Figure I.9. Il en est de même pour tout autre configuration d'électrodes.

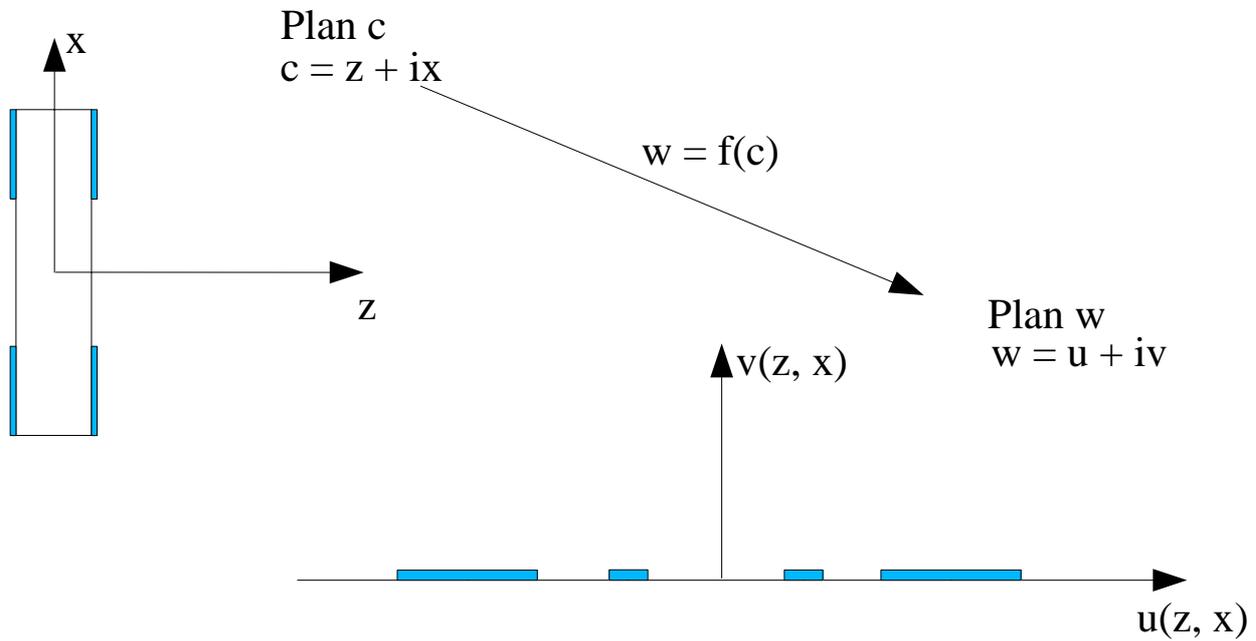


Figure I.9 : Transformation conforme pour des électrodes définies dans la configuration B.

Par définition le champ électrique  $E$  dérive d'un potentiel  $\phi$  donc :

$$E(c) = -\frac{\partial \phi}{\partial c} = -\frac{\partial \phi}{\partial w} \frac{\partial w}{\partial c} = \frac{\partial w}{\partial c} E(w) \quad (\text{I.22})$$

Or nous connaissons la forme du champ électrique pour  $n$  électrodes coplanaires [22] :

$$E(w) = \frac{\sum_{s=1}^n b_s w^{s-1}}{\prod_{r=1}^{2n} (w - a_r)^{1/2}} \quad (\text{I.23})$$

$a_r$  étant les extrémités des électrodes et  $b_s$  des constantes déterminées par les potentiels sur les électrodes.

Nous constatons donc que le champ électrique à l'intérieur de la poutre découle du champ électrique des électrodes coplanaires par la transformation conforme  $f$ . Cette transformation conforme qui consiste à transformer l'intérieur de la poutre en demi-plan supérieur est la

transformation de Schwartz-Christoffel [23].

La Figure I.10 représente la transformation dans le cas de configuration A pour le mode d'élongation. Le fait d'utiliser le plan  $w_1$  permet de simplifier les calculs lors de la détermination de la transformation de Schwartz-Christoffel.

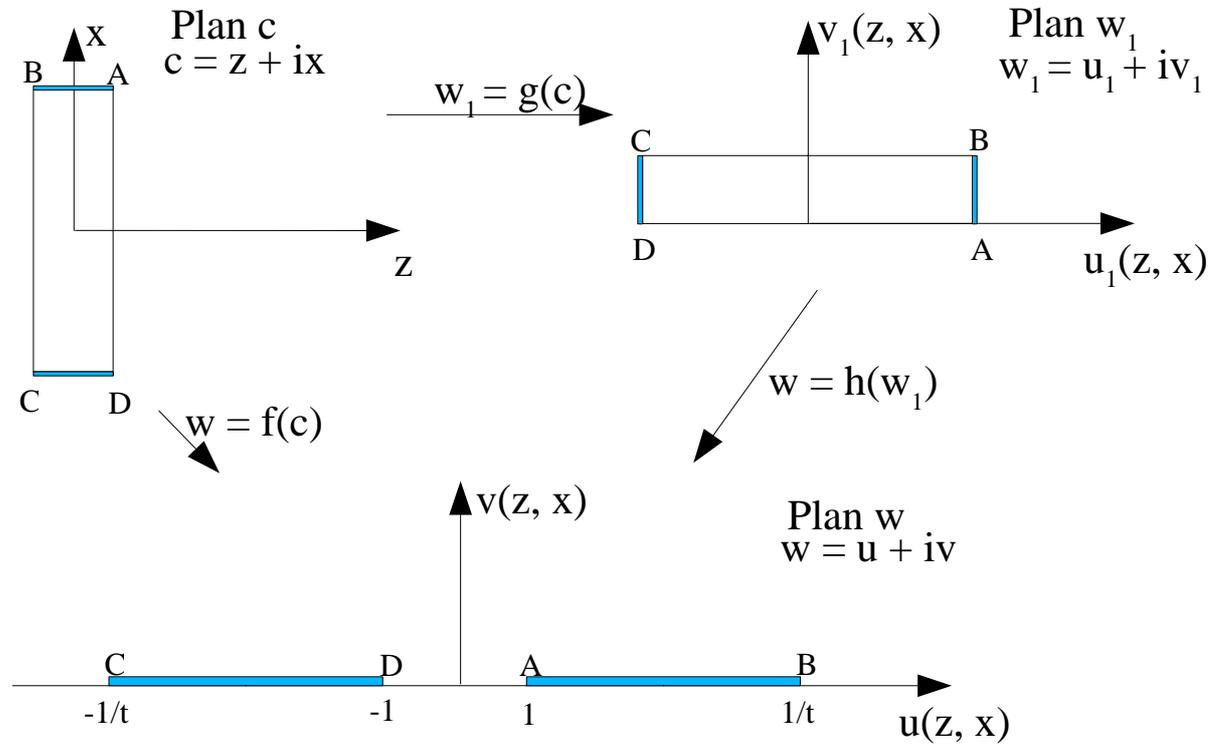


Figure I.10 : Représentation de la transformation conforme :  
intérieur du rectangle – demi-plan supérieur.

La transformation  $w_1 = g(c)$  est une rotation de  $-\frac{\pi}{2}$  suivie d'une translation de  $\frac{z_o}{2}$  soit :

$$w_1 = g(c) = -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \tag{I.24}$$

La seconde transformation est basée sur l'intégrale de Schwartz-Christoffel, en prenant les points

$W = \pm 1$  et  $W = \pm \frac{1}{t}$  de l'axe réel du plan  $w$  comme points correspondants aux quatre

sommets de la section de la poutre dans le plan  $w_1$ , nous pouvons écrire [24-25] :

$$w_1 = A \int_0^w \left(w + \frac{1}{t}\right)^{-\frac{1}{2}} (w+1)^{-\frac{1}{2}} (w-1)^{-\frac{1}{2}} \left(w - \frac{1}{t}\right)^{-\frac{1}{2}} dw + B \quad (\text{I.25})$$

Or l'origine du plan  $w_1$  devient après transformation l'origine du plan  $w$  ce qui annule la constante  $B$ .

L'expression (I.25) peut également s'écrire sous la forme suivante :

$$w_1 = A t F(t, W) \quad (\text{I.26})$$

où  $F(t, W) = \int_0^w \frac{dw}{\sqrt{(1-w^2 t^2)(1-w^2)}}$  est l'intégrale elliptique de première espèce [26].

Pour obtenir la constante  $A$ , nous écrivons que le point  $A$  du plan  $w_1$  de coordonnées  $(\frac{x_o}{2}, 0)$  correspond au point  $(1, 0)$  dans le plan  $w$ , soit :

$$\frac{x_o}{2} = A t K(t) \quad (\text{I.27})$$

avec  $K(t)$  l'intégrale elliptique complète de première espèce définie tel que :

$$K(t) = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{d\phi}{\sqrt{(1-t^2 \sin^2(\phi))}} \quad 0 \leq \phi \leq 2\pi \quad (\text{I.28})$$

Soit :

$$w_1 = \frac{x_o}{2 K(t)} F(t, W) \quad (\text{I.29})$$

Cependant il reste à déterminer le paramètre  $t$ , pour ce faire écrivons la différence entre les coordonnées du point  $A (\frac{x_o}{2}, 0)$  et  $B (\frac{x_o}{2}, z_o)$  en utilisant l'équation (I.29) ce qui conduit à :

$$\frac{x_o}{2 z_o} = \frac{K(t)}{K(\sqrt{1-t^2})} \quad (\text{I.30})$$

L'équation (I.30) permet de calculer le paramètre  $t$  en fonction des dimensions de la section.

Nous avons jusqu'à présent une transformation de  $w$  dans  $w_1$ , or le but est d'avoir une transformation de  $w_1$  dans  $w$ . Pour cela il faut introduire les fonctions elliptiques de Jacobi:  $Sn$ ,  $Cn$  et  $dn$  [26]. Alors nous avons :

$$W = Sn(w_1, t) \tag{I.31}$$

Donc la transformation de  $w_1$  dans  $w$  devient :

$$w = Sn\left(\frac{2K(t)}{x_o} W_1, t\right) \tag{I.32}$$

Avec  $W_1$  les coordonnées des points correspondant aux sommets de la section de la poutre dans  $w_1$ .

En tenant compte de la première transformation  $W_1 = g(c)$ , la transformation conforme qui exprime l'intérieur du rectangle du plan  $c$  en partie supérieure du plan  $w$  est donc :

$$w = Sn\left(\frac{2K(t)}{x_o} \left[ -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \right], t\right) \tag{I.33}$$

Lorsque les électrodes se trouvent en configuration A dans le plan  $c$ , cela se traduit par deux électrodes coplanaires dans le plan  $w$  (Figure I.11).

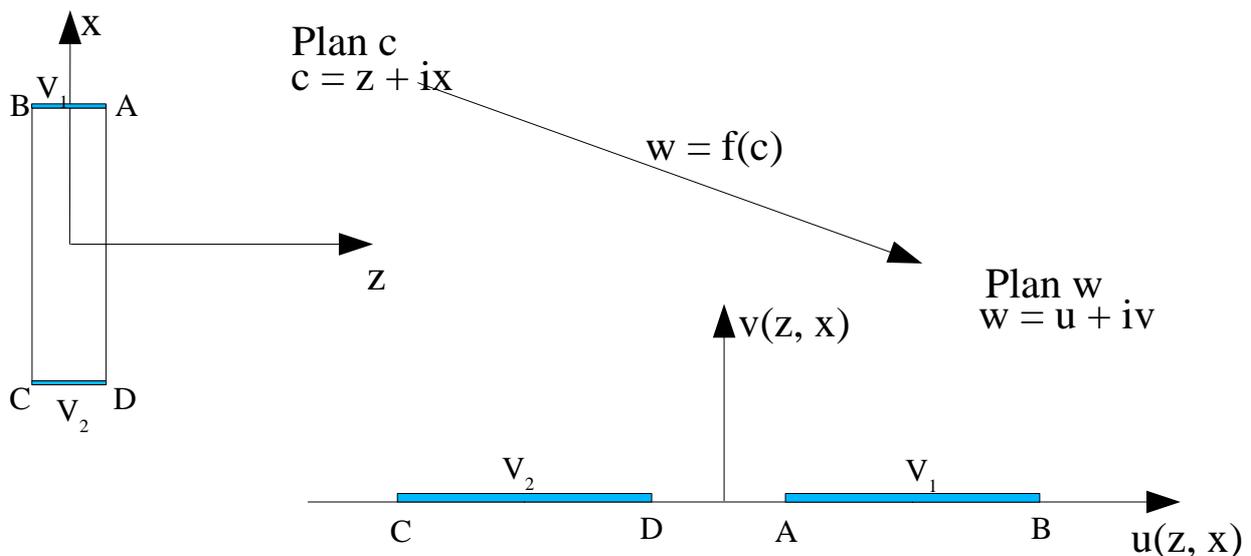


Figure I.11 : Configuration d'électrodes pour le mode d'élongation.

Pour une telle transformation conforme, les électrodes se trouvent symétriques par rapport à l'axe des ordonnées du plan  $w$ , soit  $a = u(A)$  et  $b = u(B)$ . De plus lorsque le potentiel des électrodes est opposé et égal à  $V_A$ , d'après I.23 le champ électrique dans le plan  $w$  s'écrit :

$$E(w) = \frac{b V_A}{K\left(\frac{a}{b}\right) \sqrt{(w^2 - a^2)(w^2 - b^2)}} \quad (I.34)$$

$$E(w) = E_u(w) - i E_v(w) \quad (I.35)$$

La Figure I.12 représente la partie réelle et imaginaire du champ électrique dans le plan  $w$ , pour deux électrodes coplanaires :

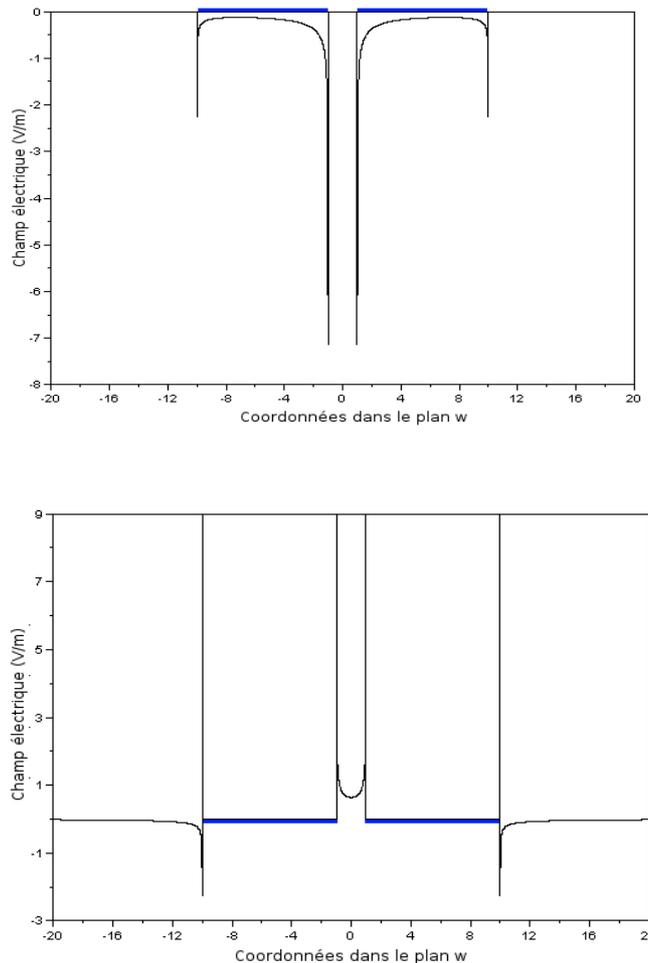


Figure I.12 : Partie réelle et imaginaire du champ électrique dans le plan  $w$  pour deux électrodes coplanaires

Or nous avons vu qu'à partir du champ obtenu dans le plan  $w$  nous pouvons déterminer celui dans le plan  $c$  avec la transformation conforme.

Soit :

$$E(c) = \frac{\partial w}{\partial c} E(w) = Cn \left( \frac{2K(t)}{x_o} \left[ -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \right] \right) dn \left( \frac{2K(t)}{x_o} \left[ -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \right] \right) E(w) \quad (I.36)$$

De plus pour le mode d'élongation, la seule contrainte mécanique présente est suivant la longueur de poutre soit  $\sigma_z$ . D'où le coefficient de couplage électromécanique (I.21) devient :

$$k^2 = \frac{d_{12}^2 \left( \iint_{section} E(z + ix) dx dz \right)^2}{s_{22} x_o z_o \epsilon_{11} \iint_{section} E(z + ix)^2 dx dz} \quad (I.37)$$

Le calcul des paramètres du circuit électrique équivalent (Figure I.13) peut également être déterminé par la connaissance du champ électrique tel que la capacité statique :

$$C_o = \epsilon_o \epsilon_r \frac{\oint \Im(E(c)) dc}{V_A - V_B} \quad (I.38)$$

Avec  $\Im(E(c))$  partie imaginaire du champ électrique complexe  $E(z)$ .

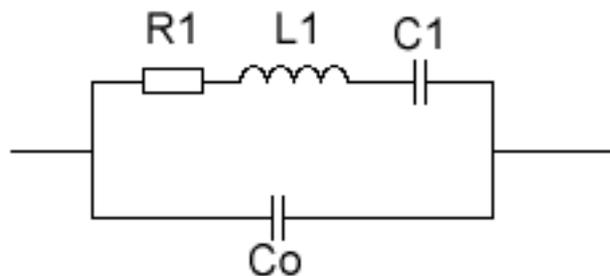


Figure I.13 : Schéma du circuit électrique équivalent.

Soit dans le cas de deux électrodes telle que défini dans la configuration A, il vient d'après I.35 :

$$C_o = \epsilon_{22} \frac{K(\sqrt{1-t^2})}{K(t)} \quad (\text{I.39})$$

Soit en utilisant l'équation (I.30), la capacité par unité de longueur devient :

$$C_{o \text{ par unité de longueur}} = \epsilon_{22} \frac{2z_o}{x_o} \quad (\text{I.40})$$

Ce qui correspond, pour une métallisation des électrodes sur toute la longueur de poutre  $y_o$ , à une capacité statique de :

$$C_o = \epsilon_{22} \frac{2 z_o}{x_o} y_o \quad (\text{I.41})$$

De plus, la formule de Lewis définissant le coefficient de couplage électromécanique relie la capacité statique à la capacité motionnelle  $C_1$  :

$$C_1 = k^2 C_o \quad (\text{I.42})$$

#### 1.4. Application numérique

Pour une poutre  $\theta = 0^\circ$ , de 15 mm de long, 2 mm de large et 1 mm de haut, nous obtenons un facteur de couplage pour le quartz et de le  $\text{GaPO}_4$  de :

$$k_{\text{quartz}}^2 = 0,0104748 \qquad k_{\text{GaPO}_4}^2 = 0,0209185$$

Le calcul de la capacité statique où les électrodes sont disposées suivant la configuration A donne :

$$C_{o \text{ quartz}} = 2,398 \text{ pF} \qquad C_{o \text{ GaPO}_4} = 3,239 \text{ pF}$$

La vérification expérimentale de ces valeurs est nécessaire vue les hypothèses utilisées dans le

modèle. Cependant ce modèle permet d'étudier un comportement et d'avoir un ordre d'idées sur les valeurs attendues, ce qui est très utile en pré-étude d'une simulation éléments finis beaucoup plus complexe. La vérification expérimentale ainsi que la simulation éléments finis seront détaillées ultérieurement dans cet ouvrage.

## 2. MODE DE FLEXION

### 2.1. Détermination de la fréquence de résonance [11-15, 27, 28]

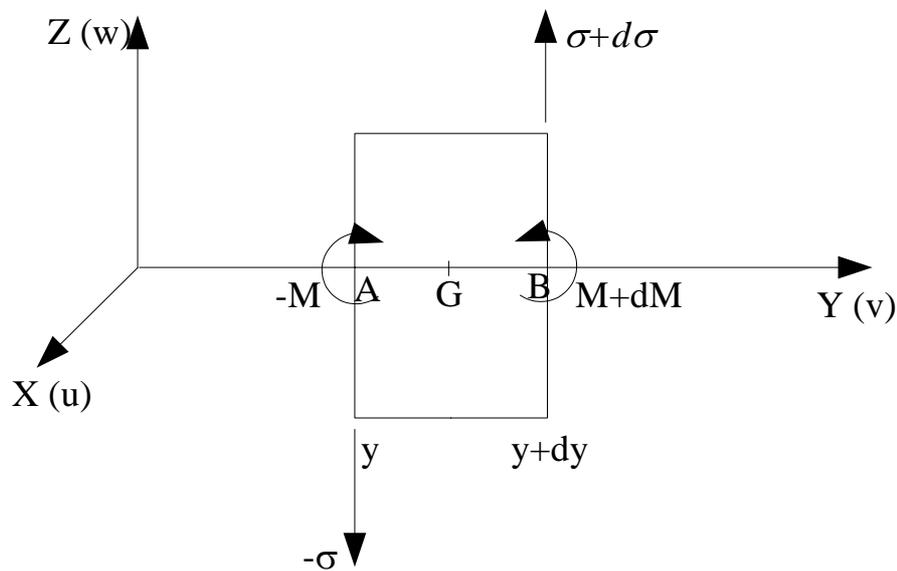


Figure I.14 : Section droite d'une poutre soumise à des efforts de flexion.

La Figure I.14 représente un tronçon de poutre soumis à des efforts de flexion suivant l'axe Z. L'hypothèse utilisée est celle de Bernoulli : une section droite et normale à la fibre neutre S reste droite et normale à la fibre neutre. Ce qui a pour conséquence d'annuler la déformation de cisaillement transverse. De plus, cette hypothèse est valide si et seulement si la largeur et la hauteur sont négligeables par rapport à la longueur c'est-à-dire un rapport d'environ 20 minimum. Comme pour le mode d'extension, l'effet piézoélectrique est négligé dans un premier temps dû au faible coefficient de couplage du matériau.

L'équilibre dynamique du tronçon est défini par les équations (I.43) et (1.45). La première équation décrit le principe fondamental de la dynamique :

$$\sigma + d\sigma - \sigma = \rho S dy \frac{d^2 w}{dt^2} \Rightarrow \frac{d\sigma}{dy} = -\rho S \frac{d^2 w}{dt^2} \quad (\text{I.43})$$

Quant à la deuxième équation, elle traduit l'équilibre des moments résultant en G en négligeant l'inertie rotatoire :

$$(-\vec{M} + d\vec{M} + \vec{M})\vec{x} + \vec{G}A \wedge \vec{\sigma} + \vec{G}B \wedge (\vec{\sigma} + d\vec{\sigma}) = I \vec{\ddot{\theta}} = \vec{0} \quad (\text{I.44})$$

Avec  $I$  moment d'inertie et  $\vec{\ddot{\theta}}$  accélération angulaire en rad/s.

D'où :

$$\frac{dM}{dy} + \sigma = 0 \Rightarrow \sigma = -\frac{dM}{dy} \quad (\text{I.45})$$

De plus la loi de Hooke exprime le lien entre efforts et déformations en utilisant les propriétés du matériau. Pour la poutre de Bernoulli, cette relation efforts-déformations se réduit à [15] :

$$M = \frac{I}{s_{22}} \frac{d^2 w}{dy^2} \quad \text{avec} \quad I = \frac{x_o z_o^3}{12} \quad (\text{I.46})$$

En combinant les équations (I.43), (I.45) et (I.47) nous obtenons l'équation des ondes suivante :

$$\rho S \frac{\partial w^2}{\partial t^2} + \frac{I}{s_{22}} \frac{\partial w^4}{\partial y^4} = 0 \quad (\text{I.47})$$

La solution de cette équation des ondes (I.47) est de la forme :

$$w(y) = A_o \cosh(\alpha y) + B_o \sinh(\alpha y) + C_o \cos(\alpha y) + D_o \sin(\alpha y) \quad (\text{I.48})$$

$$\text{avec} \quad \alpha = \left( \frac{\rho S \omega^2 s_{22}}{I} \right)^{1/4} \quad \text{et} \quad \omega = (2\pi f)^2$$

Les conditions aux limites permettent de déterminer les constantes  $A_o$ ,  $B_o$ ,  $C_o$  et  $D_o$  ainsi que l'équation aux fréquences. La résolution de cette équation aux fréquences conduit aux fréquences propres de la poutre.

$$f_n = \frac{\lambda_n^2}{2\pi y_o^2} \sqrt{\left(\frac{I}{\rho S s_{22}}\right)} \quad (\text{I.49})$$

Avec  $\lambda_n$  n<sup>ième</sup> solution de l'équation aux fréquences.

## 2.2. Sensibilité thermique [18-20]

De même que pour le mode d'élongation, il est possible de déterminer un angle de coupe dans le cristal afin d'obtenir une influence minimale ou nulle de la température sur la fréquence de résonance. L'expression de la fréquence (I.49) peut être considérablement simplifiée, en se ramenant à une expression dépendant uniquement des paramètres géométriques ainsi que des caractéristiques matérielles de la structure à la température T :

$$I_T = \frac{x_T z_T^3}{12} \quad (\text{I.50a})$$

$$\rho_T = \rho_o \frac{x_o y_o z_o}{x_T y_T z_T} \quad (\text{I.50b})$$

$$S_T = x_T z_T \quad (\text{I.50c})$$

Ces trois expressions (I.50a, I.50b, I.50c) injectées dans l'expression de la fréquence (1.49) conduit à :

$$f_{nT} = \frac{\lambda_n}{2\pi} \sqrt{\left(\frac{z_T^3 x_T}{\rho_o x_o y_o z_o s_{22T} y_T^3}\right)} \quad (\text{I.51})$$

Le calcul des Coefficients de Température de la Fréquence (CTF) s'effectue de manière similaire à celui réalisé pour le mode d'élongation (I.10a, I.10b et I.10c) .

Donc pour le premier CTF :

$$T_{cf}^1 = \frac{1}{2} \left[ \frac{x_T'}{x_{T_o}} + 3 \frac{z_T'}{z_{T_o}} - 3 \frac{y_T'}{y_{T_o}} - \frac{s'_{22T}}{s_{22T_o}} \right] \quad (\text{I.52})$$

En effectuant le développement limité de toutes les variables dépendant de la température, nous obtenons l'expression du premier CTF uniquement en fonction des propriétés du matériau.

$$T_{cf}^1 = \frac{1}{2} \left[ \epsilon_{xx}^1 + 3\epsilon_{zz}^1 - 3\epsilon_{yy}^1 - T_{s_{22}}^1 \right] \quad (I.53)$$

En procédant de même, nous calculons les autres CTF :

$$T_{cf}^2 = \frac{1}{4} \left[ \frac{x_T''}{x_{T_o}} - \left( \frac{x_T'}{x_{T_o}} \right)^2 + 3 \frac{z_T''}{z_{T_o}} - 3 \left( \frac{z_T'}{z_{T_o}} \right)^2 - 3 \frac{y_T''}{y_{T_o}} + 3 \left( \frac{y_T'}{y_{T_o}} \right)^2 - \frac{s_{22T}''}{s_{22T_o}} \dots \right. \\ \left. \dots + \left( \frac{s_{22T}'}{s_{22T_o}} \right)^2 \right] + \frac{1}{2} (T_{cf}^1)^2 \quad (I.54)$$

$$T_{cf}^3 = \frac{1}{12} \left[ \frac{x_T^{(3)}}{x_{T_o}} - 3 \frac{x_T'' x_T'}{x_{T_o}^2} + 2 \left( \frac{x_T'}{x_{T_o}} \right)^3 + 3 \frac{z_T^{(3)}}{z_{T_o}} - 9 \frac{z_T'' z_T'}{z_{T_o}^2} + 6 \left( \frac{z_T'}{z_{T_o}} \right)^3 - 3 \frac{y_T^{(3)}}{y_{T_o}} + 9 \frac{y_T'' y_T'}{y_{T_o}^2} \dots \right. \\ \left. \dots - 6 \left( \frac{y_T'}{y_{T_o}} \right)^3 - \frac{s_{22T}^{(3)}}{s_{22T_o}} - 3 \frac{s_{22T}'' s_{22T}'}{s_{22T_o}^2} + 2 \left( \frac{s_{22T}'}{s_{22T_o}} \right)^3 \right] + T_{cf}^1 T_{cf}^2 - \frac{1}{3} (T_{cf}^1)^3 \quad (I.55)$$

Soit :

$$T_{cf}^2 = \frac{1}{4} \left[ 2\epsilon_{xx}^2 - (\epsilon_{xx}^1)^2 + 6\epsilon_{zz}^2 - 3(\epsilon_{zz}^1)^2 - 6\epsilon_{yy}^2 + 3(\epsilon_{yy}^1)^2 - 2T_{s_{22}}^2 + (T_{s_{22}}^1)^2 \right] + \frac{1}{2} (T_{cf}^1)^2 \quad (I.56)$$

$$T_{cf}^3 = \frac{1}{12} \left[ 6\epsilon_{xx}^3 - 6\epsilon_{xx}^2 \epsilon_{xx}^1 + 2(\epsilon_{xx}^1)^3 + 18\epsilon_{zz}^3 - 18\epsilon_{zz}^2 \epsilon_{zz}^1 + 6(\epsilon_{zz}^1)^3 - 18\epsilon_{yy}^3 + 18\epsilon_{yy}^2 \epsilon_{yy}^1 \dots \right. \\ \left. \dots - 6(\epsilon_{yy}^1)^3 - 6T_{s_{22}}^3 + 6T_{s_{22}}^2 T_{s_{22}}^1 - 2(T_{s_{22}}^1)^3 \right] + T_{cf}^2 T_{cf}^1 - \frac{1}{3} (T_{cf}^1)^3 \quad (I.57)$$

A partir de ces CTF, nous pouvons prospector l'existence de coupes compensées en température. Pour ce faire, nous validons le CTF pour le quartz auquel cas la coupe compensée en température est connue et correspond à l'angle  $\theta = 5^\circ$  (Figure I.15).

Sur la Figure I.15, nous constatons également que le  $\text{GaPO}_4$  présente deux coupes compensées en température au premier ordre : l'une à  $\theta = -14,1^\circ$  et l'autre à  $\theta = -53,7^\circ$ .

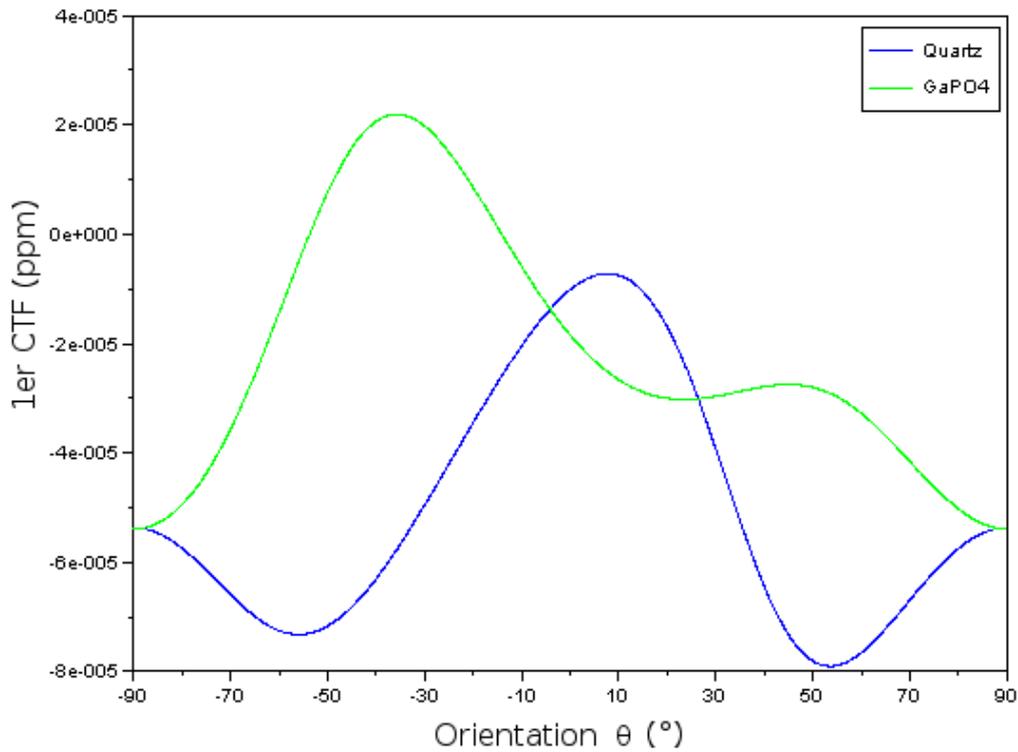


Figure I.15 : 1<sup>er</sup> CTF,  $T_{cf}^1$  en fonction de l'angle de coupe pour le quartz et le GaPO<sub>4</sub>.

Les variations de fréquence en fonction de la température sont représentées Figure I.16 pour les coupes compensées. Nous remarquons que pour le GaPO<sub>4</sub> il existe une réelle compensation c'est-à-dire un angle de coupe pour lequel le premier CTF s'annule. Alors que pour le quartz nous avons uniquement une minimisation comme pour l'élongation, c'est-à-dire qu'il existe un angle de coupe pour lequel le premier CTF est minimum et d'environ 7 ppm/°C (Figure I.16).

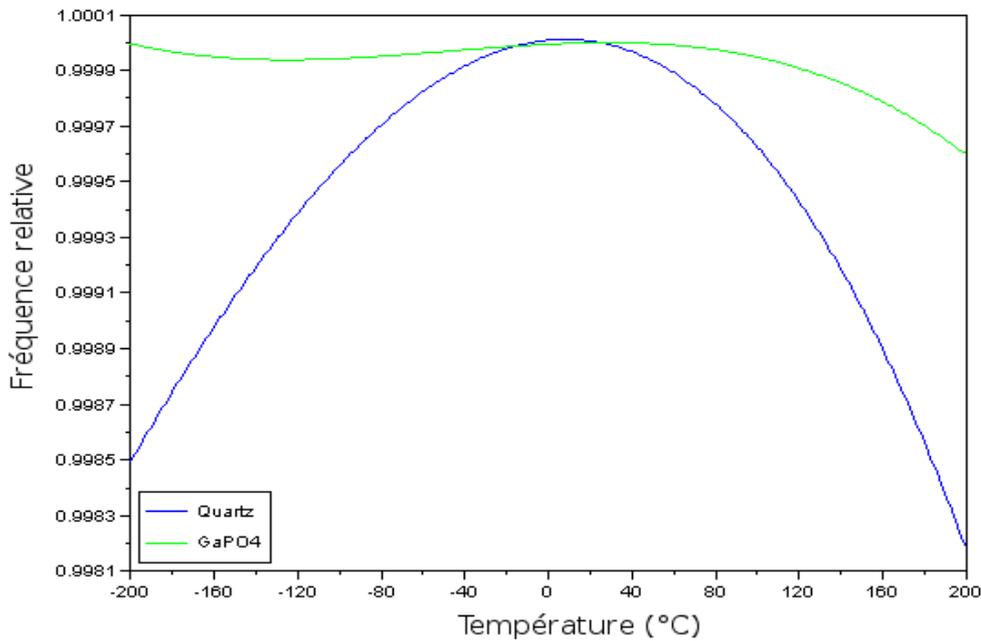


Figure I.16 : Variations de fréquence en fonction de la température pour les coupes compensées du  $\text{GaPO}_4$  ( $\theta = -14,1^\circ$ ) et quartz ( $\theta = 5^\circ$ ).

De plus, un avantage indéniable du  $\text{GaPO}_4$  sur le quartz est que l'existence d'une réelle compensation en température au premier ordre permet d'envisager des coupes compensées à hautes températures. De plus ses propriétés physiques lui permettent une stabilité à haute température alors que le quartz perd ses propriétés piézoélectriques à  $573^\circ\text{C}$ . Par exemple, nous obtenons pour le  $\text{GaPO}_4$  une compensation en température à  $478^\circ\text{C}$  pour un angle de coupe de  $\theta = -19^\circ$ , et  $260^\circ\text{C}$  pour une orientation de  $\theta = -17^\circ$  (Figure I.17) [29].

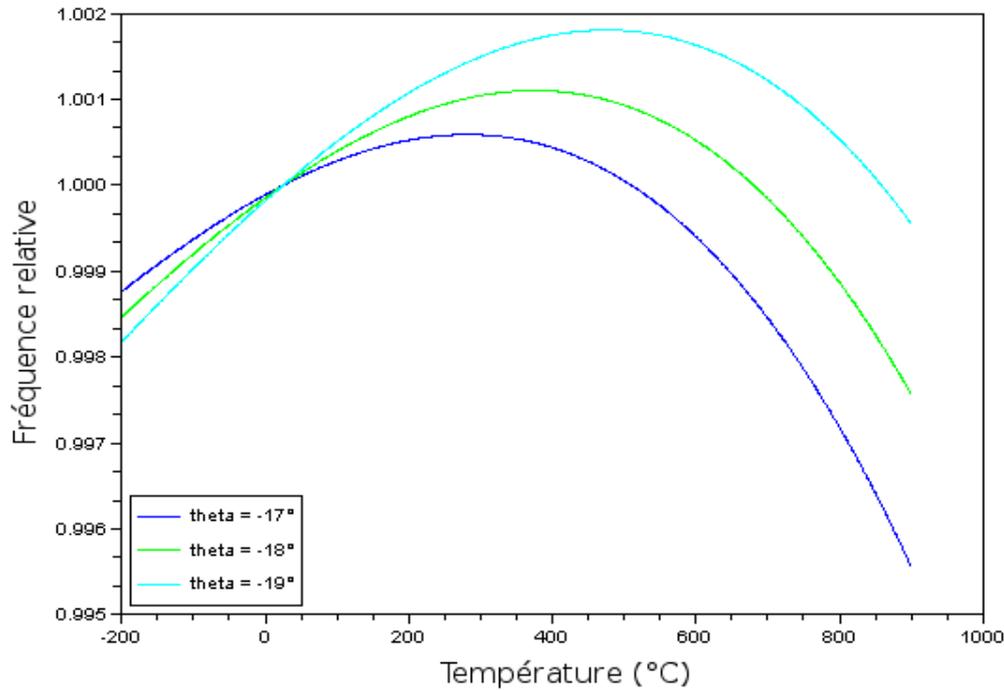


Figure I.17 : Variations de fréquence du GaPO<sub>4</sub> en fonction de la température pour des coupes compensées à hautes températures.

### 2.3. Détermination du coefficient de couplage électromécanique [21-26]

Comme pour le mode d'élongation, nous allons étudier pour les coupes compensées obtenues le facteur de couplage électromécanique ainsi que les paramètres motionnels du circuit électrique équivalent (Figure I.13) pour la poutre en flexion :

1 – Coupe X-14,1°

2 – Coupe X-53,7°

Suivant le mode de flexion voulu, dans le plan X ou Z, la disposition des électrodes est légèrement différente de par les propriétés physiques du matériau mais surtout des dimensions géométriques de la section (Figure I.18).

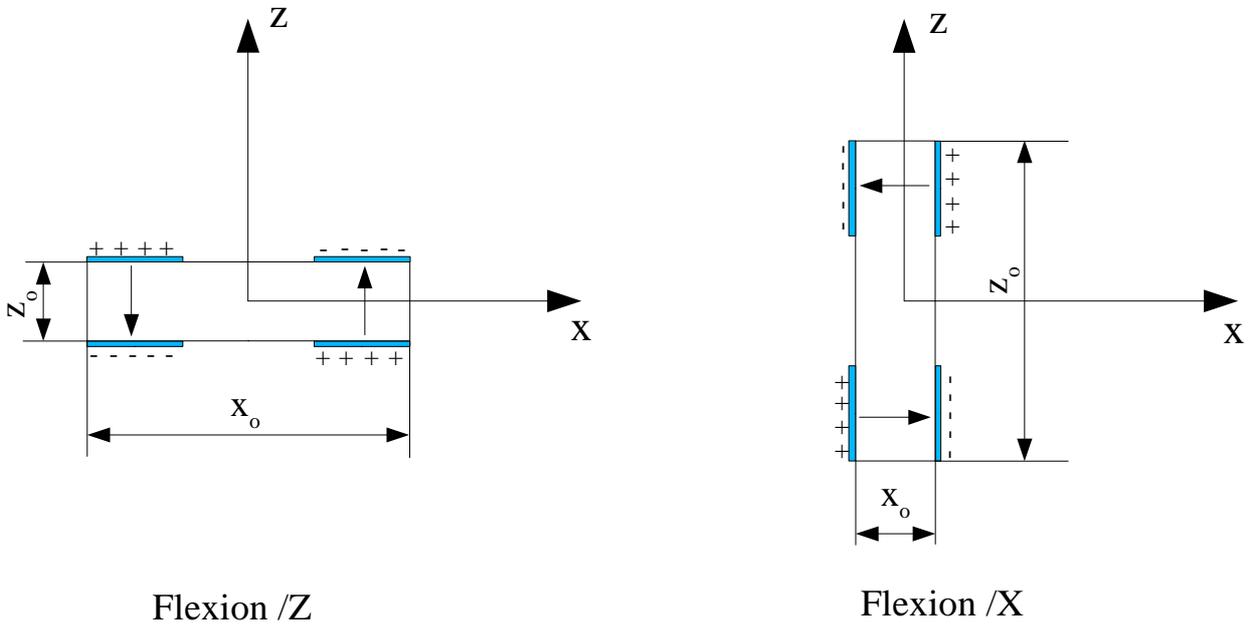


Figure I.18 : Même coupe mais dimensions géométriques différentes.

Nous pouvons constater que les configurations d'électrodes sont similaires à la configuration B du mode d'élongation. Par conséquent, la méthode d'obtention de la transformation conforme est identique. Cependant le changement de repère utilisé pour une flexion dans le plan (ZY) et (XY) diffère.

Soit :

$$w = Sn\left(\frac{2K(t)}{z_o} \left[ c + i \frac{x_o}{2} \right], t\right) \quad \text{Pour le cas d'une flexion /Z (plan XY)} \quad (I.58)$$

$$w = Sn\left(\frac{2K(t)}{x_o} \left[ -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \right], t\right) \quad \text{Pour le cas d'une flexion /X (plan ZY)} \quad (I.59)$$

Avec  $c = z + ix$ .

Soit, le champ électrique obtenu :

$$E(c) = \frac{\partial w}{\partial c} E(w) = Cn \left( \frac{2K(t)}{z_o} \left[ \left( c + \frac{x_o}{2} \right) \right] \right) dn \left( \frac{2K(t)}{z_o} \left[ \left( c + \frac{x_o}{2} \right) \right] \right) E(w) \quad (I.60)$$

Avec E(w) l'expression du champ électrique pour quatre électrodes coplanaires, soit :

$$E(w) = \frac{b_o + b_1 w + b_2 w^2}{(w^2 - a^2)^{\frac{1}{2}} (w^2 - b^2)^{\frac{1}{2}} (w^2 - c^2)^{\frac{1}{2}} (w^2 - d^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (I.61)$$

Avec a, b, c et d coordonnées des électrodes dans le plan w et b<sub>1</sub>, b<sub>2</sub> et b<sub>3</sub> des constantes déterminées par les potentiels sur les électrodes.

Sur la Figure I.19 est représenté le champ électrique pour les électrodes coplanaires et sur la Figure I.20 celui correspondant dans la section de poutre.

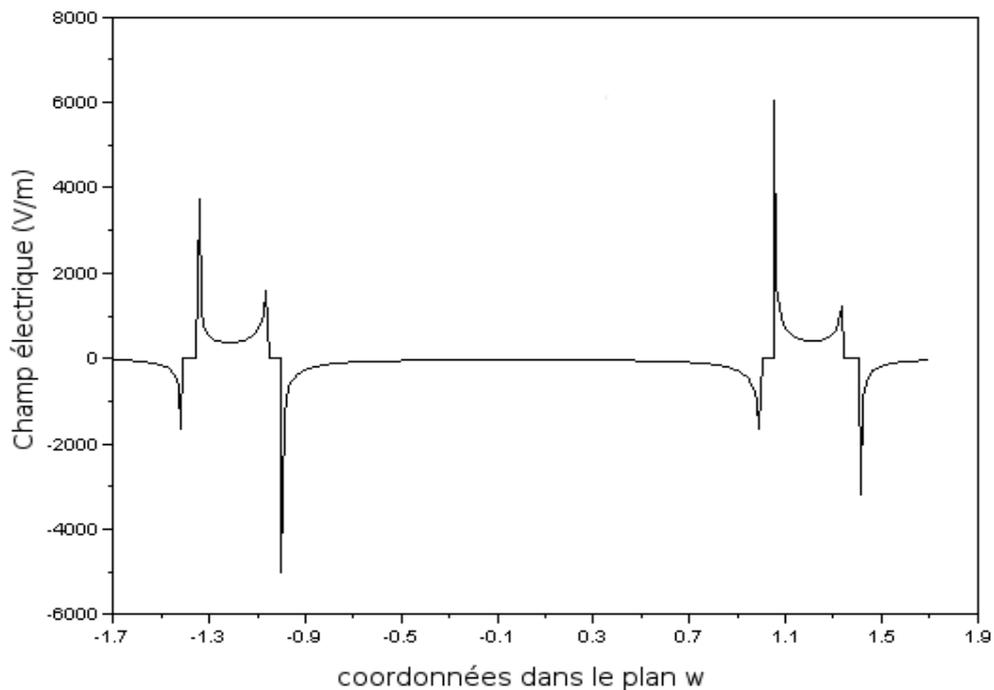


Figure I.19 : Partie réelle du champ électrique dans le cas de quatre électrodes coplanaires.

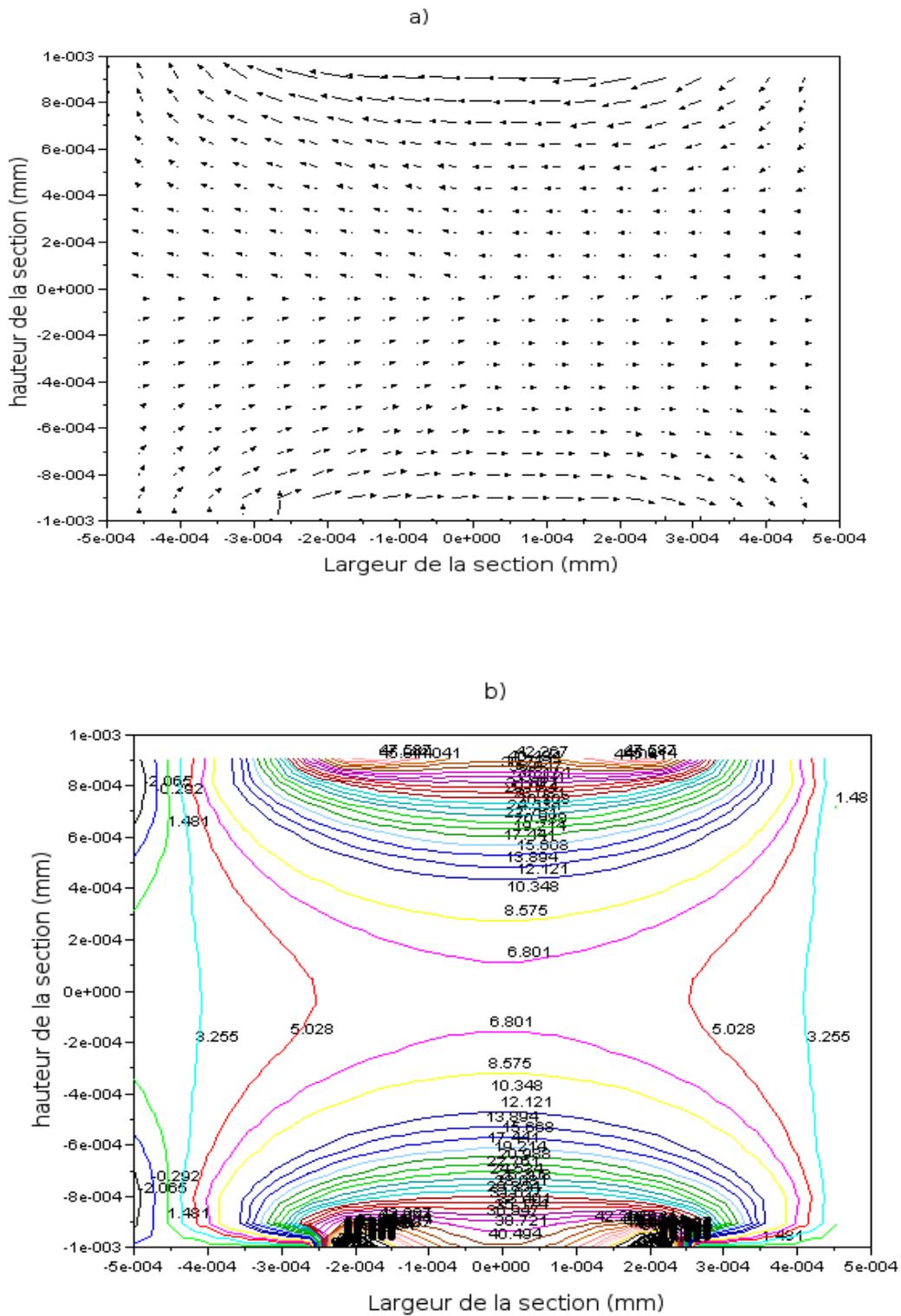


Figure I.20 : Champ électrique à l'intérieur d'une section de poutre.

a) polarisation du champ électrique.

b) amplitude du champ électrique

## 2.4. Application numérique

Pour une poutre  $\theta = 0^\circ$  en flexion suivant Z de 15 mm de long, 2 mm de large et 1 mm de haut dont les électrodes font 0,5 mm de large sur toute la longueur de poutre, nous obtenons un facteur de couplage pour les coupes compensées en température du quartz et du GaPO<sub>4</sub> :

$$k_{\text{quartz}}^2 = 0,011608$$

$$k_{\text{GaPO}_4}^2 = 0,02536$$

Le calcul de la capacité statique donne :

$$C_{o\text{quartz}} = 0,59 \text{ pF}$$

$$C_{o\text{GaPO}_4} = 0,814 \text{ pF}$$

La vérification expérimentale de ces valeurs est nécessaire afin de valider les hypothèses faites dans le modèle. Cependant, comme pour le mode d'extension, ce modèle permet d'étudier le comportement et d'avoir un ordre d'idée des résultats avant de réaliser une analyse par éléments finis beaucoup plus complète et complexe.

## 3. MODE DE TORSION

### 3.1. Fréquence de résonance [11-15, 30-33]

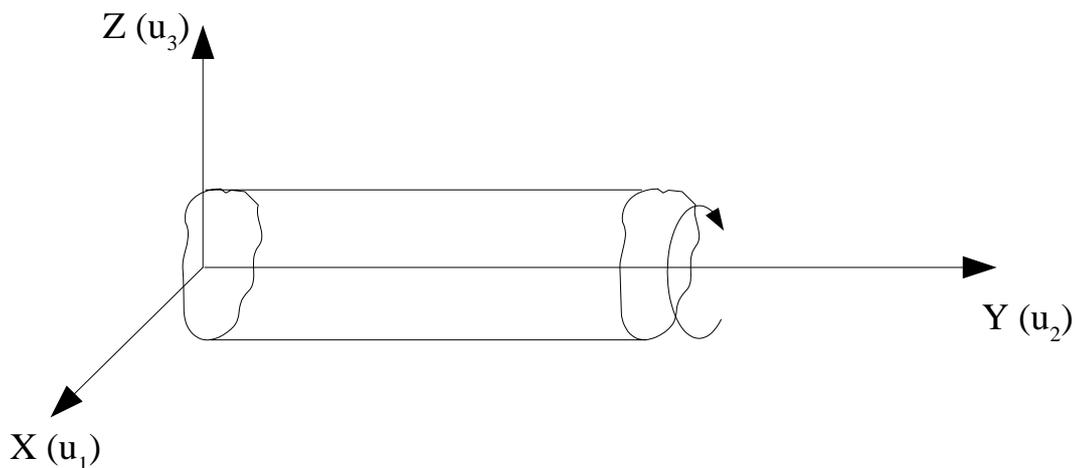


Figure I.20 : Section droite d'une poutre soumise à des efforts de torsion.

La Figure I.20 représente la géométrie d'une poutre de section quelconque soumise à des efforts de torsion. L'hypothèse de S<sup>t</sup> Venant qui exprime le gauchissement des sections transversales permet d'écrire les équations de déplacements (I.62) [30] :

$$\begin{cases} u_1 = -\tau(y) y z \\ u_2 = \tau(y) \phi(x, z) \\ u_3 = \tau(y) x y \end{cases} \quad (\text{I.62})$$

où  $\tau(y)$  est l'angle de rotation par unité de longueur (rad/m) et  $\phi(x, z)$  la fonction de S<sup>t</sup> Venant traduisant le gauchissement de la poutre.

Ces expressions de déplacements permettent de calculer les composantes des déformations :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{I.63})$$

$$S_1 = S_2 = S_3 = S_5 = 0 \quad (\text{I.64a})$$

$$S_4 = 2S_{23} = \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial z} + x \right) \quad (\text{I.64b})$$

$$S_6 = 2S_{21} = \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial x} - z \right) \quad (\text{I.64c})$$

L'hypothèse qui consiste à négliger l'effet piézoélectrique est toujours présente, ce qui conduit aux équations de contraintes suivantes :

$$\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = \sigma_5 = 0 \quad (\text{I.65})$$

$$\sigma_4 = C_{44} \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial z} + x \right) + C_{46} \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial x} - z \right) \quad (\text{I.66a})$$

$$\sigma_6 = C_{66} \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial x} - z \right) + C_{64} \tau \left( \frac{\partial \phi}{\partial z} + x \right) \quad (\text{I.66b})$$

Le report de ces équations (I.66a) et (I.66b) dans la relation d'équilibre (I.67a) conduit à

l'équation suivante I.67b [30-33] :

$$\sum_i \sigma_i = 0 \tag{I.67a}$$

$$C_{44} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2} + C_{66} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} + 2C_{46} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x \partial z} = 0 \tag{I.67b}$$

Dans le cas d'une simple rotation,  $C_{46}$  est nul pour un matériau de classe 32 donc l'équation d'équilibre devient :

$$C_{44} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2} + C_{66} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} = 0 \tag{I.68}$$

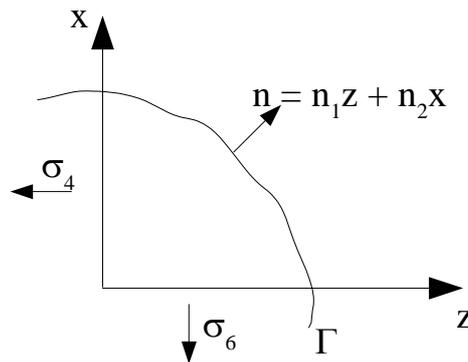


Figure I.21 : Conditions aux limites.

Dans le cas d'une poutre encastree-libre, aucune force exterieure ne s'exerce sur la surface laterale (Figure I.21) donc l'équation aux limites se traduit par [30] :

$$\sigma_6 n_1 + \sigma_4 n_2 = 0 \tag{I.69}$$

Soit :

$$\sigma_6 \frac{dz}{ds} + \sigma_4 \frac{dx}{ds} = 0 \tag{I.70}$$

Avec s abscisse curviligne [30].

Effectuons un changement de variables afin de nous ramener à un cas connu. Soit le changement

de variables suivant :

$$x' = x \sqrt{\frac{C_{44} + C_{66}}{2 C_{66}}} \quad (\text{I.71a})$$

$$z' = z \sqrt{\frac{C_{44} + C_{66}}{2 C_{44}}} \quad (\text{I.71b})$$

$$\phi' = \phi \frac{C_{44} + C_{66}}{2 \sqrt{C_{44} C_{66}}} \quad (\text{I.71c})$$

En appliquant ce changement de variables (I.71a), (I.71b) et (I.71c) dans (I.68), l'équation d'équilibre devient :

$$\frac{\partial^2 \phi'}{\partial x'^2} + \frac{\partial^2 \phi'}{\partial z'^2} = 0 \quad (\text{I.72})$$

La fonction  $f(x, z)=0$  représente l'équation du contour  $\Gamma$  et  $F(x', z')=0$  est l'équation du contour dans le nouveau repère.

$$F(x', z') = f\left(x' \sqrt{\frac{2 C_{66}}{C_{44} + C_{66}}}, z' \sqrt{\frac{2 C_{44}}{C_{44} + C_{66}}}\right) \quad (\text{I.73})$$

Donc :

$$\frac{\partial F}{\partial x'} = \frac{\partial f}{\partial x} \sqrt{\frac{2 C_{66}}{C_{44} + C_{66}}}, \quad \frac{\partial F}{\partial z'} = \frac{\partial f}{\partial z} \sqrt{\frac{2 C_{44}}{C_{44} + C_{66}}} \quad (\text{I.74})$$

Or :

$$\frac{\partial \phi'}{\partial x'} = \frac{\partial \phi'}{\partial \phi} \frac{\partial \phi}{\partial x} \frac{\partial x}{\partial x'}, \quad \frac{\partial \phi'}{\partial z'} = \frac{\partial \phi'}{\partial \phi} \frac{\partial \phi}{\partial z} \frac{\partial z}{\partial z'} \quad (\text{I.75})$$

En remplaçant  $\sigma_6$  et  $\sigma_4$  par les expressions I.66a et I.66b dans I.70 et en effectuant le changement de variables I.71, nous obtenons :

$$\frac{\partial \phi'}{\partial x'} \frac{\partial F}{\partial x'} + \frac{\partial \phi'}{\partial z'} \frac{\partial F}{\partial z'} = z' \frac{\partial F}{\partial x'} - x' \frac{\partial F}{\partial z'} \quad (\text{I.76})$$

Soit :

$$\frac{\partial \phi'}{\partial n'} = z' \frac{\partial F}{\partial x'} - x' \frac{\partial F}{\partial z'} \quad (\text{I.77})$$

Le calcul de la fonction de St Venant  $\phi(x,z)$  exprimant le gauchissement de la section transversale se résume aux deux équations (I.72) et (I.77). La solution de ces équations dépend uniquement de la géométrie de la section.

L'équation du mouvement d'un résonateur vibrant en mode de torsion est exprimée par l'expression suivante [32-33] :

$$\rho I_y \frac{\partial^2 \alpha}{\partial t^2} - C_t \frac{\partial^2 \alpha}{\partial y^2} = 0 \quad (\text{I.78})$$

avec  $I_y$  moment d'inertie de la section du résonateur.

$\alpha$  angle de rotation autour de l'axe Y

$C_t$  coefficient de torsion.

La solution générale harmonique de cette équation de mouvement est de la forme :

$$\alpha(y, t) = (C \sin(\alpha y) + B \cos(\alpha y)) \cos(\omega t) \quad (\text{I.79})$$

Avec  $B$  et  $C$  constantes définies par les conditions aux limites.

Pour un résonateur fixé à une extrémité et libre à l'autre, Il vient :

$$y=0 \quad \alpha(0, t) = 0 \rightarrow B=0 \quad (\text{I.80})$$

$$y=y_o \quad \left. \frac{\partial \alpha(y)}{\partial y} \right|_{y=y_o} = 0 \rightarrow \left. \frac{\partial \alpha(y)}{\partial y} \right|_{y=y_o} = C a \cos(\alpha y_o) = 0 \quad (\text{I.81})$$

Soit :

$$a = \frac{n\pi}{2 y_o} \quad \text{avec } n=2p+1 \quad (\text{I.82})$$

Avec  $n \in \mathbb{N}^*$  et  $p \in \mathbb{N}$

Donc :

$$\alpha(y, t) = C \sin\left(\frac{n\pi}{2y_o} y\right) \cos(\omega t) \quad (\text{I.83})$$

Pour un résonateur fixé aux deux extrémités :

$$y=0 \quad \alpha(0)=0 \rightarrow B=0 \quad (\text{I.84})$$

$$y=y_o \quad \alpha(y_o)=0 \rightarrow \alpha(y_o) = C \sin(a y_o) \quad (\text{I.85})$$

Soit :

$$a = \frac{n\pi}{y_o} \quad \text{avec } n=2p+1 \quad (\text{I.86})$$

Donc :

$$\alpha(y, t) = C \sin\left(\frac{n\pi}{y_o} y\right) \cos(\omega t) \quad (\text{I.87})$$

La résolution de l'équation de mouvement associée aux conditions aux limites conduit aux fréquences de résonance pour une poutre encastree-libre (I.88) et encastree-encastree (I.89) :

$$f_{nEL} = \frac{n}{4 y_o} \sqrt{\frac{C_t}{\rho I_y}} \quad (\text{I.88})$$

$$f_{nEE} = \frac{n}{2 y_o} \sqrt{\frac{C_t}{\rho I_y}} \quad (\text{I.89})$$

L'expression générale de la fréquence de résonance en mode de torsion dépend du moment d'inertie  $I_y$  ainsi que du coefficient de torsion  $C_t$  découlant de la fonction de S' Venant. Or les modes propres sont caractéristiques de la géométrie de la poutre. Nous allons donc développer les calculs pour les deux sections différemment fréquemment utilisées dans le domaine du capteur et du résonateur : section rectangulaire et section circulaire.

### 3.2. Etude d'une section rectangulaire

#### 3.2.A. Calcul de la fonction de S' Venant [30-31]

Pour obtenir la fréquence de résonance ainsi que l'influence de la température sur celle-ci, il nous faut donc déterminer la fonction de S' Venant propre à la géométrie du résonateur  $\phi'(x', z')$  de I.71c :

$$\phi(x, z) = \phi(x', z') \frac{2 \sqrt{C_{44} C_{66}}}{C_{44} + C_{66}} \quad (\text{I.90})$$

Ce qui nous ramène à la résolution de l'équation de Laplace (I.72) avec les conditions aux limites (I.77). Ainsi  $\phi'$  est une fonction harmonique à l'intérieur du contour  $\Gamma$ . Elle est définie par sa dérivée normale sur ce contour, ce qui correspond à un problème de Neumann [30].

$\phi'$  est solution de l'équation de Laplace donc il existe une fonction conjuguée  $\xi$  telle que :

$$\frac{\partial \phi'}{\partial z'} = -\frac{\partial \xi}{\partial x'} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \phi'}{\partial x'} = \frac{\partial \xi}{\partial z'} \quad (\text{I.91})$$

En substituant  $\phi'$  par  $\xi$  dans l'équation (I.76) traduisant les conditions aux limites, on obtient :

$$\frac{\partial \xi}{\partial z'} \frac{dz'}{ds} + \frac{\partial \xi}{\partial x'} \frac{dx'}{ds} = z' \frac{dz'}{ds} + x' \frac{dx'}{ds} \quad (\text{I.92})$$

Soit :

$$\xi = \frac{1}{2}(x'^2 + z'^2) + cte \tag{I.93}$$

La détermination de la fonction de S' Venant se réduit donc à trouver une fonction harmonique

qui satisfait cette condition (I.93). Dans le cas d'une section droite:  $x' = \pm \frac{x'_o}{2}$  et  $z' = \pm \frac{z'_o}{2}$ .

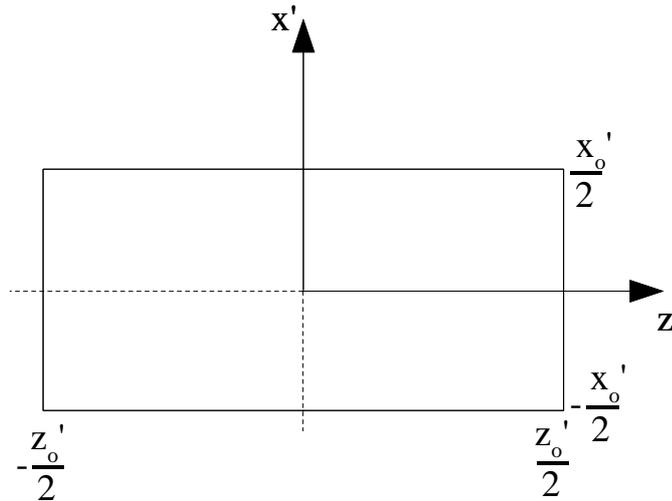


Figure I.22 : Nouvelles coordonnées du contour.

La fonction  $\xi = \frac{x'_o}{2}$  diffère d'une constante par rapport à  $\xi = -\frac{x'_o}{2}$  :

$$\frac{-z'_o}{2} < z' < \frac{z'_o}{2} \Rightarrow \xi = \frac{1}{2} \left( z'^2 + \frac{x_o'^2}{4} \right) + CTE \tag{I.94}$$

De même  $\xi = \frac{z'_o}{2}$  diffère d'une constante par rapport à  $\xi = -\frac{z'_o}{2}$  :

$$\frac{-x'_o}{2} < x' < \frac{x'_o}{2} \Rightarrow \xi = \frac{1}{2} \left( x'^2 + \frac{z_o'^2}{4} \right) + CTE \tag{I.95}$$

Soit  $\xi' = \xi - \frac{1}{2}(x'^2 - z'^2) - \frac{z_o'^2}{4}$  définie à l'intérieur du rectangle (Figure I.22).

Cette fonction  $\xi'$  étant une fonction harmonique plane définie à l'intérieur de la section

rectangulaire et telle que  $\xi'(\pm \frac{z'_o}{2}) = 0$  donc  $CTE = 0$ .

Du fait de l'invariance des conditions aux limites lorsque l'on passe de  $x'$  à  $-x'$  et  $z'$  à  $-z'$ , nous cherchons à satisfaire toutes les conditions en prenant  $\xi'$  du type :

$$\xi'(x', z') = \sum_m a_m \cosh(mx') \cos(mz') \quad (I.96)$$

Les conditions aux limites en  $\pm \frac{z'_o}{2}$  impliquent  $m = \frac{2n+1}{z'_o}$ , donc entre  $-\frac{z'_o}{2}$  et  $\frac{z'_o}{2}$ ,

$\xi'(\frac{x'_o}{2})$  peut être étendue à une série de la forme :

$$z'^2 - \left(\frac{z'_o}{2}\right)^2 = \sum_n A_{2n+1} \cosh\left(\frac{(2n+1)\pi x'_o}{z'_o}\right) \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right) \quad (I.97)$$

Nous déterminons  $A_{2n+1}$  en multipliant les deux membres de l'égalité par  $\cos\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right)$

puis en intégrant entre  $-\frac{z'_o}{2}$  et  $\frac{z'_o}{2}$  :

$$\int_{-\frac{z'_o}{2}}^{\frac{z'_o}{2}} \left(z'^2 - \left(\frac{z'_o}{2}\right)^2\right) \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right) dz' = \int_{-\frac{z'_o}{2}}^{\frac{z'_o}{2}} \left(\sum_n A_{2n+1} \cosh\left(\frac{(2n+1)\pi x'_o}{z'_o}\right) \dots \dots \cos^2\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right)\right) dz' \quad (I.98)$$

Soit :

$$A_{2n+1} \cos\left(\frac{(2n+1)\pi x'_o}{2 z'_o}\right) = \frac{8z_o'^2 (-1)^{n+1}}{(2n+1)^3 \pi^3} \quad (I.99)$$

L'expression (I.97) devient :

$$\frac{-z'_o}{2} < z' < \frac{z'_o}{2} \quad \Rightarrow \quad \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8 z_o'^2 (-1)^{n+1}}{(2n+1)^3 \pi^3} \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right) = z'^2 - \frac{z_o'^2}{4} \quad (\text{I.100})$$

Donc :

$$\xi = \frac{z_o'^2}{4} + \frac{1}{2} (x'^2 - z'^2) - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8 z_o'^2 (-1)^n}{(2n+1)^3 \pi^3} \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right) \frac{\cosh\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right)}{\cosh\left(\frac{(2n+1)\pi x'_o}{2 z'_o}\right)} \quad (\text{I.101})$$

Soit :

$$\phi'(x', z') = -x' z' + \frac{8 z_o'^2}{\pi^3} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)^3} \frac{\sinh\left(\frac{(2n+1)\pi x'}{z'_o}\right)}{\cosh\left(\frac{(2n+1)\pi x'_o}{2 z'_o}\right)} \sin\left(\frac{(2n+1)\pi z'}{z'_o}\right) \quad (\text{I.102})$$

En utilisant le changement de variables, on déduit :

$$\phi(x, z) = -x z + \frac{8 z_o^2}{\pi^3} \sqrt{\frac{C_{66}}{C_{44}}} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)^3} \frac{\sinh\left[\frac{(2n+1)\pi x}{z_o} \sqrt{\frac{C_{44}}{C_{66}}}\right]}{\cosh\left[\frac{(2n+1)\pi x_o}{2 z_o} \sqrt{\frac{C_{44}}{C_{66}}}\right]} \sin\left(\frac{(2n+1)\pi z}{z_o}\right) \quad (\text{I.103})$$

La série étant très rapidement convergente, nous ne prendrons que les 3 ou 4 premiers termes dans les calculs.

### 3.2.B. Calcul du coefficient de torsion et de la fréquence de résonance

Le moment résultant des cisaillements tangents à la section est :

$$M_t = \iint (x \sigma_4 - z \sigma_6) dx dz = \tau(y) C_t \quad (\text{I.104})$$

$M_t$  dépend proportionnellement de l'angle de torsion par unité de longueur  $\tau(y)$  ainsi qu'un coefficient  $C_t$ , qui lui même dépend de la forme de la section et des propriétés du matériau. C'est ce terme ci que nous allons déterminer.

$$C_t = \iint (x^2 C_{44} + z^2 C_{66} + C_{44} x \frac{\partial \phi}{\partial z} - C_{66} z \frac{\partial \phi}{\partial x}) dx dz \quad \text{Car } C_{46} = C_{64} = 0 \quad (\text{I.105})$$

avec  $\phi$  la fonction de S<sup>t</sup> Venant (I.103).

Posons :  $K_c = \sqrt{\frac{C_{44}}{C_{66}}}$  ,  $A_n = (2n+1)\pi$  ,  $C_n = \frac{(-1)^n}{(2n+1)^3 \cosh\left(\frac{A_n x_o}{2} K_c\right)}$  , il vient :

$$\phi(x, z) = -x z + \frac{8 z_o^3}{\pi^3 K_c} \sum_{n=0}^{\infty} C_n \sinh\left(\frac{A_n K_c x}{z_o}\right) \sin\left(\frac{A_n z}{z_o}\right) \quad (\text{I.106})$$

Soit :

$$\frac{\partial \phi}{\partial z} = -x + \frac{8 z_o^3}{\pi^3 K_c} \sum_{n=0}^{\infty} C_n \sinh\left(\frac{A_n K_c x}{z_o}\right) \cos\left(\frac{A_n z}{z_o}\right) \quad (\text{I.107})$$

$$\frac{\partial \phi}{\partial x} = -z + \frac{8 z_o^3}{\pi^3 K_c} \sum_{n=0}^{\infty} C_n \frac{A_n K_c}{z_o} \cosh\left(\frac{A_n K_c x}{z_o}\right) \sin\left(\frac{A_n z}{z_o}\right) \quad (\text{I.108})$$

Dû au fait de la convergence uniforme de la fonction de S<sup>t</sup> Venant  $\phi(x, z)$  et de ses dérivées partielles, la série des intégrales convergent donc :

$$\iint \sum_{n=0}^{\infty} C_{44} x \frac{\partial \phi}{\partial z} dx dz = \sum_{n=0}^{\infty} \iint C_{44} x \frac{\partial \phi}{\partial z} dx dz \quad (\text{I.109})$$

$$\iint \sum_{n=0}^{\infty} C_{66} z \frac{\partial \phi}{\partial x} dx dz = \sum_{n=0}^{\infty} \iint C_{66} z \frac{\partial \phi}{\partial x} dx dz \quad (\text{I.110})$$

Après calcul, nous obtenons l'expression du coefficient de torsion suivant :

$$C_t = C_{66} \frac{z_o^3 x_o}{3} \left( 1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{z_o}{K_c x_o} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^5} \tanh \left( \frac{A_n K_c x_o}{2 z_o} \right) \right) \quad (\text{I.111})$$

Ce qui permet d'exprimer les équations (I.88) et (I.89) uniquement en fonction des paramètres géométriques et des caractéristiques physico-chimiques du matériau de la structure.

$$f_{EL} = \frac{n}{4 y_o} \sqrt{\frac{4C_{66} z_o^2}{(x_o^2 + z_o^2) \rho} \left( 1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{z_o}{K_c x_o} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^5} \tanh \left( \frac{A_n K_c x_o}{2 z_o} \right) \right)} \quad (\text{I.112})$$

$$f_{EE} = \frac{n}{2 y_o} \sqrt{\frac{4C_{66} z_o^2}{(x_o^2 + z_o^2) \rho} \left( 1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{z_o}{K_c x_o} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^5} \tanh \left( \frac{A_n K_c x_o}{2 z_o} \right) \right)} \quad (\text{I.113})$$

### 3.2.C. Calcul des Coefficients de Température de la Fréquence (CTF)

L'obtention d'un angle de coupe pour lequel l'influence de la température sur la fréquence est minimale ou nulle peut être déterminée par la méthode des approximations qui consiste à faire varier les constantes élastiques, les dimensions géométriques et la densité en fonction de la température. Comme pour les modes précédents, le développement limité de la fréquence permet d'exprimer les Coefficients de Température de Fréquence (CTF) :

Soit pour le premier CTF :

$$T_{cf}^1 = \frac{1}{2} \left[ \frac{C'_{66}}{C_{66}} + \frac{x'}{x} + 3 \frac{z'}{z} - \frac{y'}{y} - 2 \frac{x'}{x} \frac{x^2}{x^2 + z^2} - 2 \frac{z'}{z} \frac{z^2}{x^2 + z^2} - \frac{h}{1-h} \frac{h'}{h} \right] \quad (\text{I.114})$$

Avec :

$$h = \frac{192z}{\pi^5 K_c x} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^5} \tanh \left( \frac{(2n+1) \pi K_c x}{2z} \right) \quad (\text{I.115})$$

$$A_p = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^5} \tanh \left( \frac{(2n+1) \pi K_c x}{2z} \right) \quad (\text{I.116})$$

$$\frac{h'}{h} = \frac{z'}{z} - \frac{x'}{x} - \frac{1}{2} \left( \frac{C'_{44}}{C_{44}} - \frac{C'_{66}}{C_{66}} \right) + \frac{1}{2} \frac{\sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) (1 - \tanh^2 \left( \frac{(2n+1) K_c x}{2z} \right))}{A_p} \frac{K_c x \pi}{z} \dots \quad (\text{I.117})$$

$$\dots \left( \frac{x'}{x} - \frac{z'}{z} + \frac{1}{2} \left( \frac{C'_{44}}{C_{44}} - \frac{C'_{66}}{C_{66}} \right) \right)$$

Comme nous recherchons une compensation en température au premier ordre, le calcul du premier CTF est suffisant pour trouver un angle de coupe. Contrairement au mode d'élongation et de flexion où le CTF est indépendant des dimensions géométriques, pour le mode torsion le rapport

de section  $\frac{z}{x}$  influence directement sur le CTF. Nous retrouvons donc dans le quartz la compensation en température pour une orientation de  $\theta = 32.5^\circ$  et  $\theta = -44.9^\circ$  avec un rapport de section de 0,5. Il apparaît pour le  $\text{GaPO}_4$  deux angles pour lesquels il y a compensation en simple rotation,  $\theta = -75.7^\circ$  et  $\theta = -10^\circ$  pour un rapport  $\frac{z}{x} = 0,5$ . Le premier CTF pour le quartz et le  $\text{GaPO}_4$  sont représentés sur la Figure I.23.

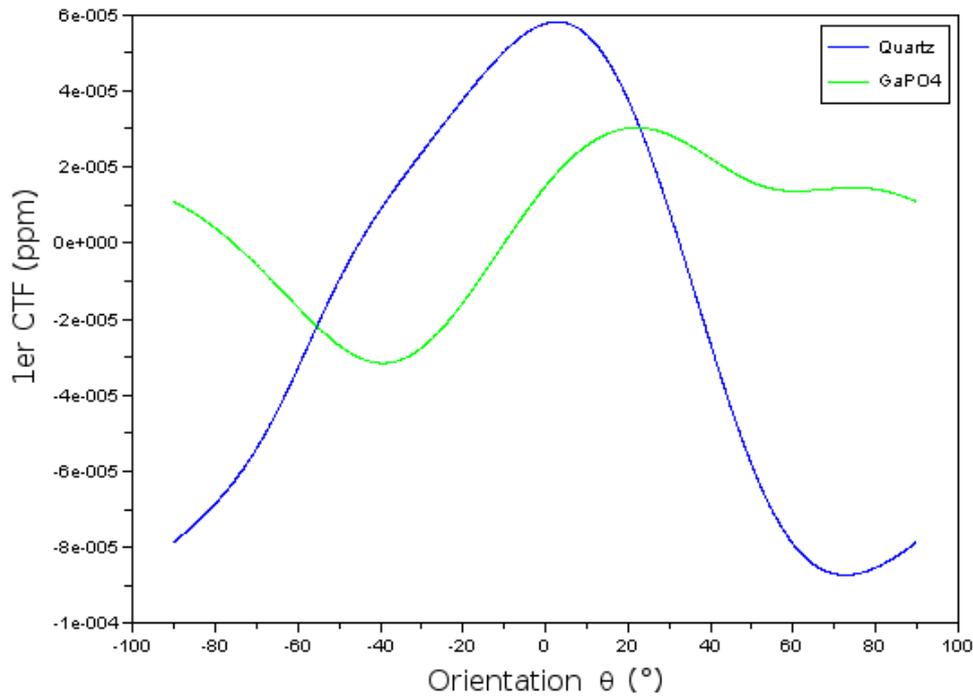


Figure I.23 : Variation du premier CTF pour le quartz et le GaPO<sub>4</sub> lorsque  $z/x=0,5$  [29].

### 3.2.D. Calcul du coefficient de couplage électromécanique

La disposition des électrodes afin d'obtenir le mode de torsion dépend surtout de l'orientation de la poutre. Pour une simple rotation par rapport à l'axe X, il est nécessaire de déposer une électrode par face. Afin de simplifier le processus de métallisation et de déposer les électrodes uniquement sur deux faces comme pour le mode de flexion, il faut donc une double rotation ce qui justifie la recherche d'une coupe compensée en température dans ce cas précis. La figure I.24 montre les deux possibilités de métallisation.

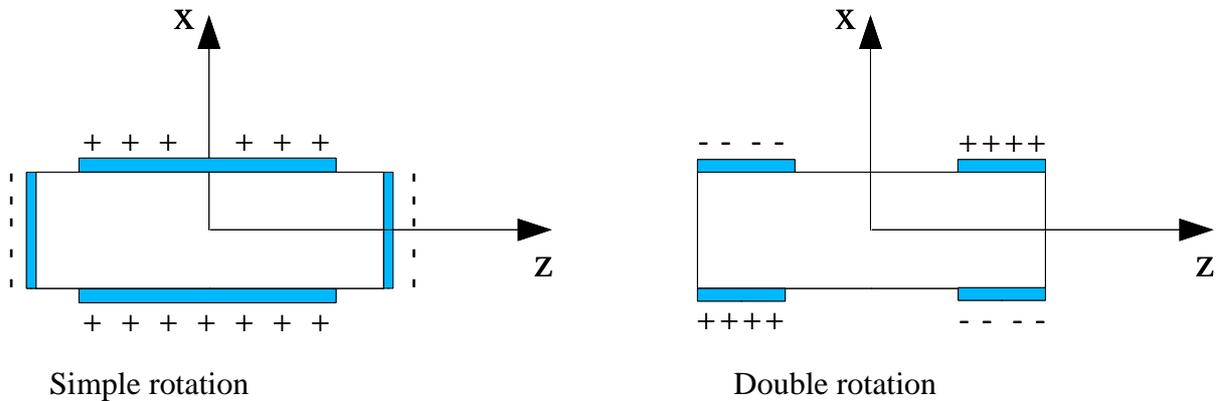


Figure I.24 : Possibilités de métallisation pour le mode de torsion

L'étude du coefficient de couplage électromécanique est réalisée dans le cas d'une métallisation sur deux faces telle que pour la flexion. De fait le calcul du champ électrique ainsi que les paramètres motionnels sont identiques.

Soit :

$$w = Sn \left( \frac{2K(t)}{x_o} \left[ -i \left( c - \frac{z_o}{2} \right) \right], t \right) \tag{I.118}$$

On retrouve l'expression I.37 pour le coefficient de couplage, cependant le calcul peut présenter des non convergences aux sommets de la section suivant la configuration des électrodes.

### 3.3. Etude d'une section circulaire

#### 3.3.A. Calcul de la fonction de S<sup>t</sup> Venant et de la fréquence de résonance

L'étude d'une poutre de section circulaire est motivée par la réalisation d'un viscosimètre en GaPO<sub>4</sub> pouvant être employé à hautes températures. La forme géométrique de la section est liée au fait que l'influence du capteur sur l'écoulement du fluide mesuré est réduite, pas d'angles vifs susceptibles de créer des turbulences.

De plus la fonction de S<sup>t</sup> Venant pour une telle géométrie est beaucoup plus simple à déterminer

que pour une poutre de section rectangulaire. Toutefois ne perdons pas de vue l'objectif qui consiste à trouver une orientation de poutre pour laquelle l'influence de la température sur la fréquence est minimisée voire nulle au premier ordre. Le fait que le cristal soit anisotrope implique que lors d'une élévation de température la section circulaire ne restera pas circulaire mais deviendra elliptique. Par conséquent, nous donnons la fonction de S' Venant pour une section elliptique représentée sur la Figure I.25 :

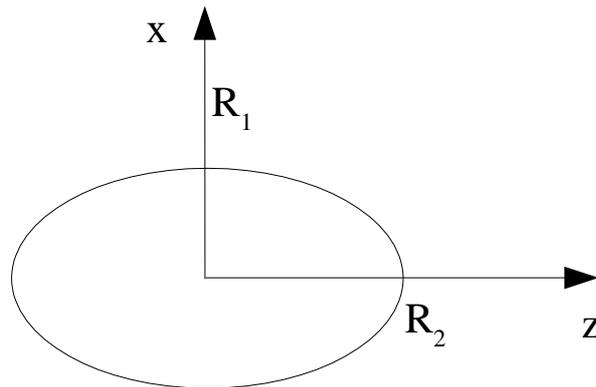


Figure I.25 : Section elliptique de la poutre.

$$\phi(z, x) = \frac{R_2^2 C_{66} - R_1^2 C_{44}}{R_1^2 C_{44} + R_2^2 C_{66}} xz \quad (\text{I.119})$$

Dans le cas circulaire,  $R_1 = R_2 = R$  ce qui réduit la fonction de S' Venant à :

$$\phi(z, x) = \frac{C_{66} - C_{44}}{C_{66} + C_{44}} xz \quad (\text{I.120})$$

Le calcul du coefficient de torsion n'est pas plus compliqué :

$$C_t = \frac{C_{66} C_{44} \pi R_1 R_2 (R_1^4 + R_2^4)}{2(R_1^2 C_{44} + R_2^2 C_{66})} \quad \text{pour la section elliptique} \quad (\text{I.121})$$

Soit :

$$C_t = \frac{C_{66} C_{44}}{C_{66} + C_{44}} \pi R^4 \quad \text{pour la section circulaire} \quad (\text{I.122})$$

Ce qui conduit pour une poutre encastree-libre aux expressions de la fréquence de résonance suivante : pour une section elliptique (I.123) et une section circulaire (I.124).

$$f_{EL} = \frac{n}{4y_o} \sqrt{\frac{2C_{66} C_{44} (R_1^4 + R_2^4)}{\rho (C_{66} R_2^2 + C_{44} R_1^2) (R_1^2 + R_2^2)}} \quad (\text{I.123})$$

$$f_{EL} = \frac{n}{4y_o} \sqrt{\frac{2 C_{66} C_{44}}{\rho (C_{66} + C_{44})}} \quad (\text{I.124})$$

Nous constatons que pour une section circulaire la fréquence de résonance est indépendante des dimensions de sections alors que pour une poutre de section elliptique comme pour la section rectangulaire ce n'est pas le cas.

### 3.3.B. Calcul des CTF

En procédant de même que pour les modes précédents, c'est-à-dire écrire le développement limité de la fréquence en fonction de la température, nous pouvons déterminer les Coefficients de Température de Fréquence.

Soit, pour la section circulaire :

$$T_f^{(1)} = \frac{1}{2} \left[ \frac{C'_{66}}{C_{66}} + \frac{C'_{44}}{C_{44}} + \frac{x'}{x} + \frac{z'}{z} - \frac{y'}{y} - \frac{(C_{66} + C_{44})'}{C_{66} + C_{44}} \right] \quad (\text{I.125})$$

$$\begin{aligned} T_f^{(2)} = & \frac{1}{4} \left[ \frac{C''_{66}}{C_{66}} - \left( \frac{C'_{66}}{C_{66}} \right)^2 + \frac{C''_{44}}{C_{44}} - \left( \frac{C'_{44}}{C_{44}} \right)^2 + \frac{x''}{x} - \left( \frac{x'}{x} \right)^2 + \frac{z''}{z} - \left( \frac{z'}{z} \right)^2 - \frac{y''}{y} \dots \right. \\ & \left. \dots + \left( \frac{y'}{y} \right)^2 - \frac{(C_{66} + C_{44})''}{C_{66} + C_{44}} + \left( \frac{(C_{66} + C_{44})'}{C_{66} + C_{44}} \right)^2 \right] + \frac{1}{8} \left[ \frac{C'_{66}}{C_{66}} + \frac{C'_{44}}{C_{44}} + \frac{x'}{x} + \frac{z'}{z} - \frac{y'}{y} - \frac{(C_{66} + C_{44})'}{C_{66} + C_{44}} \right]^2 \end{aligned} \quad (\text{I.126})$$

Et pour la section elliptique :

$$T_f^{(1)} = \frac{1}{2} \left( \frac{C'_{66}}{C_{66}} \frac{C_{44}}{C_{66} + C_{44}} + \frac{C'_{44}}{C_{44}} \frac{C_{66}}{C_{66} + C_{44}} + \frac{R'_1}{R_1} \frac{2 C_{66}}{C_{66} + C_{44}} + \frac{R'_2}{R_2} \frac{C_{44}}{C_{66} + C_{44}} - \frac{y'}{y} \right) \quad (\text{I.127})$$

Les variations du premier CTF pour le quartz et le GaPO<sub>4</sub> sont représentées sur la Figure I.26, dans le cas “isotrope”: la section circulaire reste circulaire quel que soit la variation de température.

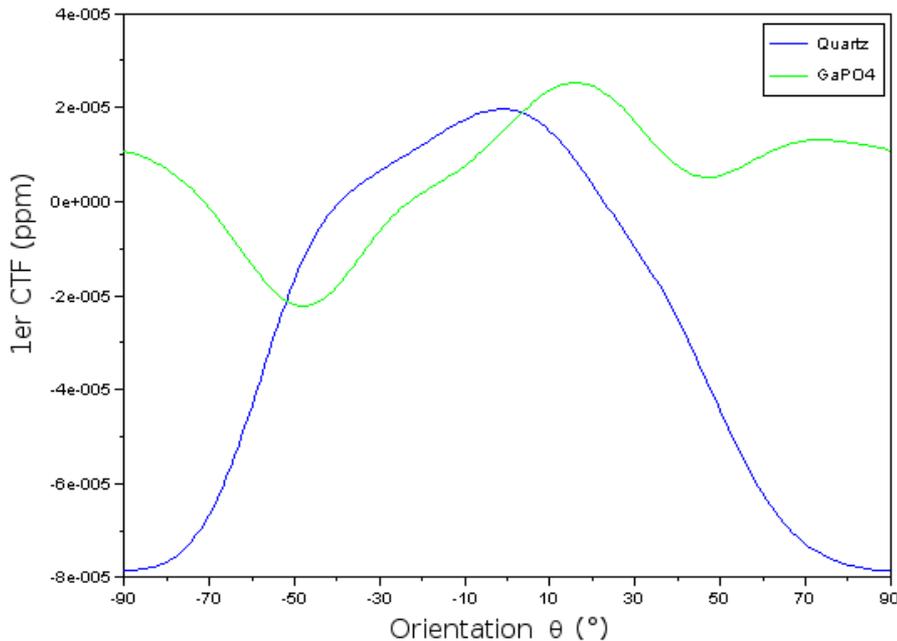


Figure I.26 : Variations du CTF dans d'une section circulaire.

Nous relevons pour le quartz une compensation complète (ce n'est pas une minimisation comme pour l'élongation ou la flexion) pour un angle de coupe de  $-39,2^\circ$  et pour le GaPO<sub>4</sub> deux coupes compensées l'une à  $-71,3^\circ$  et l'autre à  $-22,9^\circ$  [34].

### 3.3.C. Détermination du coefficient de couplage électromécanique

Comme pour les études précédentes, nous allons déterminer le facteur de couplage électromécanique. Pour cela, il faut calculer le champ électrique à l'intérieur de la poutre. La disposition des électrodes est représentée sur la Figure I.27.

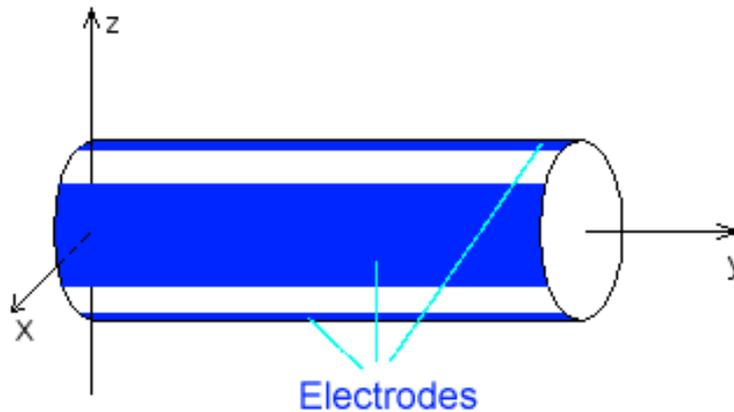


Figure I.27 : Définition des électrodes pour le mode de torsion.

Afin de calculer le champ électrique, il faut déterminer la transformation conforme qui va exprimer le champ électrique intérieur de la poutre à section circulaire en celui du demi-plan supérieur. La Figure I.28 schématise cette transformation.

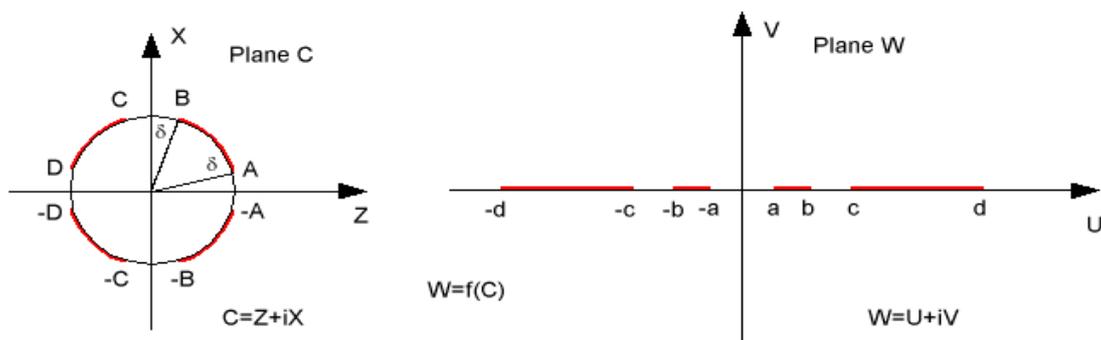


Figure I.28 : Représentation de la transformation conforme : intérieur du cercle demi-plan supérieur.

Cette transformation conforme a pour expression :

$$w = f(c) = i \frac{R - c}{R + c} \tag{I.128}$$

Après simplification, dans le cas de section circulaire où  $R = \sqrt{z^2 + x^2}$  :

$$w = \frac{x}{R+z} \quad (\text{I.129})$$

Le champ électrique dans le plan  $w$  où les électrodes sont coplanaires, a la même expression que celle présentée dans le cas de l'extension (Eq. I.23).

Soit :

$$E(w) = -\frac{\partial \phi}{\partial w} = \frac{b_0 + b_1 w + b_2 w^2}{\sqrt{(w^2 - a^2)(w^2 - b^2)(w^2 - c^2)(w^2 - d^2)}} \quad (\text{I.130})$$

Les constantes  $b_0$ ,  $b_1$  et  $b_2$  sont déterminées d'une part par le potentiel appliqué sur les électrodes ainsi que par la position des électrodes définies par l'angle  $\delta$ .

Ensuite, il est donc facile d'obtenir le champ électrique à l'intérieur de la poutre. En utilisant la définition même du champ électrique qui consiste à dire que le champ électrique est le gradient du potentiel :

$$E(c) = E(w) \frac{\partial w}{\partial c} \quad (\text{I.131})$$

Les Figures I.28a et I.28b montrent le champ électrique obtenu dans la plan  $w$  et la Figure I.29 représente le champ électrique à l'intérieur de la section de poutre.

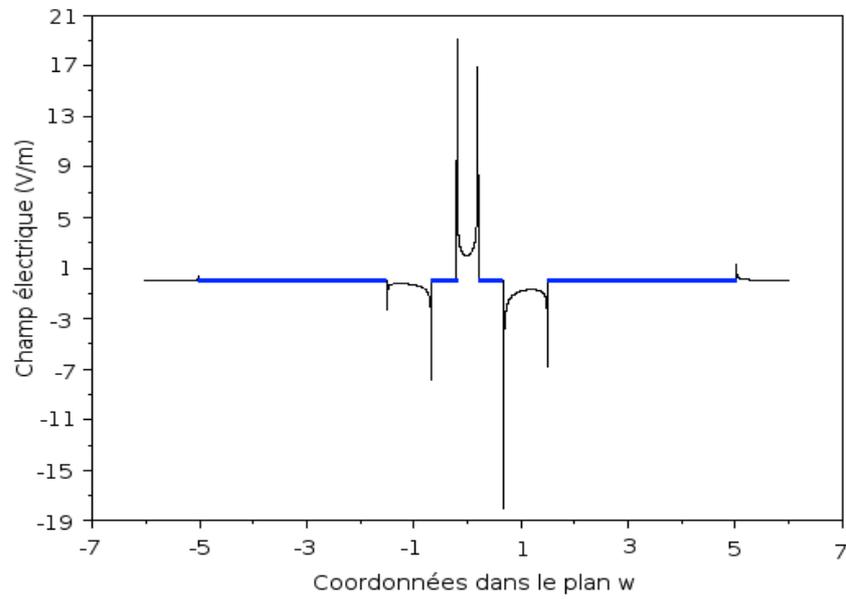


Figure I.28a : Partie réelle du champ électrique dans le plan w pour quatre électrodes coplanaires.

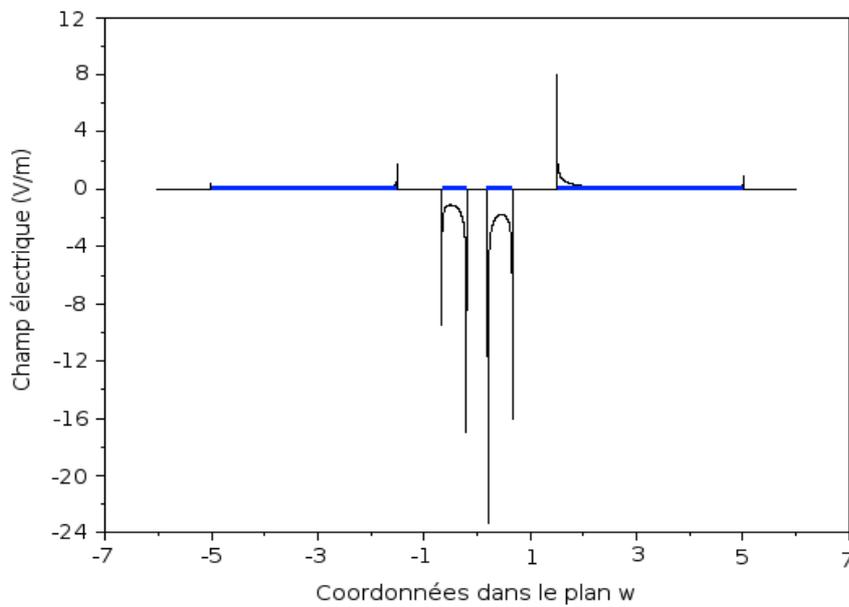


Figure I.28b : Partie imaginaire du champ électrique dans le plan w pour quatre électrodes coplanaires.

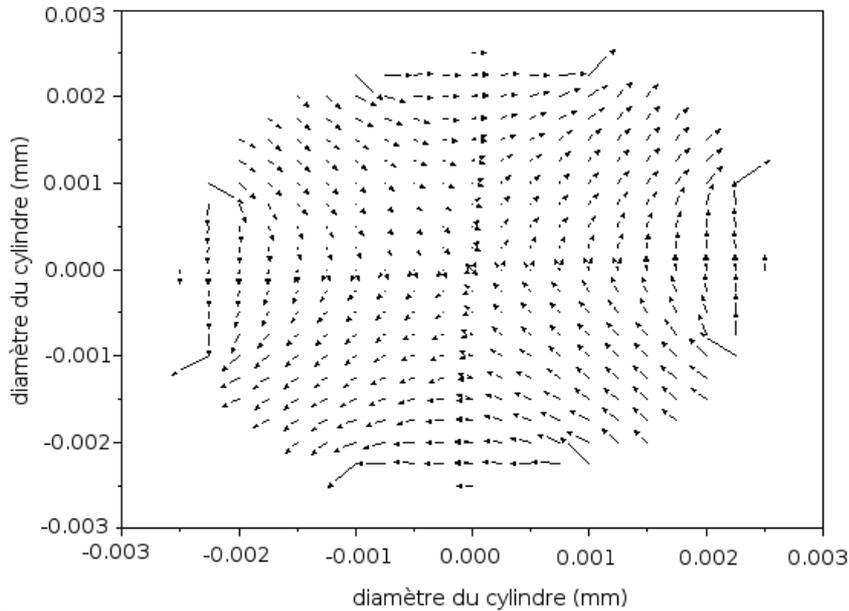


Figure I.29 : Champ électrique à l'intérieur de la poutre.

Les différentes énergies mises en oeuvre : énergie mécanique, électrique et piézoélectrique peuvent être calculées.

$$U_m = \frac{1}{2} \tau^2 \left[ C_t + 2 \frac{C_{66} - C_{44}}{C_{66} + C_{44}} \iint_S (C_{66} x^2 - C_{44} z^2) dx dz \right] \quad \text{énergie mécanique} \quad (\text{I.132})$$

$$U_p = \frac{1}{2S} \iint_S (d_{14} E_z \sigma_4 + d_{36} E_x \sigma_6) dx dz \quad \text{énergie piézoélectrique} \quad (\text{I.133})$$

$$U_e = \frac{1}{2S} \iint_S (\epsilon_{11} E_z^2 + \epsilon_{33} E_x^2) dx dz \quad \text{énergie électrique} \quad (\text{I.134})$$

Avec S la section de la poutre.

Ainsi la détermination du facteur de couplage peut donc être obtenu en utilisant la formule de Lewis (Eq. I.21) [21].

La Figure I.30 représente le facteur de couplage électromécanique en fonction de l'orientation de la poutre dans le cristal pour différentes électrodes.

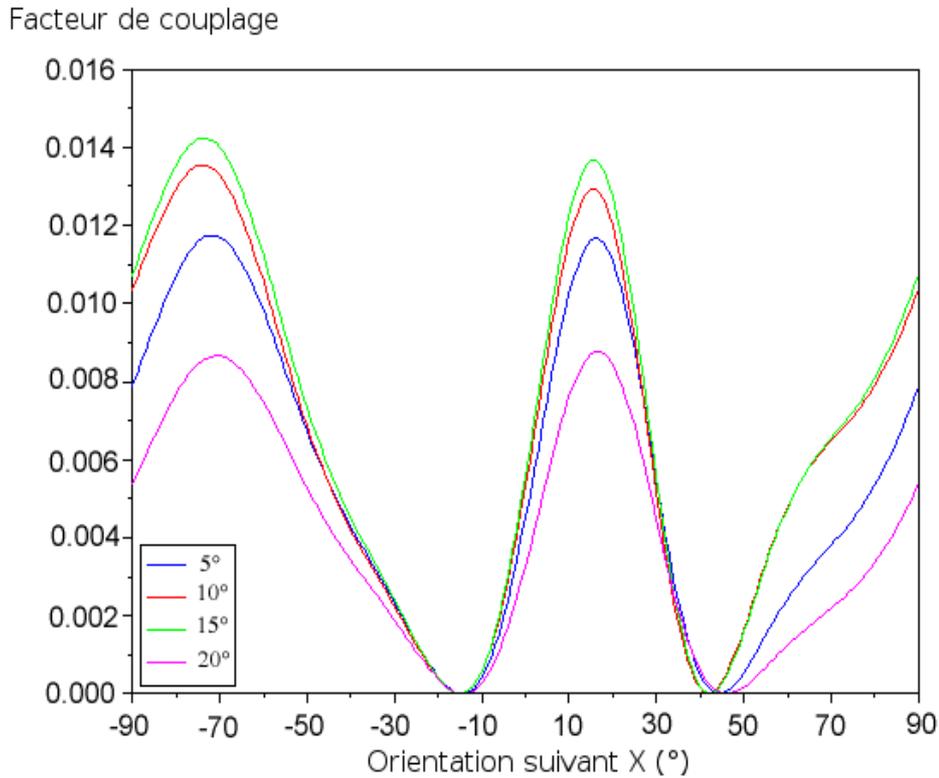


Figure I.30 : Facteur de couplage électromécanique en fonction de l'angle de coupe pour différentes électrodes.

Pour les orientations de poutre correspondant à celles où la compensation en température est présente, nous relevons un facteur de couplage de  $14,14 \cdot 10^{-3}$  pour la coupe X-71,3° et  $0,93 \cdot 10^{-3}$  pour la coupe de X-22,9 lorsque l'angle  $\delta$  définissant la taille et la position des électrodes est de 15°.

De plus, il est aisé d'obtenir les paramètres du circuit électrique équivalent. Soit la capacité statique, la capacité motionnelle et l'inductance motionnelle. Quant à la résistance motionnelle qui traduit les pertes dans le résonateur : pertes liées aux fixations mécaniques, aux impuretés du cristal et autres. Elle ne peut être déterminée dans cette étude de façon correcte vue les hypothèses utilisées.

#### 4. Conclusion

L'expérience acquise dans le domaine des capteurs à sortie fréquentielle avec le quartz permet de

vérifier la justesse et la cohérence des modèles réalisés. Ces trois modèles de poutre développés dans ce chapitre : extension, flexion et torsion permettent de déterminer les orientations dans le cristal de  $\text{GaPO}_4$  pour lesquelles la fréquence de résonance est compensée en température autour de l'ambiante. Les modèles sont complétés par l'étude analytique du facteur de couplage électromécanique en faisant appel aux transformations conformes pour le calcul du champ électrique.

# **CHAPITRE II**

## **MODELES ELEMENTS FINIS**



## 1. Introduction

L'évolution technologique conduit les ingénieurs et chercheurs d'aujourd'hui à travailler sur des projets de plus en plus complexes : multi-physique. Pour ce faire, ils construisent des modèles qui leur permettent de simuler le comportement des systèmes étudiés : transport, nucléaire, biologique... Ils peuvent donc prévoir l'influence de leurs décisions lors de la conception.

La Méthode des Eléments Finis (MEF) est un outil mathématique dédié à la résolution de problème d'Equations aux Dérivées Partielles (EDP) associées à des conditions aux limites bien définies. Cet outil mathématique a pour but de rechercher une solution numérique approchée de la solution exacte. Pour cela, la MEF consiste à utiliser une approximation simple de variables inconnues pour transformer les équations aux dérivées partielles en équations algébriques.

L'avancée informatique de ces dernières années a rendu possible la résolution de problèmes complexes sur les ordinateurs de bureau, notamment en raison d'un accroissement de la puissance de calcul des processeurs ainsi que de la mémoire présente.

De plus aucun domaine n'est épargné par la MEF, de la géophysique jusqu'aux systèmes micro-électromécaniques (MEMS) en passant par la biochimie, toutes études nécessitent à un moment ou à un autre le recours aux éléments finis. Nombre de logiciels sont donc apparus sur ce marché anciennement réservé aux stations de travail. Nous pouvons citer par exemple : ANSYS, SYSTUS, MODULEF, ATTILA, NASTRAN, MATLAB/FEMLAB, SCILAB.... Chacun d'entre-eux ont des spécificités bien particulières mais se veulent multi-physique.

L'étude présentée dans ce chapitre est réalisée avec ANSYS (ANSYS Inc.). Le choix de celui-ci est justifié du fait de la présence de module piézoélectrique ainsi que de la facilité de prise en main. Par conséquent, les différents modèles et problèmes peuvent être traités de façon plus proche de la réalité. De la détermination des modes jusqu'au calcul des paramètres motionnels du circuit électrique équivalent (Figure I.13), les éléments finis sont employés partout. Une comparaison avec l'étude analytique est également présentée.

Le schéma (Figure II.1) montre, depuis la prise en compte du système physique jusqu'à la solution approchée, l'architecture générale de la MEF.

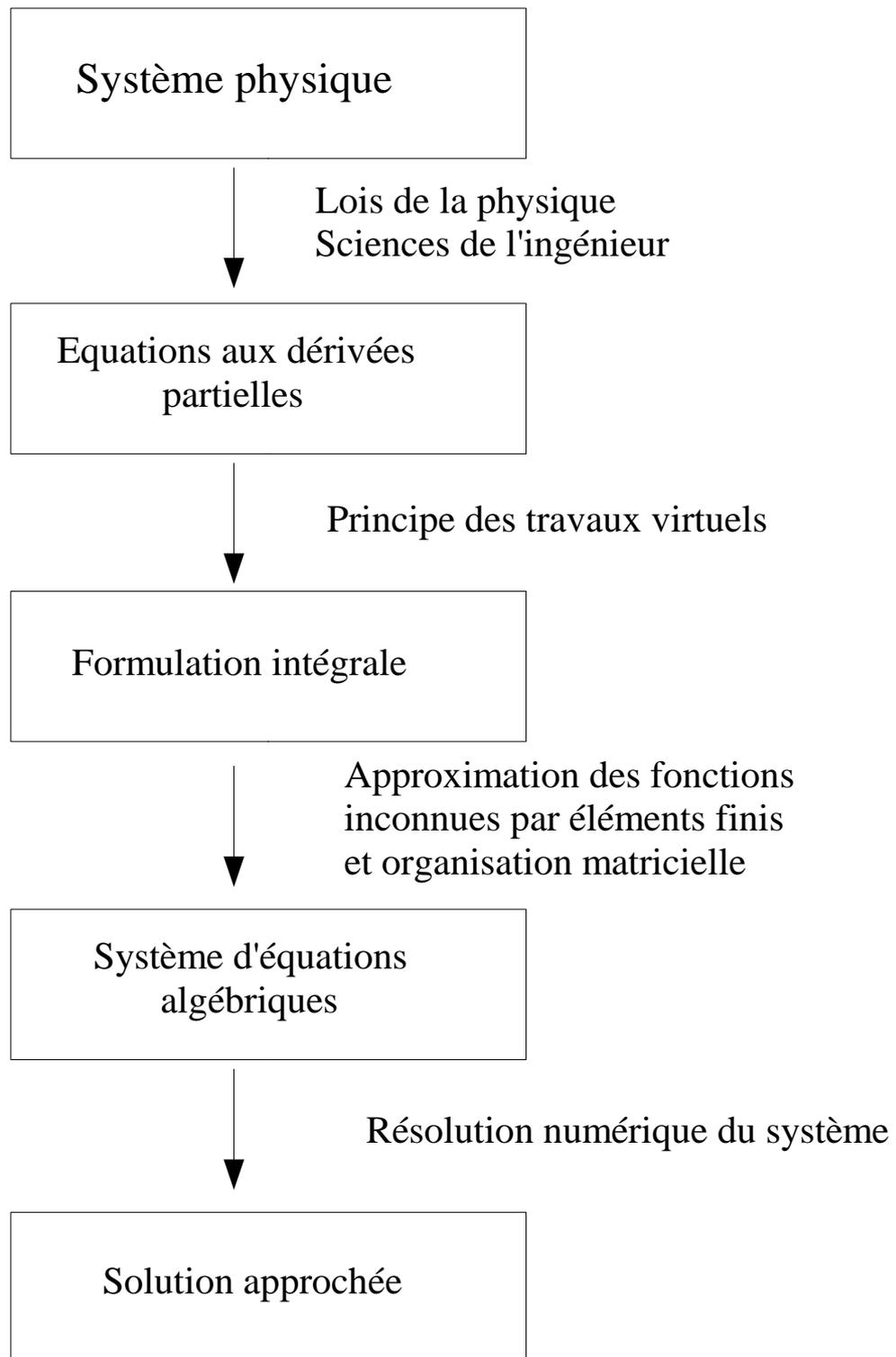


Figure II.1 : Architecture d'une étude par éléments finis.

## 2. Principe

Nous allons décrire le principe de la méthode des éléments finis dans le cas de notre résonateur. Le comportement d'un résonateur piézoélectrique est défini par les théorèmes de la mécanique générale. La formulation intégrale d'un tel problème se réduit à [36-40] :

$$\int_{t_0}^{t_1} \left\{ \int_{Volume} [\sigma_{ij} \delta u_{j,i} + \rho \ddot{u}_j \delta u_j] dV - \int_{Surface} f_i \delta u_i dS \right\} dt = 0 \quad (II.1)$$

Avec  $t_0$  et  $t_1$  temps initial et final du calcul lorsque le problème dépend du temps,  $u_i$  le déplacement suivant  $i$ ,  $\delta u_i$  un déplacement élémentaire suivant  $i$  et  $f$  la force appliquée par unité de surface.

La loi de comportement du matériau piézoélectrique est donnée par  $\sigma_{ij} = C_{ijkl} S_{kl} - e_{kij} E_k$ .

où  $\sigma$  est le tenseur des contraintes,  $C$  celui des constantes élastiques de raideur,  $e$  des constantes piézoélectriques,  $S$  est le tenseur des déformations,  $E$  le champ électrique. On applique ici la convention d'Einstein notant la dérivation partielle par une virgule.

La méthode consiste à découper le domaine de calcul, ici le résonateur, en petits éléments : c'est l'opération de maillage. Et ainsi obtenir une solution approchée du problème à l'aide de fonctions d'interpolation par juxtaposition de solutions calculées sur ces petits éléments. Il faut donc déterminer de façon judicieuse les paramètres de maillage soit :

- le type d'interpolation choisi, le plus fréquemment des polynômes de degré un ou deux.
- le nombre d'éléments afin de constituer une approximation satisfaisante de la solution.

Ce qui conduit à la construction d'éléments (mailles) en choisissant arbitrairement des points prédéterminés appelés noeuds de l'élément. C'est en ces points qu'est déterminée la valeur locale des inconnues dans chaque élément. Le nombre d'inconnues scalaires par noeud varie selon la nature du problème. Ce nombre est appelé nombre de degrés de liberté (ddl). L'interpolation permet de calculer une valeur approchée de la solution en tout point de la maille en ne connaissant que les valeurs aux noeuds de l'élément.

La discrétisation de la formulation variationnelle (Eq. II.1) consiste à décomposer les intégrales sur le domaine et les frontières en une somme d'intégrales calculées sur les domaines élémentaires.

$$\int_{t_0}^{t_1} \left\{ \sum_{\text{Elements } V^e} \int [\sigma_{ij} \delta u_{j,i} + \rho \ddot{u}_j \delta u_j] dV^e - \sum_{\text{Elements } S^e} \int f_i \delta u_i dS^e \right\} dt = 0 \quad (\text{II.2})$$

Où  $V^e$  est le volume élémentaire et  $S^e$  la surface associée.

Nous pouvons donc remplacer à l'intérieur de chaque élément la fonction à intégrer par sa forme discrétisée qui n'est ni plus ni moins que la fonction d'interpolation [36-40] :

$$\delta U_j = [N]^e \{ \delta U_n \}^e \quad (\text{II.3})$$

$$\delta U_{j,i} = [B]^e \{ \delta U_n \}^e \quad (\text{II.4})$$

Où  $[N]^e$  est la fonction d'interpolation de l'élément,  $[B]^e$  le gradient de la fonction d'interpolation et  $\{ \delta U_n \}$  les ddl aux noeuds.

Soit :

$$\int_{V^e} \left[ \{ \delta U_i \}^e [B^e]^T [\sigma_{ij}] [B^e] \{ U_i \}^e - \rho \omega^2 \{ \delta U_i \}^{eT} [N^e]^T [N^e] \{ U_i \}^e \right] dV^e - \int_{S^e} \{ \delta U_n \}^{eT} [N^e] \{ f \} dS^e = 0 \quad (\text{II.5})$$

D'où la forme discrétisée [36-40] :

$$\sum_{\text{Element}} \left[ [K^e] - \omega^2 [M^e] \right] \{ U_n \}^e = \sum_{\text{Element}} [F^e] \quad (\text{II.6})$$

avec  $[K^e] = \int_{V^e} [B]^T [\sigma] [B] dV^e$  matrice des rigidités,  $[M^e] = \int_{V^e} \rho [N]^T [N] dV^e$  matrice de

masses et  $[F^e] = \int_{S^e} [N]^T \{ f \} dS^e$  matrice de forces généralisées.

Nous obtenons donc un système d'équations algébriques (Eq. II.6). La résolution de ce système apporte la solution approchée du problème physique (Eq. II.1).

### 3. Simulation avec ANSYS

L'objectif de cette simulation par éléments finis est de construire un modèle moins restrictif, du point de vue des hypothèses, que le modèle analytique exposé au chapitre I. Le modèle consiste à représenter un résonateur de type poutre en prenant en considération : l'effet piézoélectrique, la masse des électrodes ainsi que la géométrie tridimensionnelle du résonateur.

Premièrement, définissons la géométrie de notre résonateur. C'est une poutre de section rectangulaire de dimensions :  $x_0$  (largeur) = 2 mm,  $z_0$  (hauteur) = 1 mm et  $y_0$  (longueur) = 15 mm. L'étude réalisée est faite sur le quartz et le  $\text{GaPO}_4$  mais peut être étendue à bien d'autres matériaux. Le matériau est défini par ses propriétés mécanique, électrique et piézoélectrique représentées respectivement par le tenseur des rigidités  $C_{kl}$  ( $k, l$  de 1 à 6), des coefficients piézoélectriques  $e_{ik}$  ( $i$  de 1 à 3 et  $k$  de 1 à 6) et des permittivités  $\varepsilon_{ij}$  ( $i, j$  de 1 à 3). Nous définissons également l'orientation de la poutre afin d'obtenir des résultats dans les mêmes conditions que pour le modèle analytique dans le but de les confronter.

L'élément qui va permettre le maillage du résonateur dépend des ddl souhaités. Dans notre cas, nous avons quatre ddl par noeuds : les trois composantes de l'espace et le potentiel électrique. Cependant, il faut un élément qui intègre la piézo-électricité dans ces fonctions d'interpolation. Ansys 6.1 met à notre disposition trois éléments possibles : Solid5, Solid98 et Plane13. Solid98 est un élément quadratique tridimensionnel de forme pyramidale. Plane13 est un élément bidimensionnel de forme rectangulaire qui utilise une interpolation linéaire. Solid5 est un élément tridimensionnel de forme parallélépipédique ou prismatique utilisant également une interpolation linéaire. C'est ce dernier que nous avons choisi car il se prête bien aux géométries étudiées tout en ayant les propriétés requises.

La disposition des électrodes est définie comme dans le modèle analytique : configuration B du mode d'élongation (Figure II.2). La première simulation est une simulation modale dont le but est de déterminer les modes et fréquences de la structure étudiée. La seconde simulation est une simulation dynamique, en appliquant un potentiel sur les électrodes, nous observons le mode excité puis nous déterminons les paramètres motionnels.

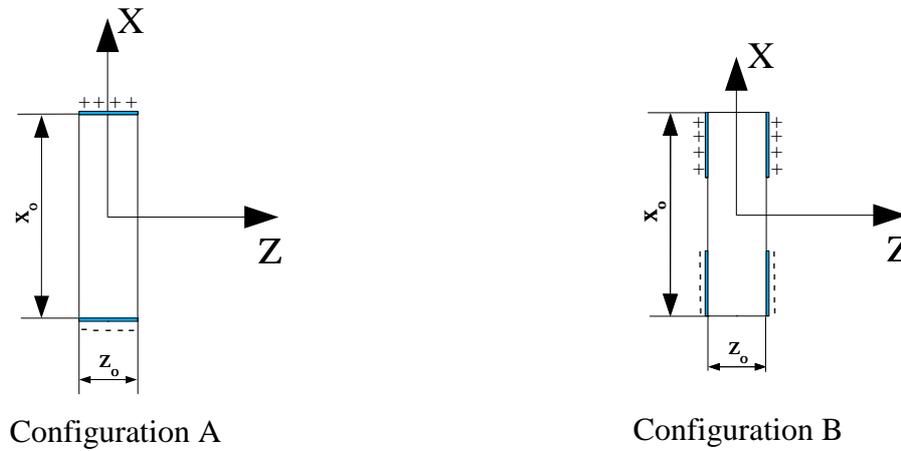


Figure II.2 : Configuration d'électrodes pour le mode d'extension.

#### 4. Analyse modale

L'analyse modale nous permet dans un premier temps de déterminer les modes et fréquences de la structure étudiée. Cette structure est représentée sur la Figure II.3.

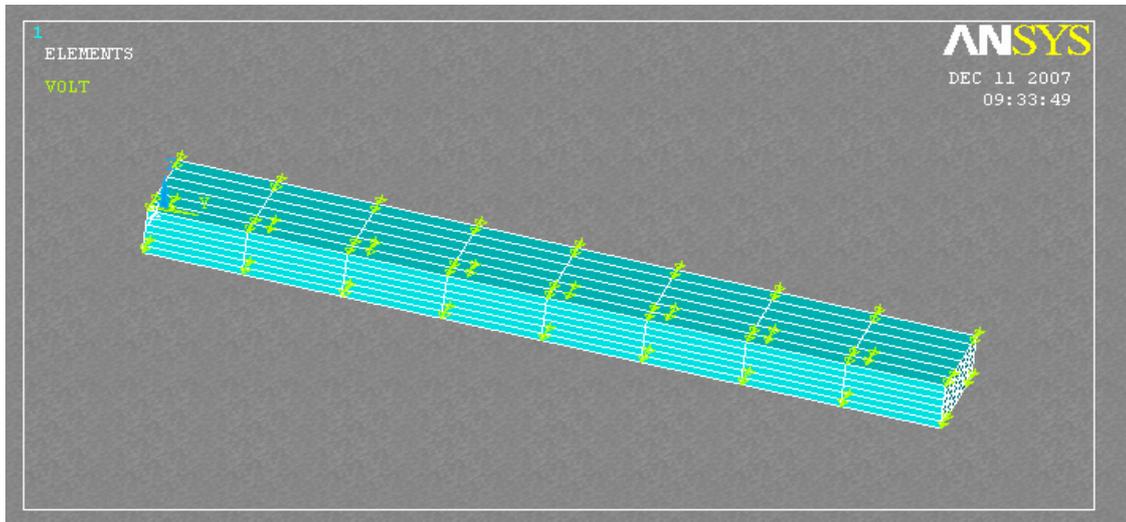


Figure II.3 : Modélisation d'un résonateur poutre maillé.

Pour une poutre correspondant à l'axe cristallographique de longueur 15 mm, de largeur 2 mm et 1 mm de hauteur dont les conditions aux limites sont libre-libre. Nous obtenons les modes et

fréquences suivantes :

<i>Mode</i>	<i>Fréquences (Hz)</i>	<i>Types</i>
1	18 283	1 <sup>er</sup> mode Flexion /Z
2	35 131	1 <sup>er</sup> mode Flexion /X
3	52 681	2 <sup>ème</sup> mode Flexion /Z
4	65 872	1 <sup>er</sup> mode Torsion
5	93 478	2 <sup>ème</sup> mode Flexion /X
6	110 522	3 <sup>ème</sup> mode Flexion /Z
7	132 962	1 <sup>er</sup> mode Extension
8	135 167	2 <sup>ème</sup> mode Torsion
9	177 197	3 <sup>ème</sup> mode Flexion /X
10	199 303	4 <sup>ème</sup> mode Flexion /Z

Tableau II.1 : Modes et fréquences d'une poutre de 15 mm de long, 2 mm de large et 1 mm de haut dont l'orientation est cristallographique.

Prenons le cas de l'élongation et vérifions l'influence du rapport de section sur la fréquence. Dans le modèle analytique ce paramètre n'est pas pris en compte du fait des hypothèses qui restreignent le modèle à une dimension. Nous constatons (Figure II.4) que le fait de négliger les dimensions de section et spécialement le rapport entre elles est préjudiciable vu l'importante influence de ce paramètre sur la fréquence. Pour autant le modèle analytique qui se résumait à une dimension n'est pas aberrant car il donne une très bonne idée de la fréquence de résonance pour le mode choisi. Par exemple, pour le 1<sup>er</sup> de mode d'extension la fréquence du modèle analytique est de 131 751 Hz et pour le MEF de 132 962 Hz. Ce décalage de fréquence est dû à l'influence de la section ainsi qu'à l'effet piézoélectrique dans une moindre mesure car l'étude porte sur la variation de fréquence en fonction de la section, soit environ 110 ppm.

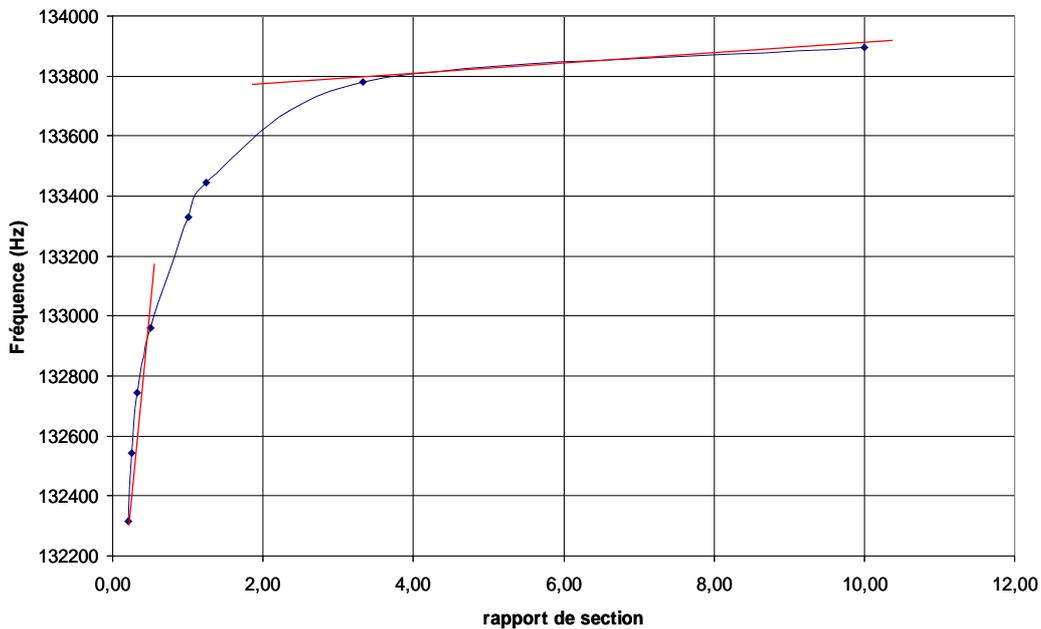


Figure II.4 : Variation de la fréquence de résonance en fonction du rapport de section pour le 1<sup>er</sup> mode d'extension d'une poutre.

L'influence du maillage est représenté sur la Figure II.4bis. Cette influence n'intervient pas sur le décalage de fréquence mais sur la précision du décalage 100 ppm pour 16 mailles sur la longueur et 110 ppm pour 8 mailles.

Nous pouvons donc nous demander si l'orientation déterminée dans le chapitre précédent pour les coupes compensées est exacte ou non. Dans le modèle analytique, la section n'étant pas présente son effet sur la compensation en température n'a pu être évalué. Nous laissons en suspend cette question pour le moment et y reviendrons ultérieurement dans le chapitre III où seront exposées les mesures expérimentales.

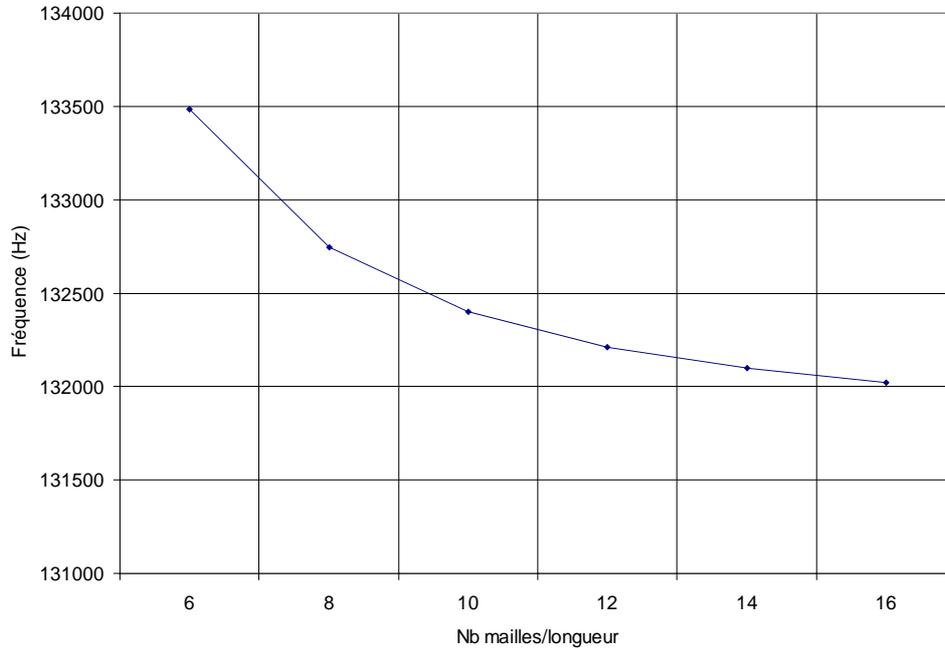


Figure II.4bis : Influence du maillage sur la précision pour le mode d'élongation

Etudions maintenant si la configuration des électrodes modifie ou non la fréquence de résonance. Pour pouvoir comparer cela, nous allons négliger la masse des électrodes et uniquement analyser l'effet induit par le champ électrique. Toujours pour le mode d'élongation, nous constatons que lorsque les électrodes sont de tailles différentes la fréquence est modifiée. Dans le cas de deux électrodes ayant une taille identique (configuration B Figure II.2) nous obtenons une fréquence de 132 962 Hz. Et lorsque ces deux électrodes ne font plus qu'une nous avons une fréquence de 132 956 Hz. Soit une variation de fréquence de 6 Hz ce qui représente 45 ppm. Il est donc possible d'optimiser la taille des électrodes pour avoir le meilleur facteur de couplage (Chapitre II.4).

Jusqu'à présent nous avons analysé uniquement le mode d'élongation mais qu'en est-il pour la flexion et la torsion. Dans le cas de la torsion, l'influence de la section est prise en compte par la fonction de St Venant et intervient lors de l'obtention des coupes compensées. Comparons les résultats obtenus par les deux méthodes : modèle analytique et MEF.

<i>Hauteur (z)</i>	<i>Largeur (x)</i>	<i>Rapport (z/x)</i>	<i>Fréquences théoriques (Hz)</i>	<i>Fréquences MEF (16 elts sur la longueur) (Hz)</i>
1	5	0,2	31 104	32 047
1	4	0,25	37 945	38 865
1	3	0,33	48 321	48 622 – 50 047 (modes couplés avec flexion/Z ou flexion/X)
1	2	0,5	64 957	65 872
1	1	1	85 951	87 025
2	1	2	74 956	75 959

Tableau II.2 : Comparaison entre la variation de fréquence théorique et MEF en fonction du rapport de section pour le 1<sup>er</sup> mode de torsion.

Nous constatons que pour certains rapport de section il n'existe pas de mode de torsion unique mais un mode de torsion couplé avec un mode de flexion (Figure II.5). Ce résultat est visible par la méthode d'éléments finis mais non par le modèle théorique.

Le calcul du mode de flexion, par le modèle théorique, prend en compte la longueur et la hauteur de poutre. Le rapport longueur/hauteur s'il est supérieur à 20 permet de négliger le cisaillement de section : hypothèse de Bernoulli. Le modèle de Timoshenko quant à lui prend en compte le phénomène de cisaillement de section. Cependant, le rapport de section n'est pas pris en considération dans le modèle. Or nous constatons l'importance de ce paramètre du fait du couplage avec le mode de torsion (Figure II.5). Le tableau II.3 montre la variation de fréquence en fonction du rapport de section pour le modèle MEF. Contrairement au mode d'extension (Figure II.4) nous constatons l'importance de ce paramètre (Figure II.6). Nous remarquons également qu'il se passe une inversion dans la variation de fréquence à partir d'une section carrée (Figure II.6).

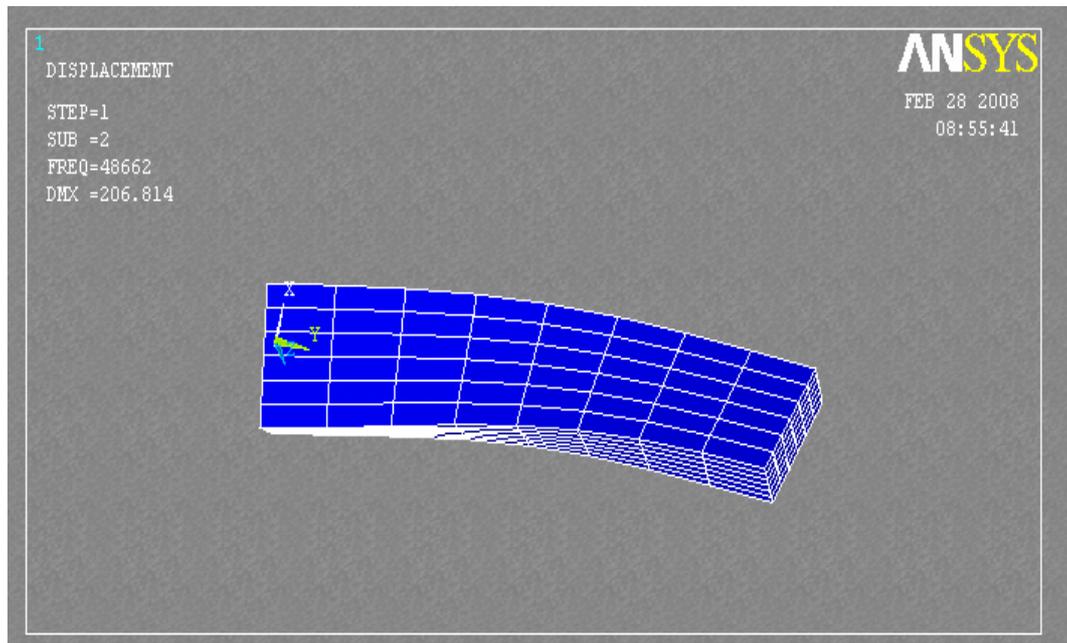


Figure II.5 : Mode de torsion couplé à un mode de flexion pour un rapport de section de 0,33.

<i>Hauteur</i> (z)	<i>Largeur</i> (x)	<i>Rapport</i> (z/x)	<i>Fréquences MEF</i> (Hz)
1	5	0,2	18 313
1	4	0,25	18 301
1	3	0,33	18 289
1	2	0,5	18 283
1	1	1	18 295
1	0.8	1,25	18 327
1	0.5	2	18 303
1	0.3	3,33	18 353
1	0.1	10	18 384

Tableau II.3 : Comparaison entre la variation de fréquence théorique et MEF en fonction du rapport de section pour le 1<sup>er</sup> mode de flexion /z.

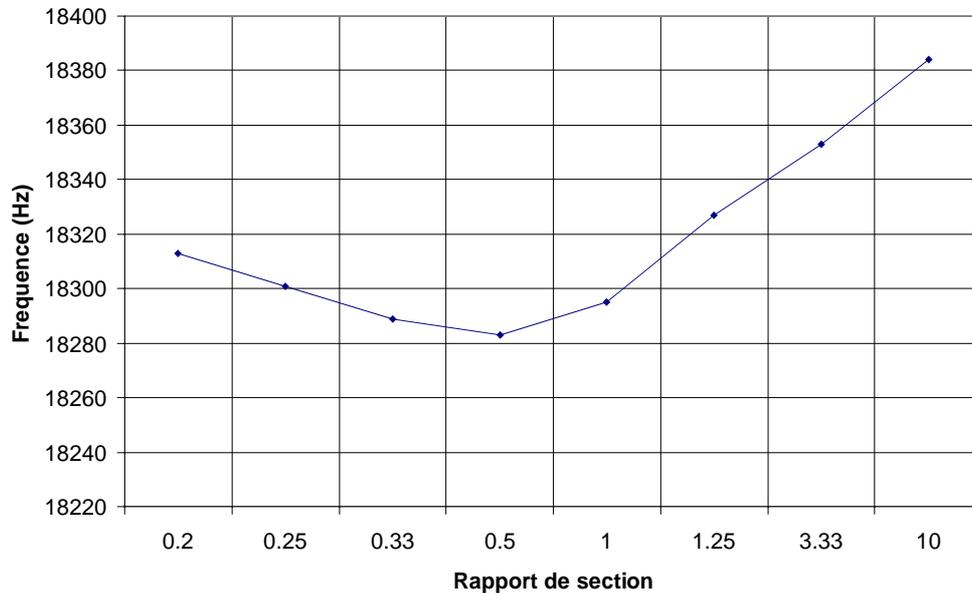


Figure II.6 : Etude de la variation de fréquence en fonction du rapport de section pour le 1<sup>er</sup> mode de flexion/z d'une poutre.

## 5. Analyse dynamique

L'analyse dynamique permet de simuler la structure comme dans le cas réel. En appliquant un potentiel sur les électrodes, nous étudions le mode obtenu et pouvons en déterminer les paramètres motionnels. De plus, il est possible d'étudier l'influence des conditions aux limites sur la fréquence.

Reprenons le cas de la poutre libre-libre et appliquons un potentiel aux électrodes suivant la configuration B de la Figure II.2. Sur la Figure II.7, nous remarquons une résonance sur la longueur à la fréquence de 131 960 Hz ce qui correspond à la fréquence théorique et celle obtenue lors de l'analyse modale du mode d'élongation.

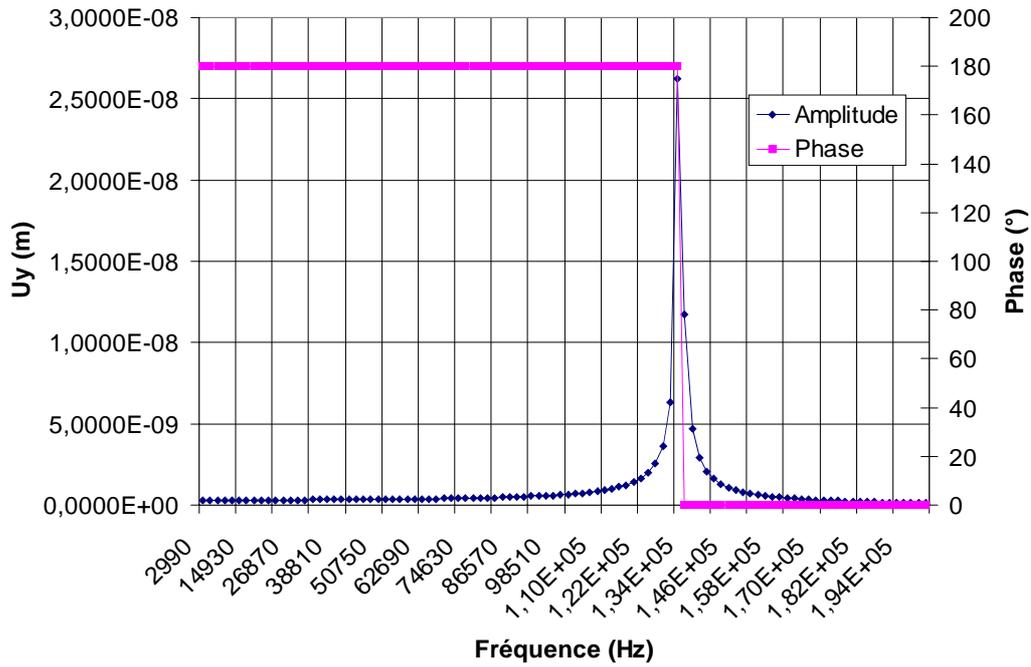


Figure II.7 : Réponse fréquentielle de la poutre libre-libre soumise à un potentiel ( $U = \pm 1V$ ) correspondant à la configuration B de la Figure II.2 d'une poutre.

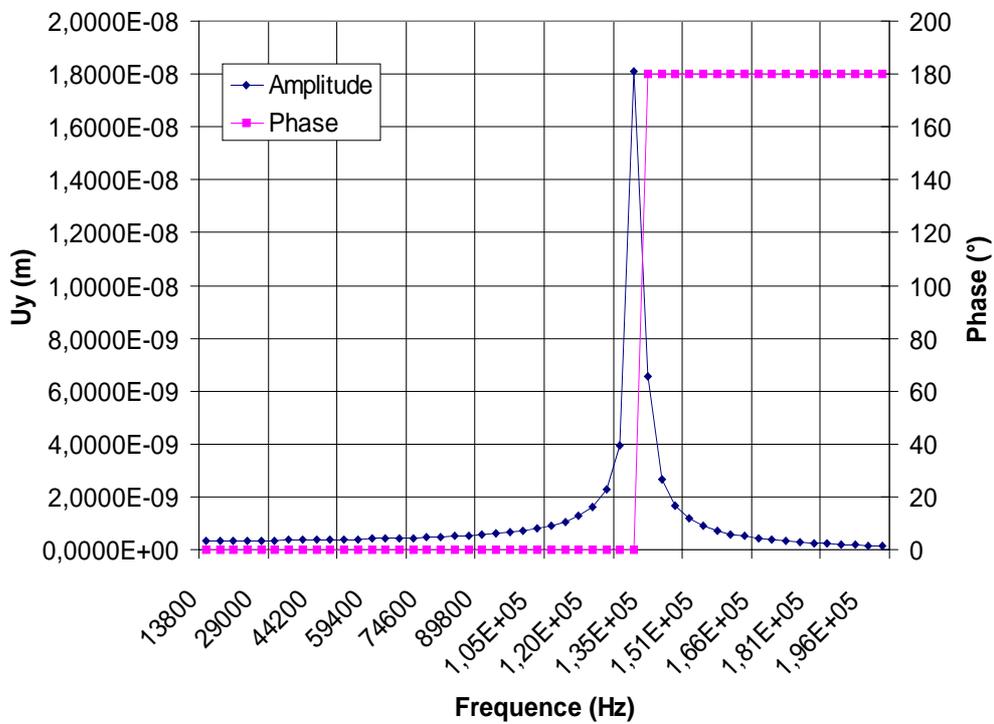
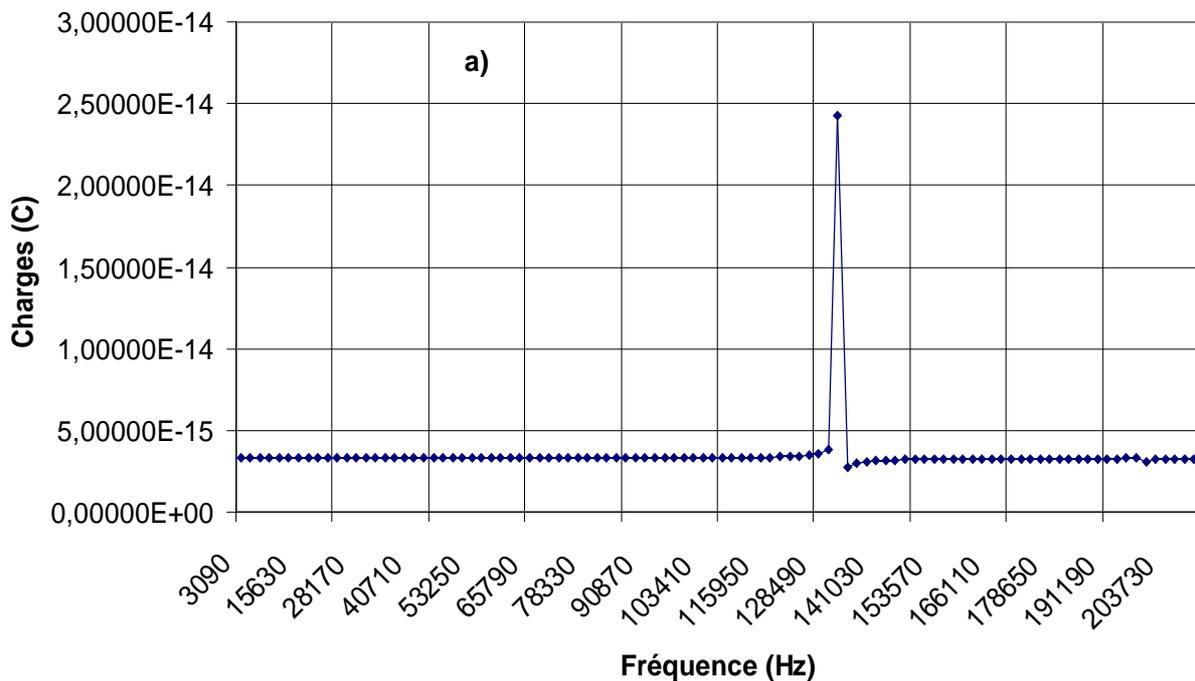


Figure II.8 : Réponse fréquentielle de la poutre libre-libre soumise à un potentiel ( $U = \pm 1V$ ) correspondant à la configuration A de la Figure II.2 d'une poutre.

Nous constatons, lors d'une analyse sur une large plage de fréquence [3 000 ; 200 000 Hz] et [13 000 ; 200 000 Hz] que les deux configurations d'électrodes permettent d'obtenir un mode qui correspond au mode d'extension. De plus, nous remarquons que ces deux configurations d'électrodes n'excitent pas de modes parasites. Il est également possible de tracer l'évolution des charges sur les électrodes (Figure II.9a et II.9b). Ce qui est réalisé expérimentalement lors de la caractérisation du résonateur par l'intermédiaire d'un amplificateur de charges. Sur les Figures II.9a et II.9b, nous observons la résonance et l'anti-résonance qui permettent de déterminer le circuit électrique équivalent. La capacité statique est déterminée par la configuration géométrique des électrodes. Quant aux paramètres motionnels, capacité, inductance et résistance, ils sont propres au mode étudié. Cependant pour la résistance motionnelle qui représente les pertes du résonateur, elle ne peut être calculée de façon réaliste car la modélisation considère le cristal ainsi que les conditions aux limites comme parfait.



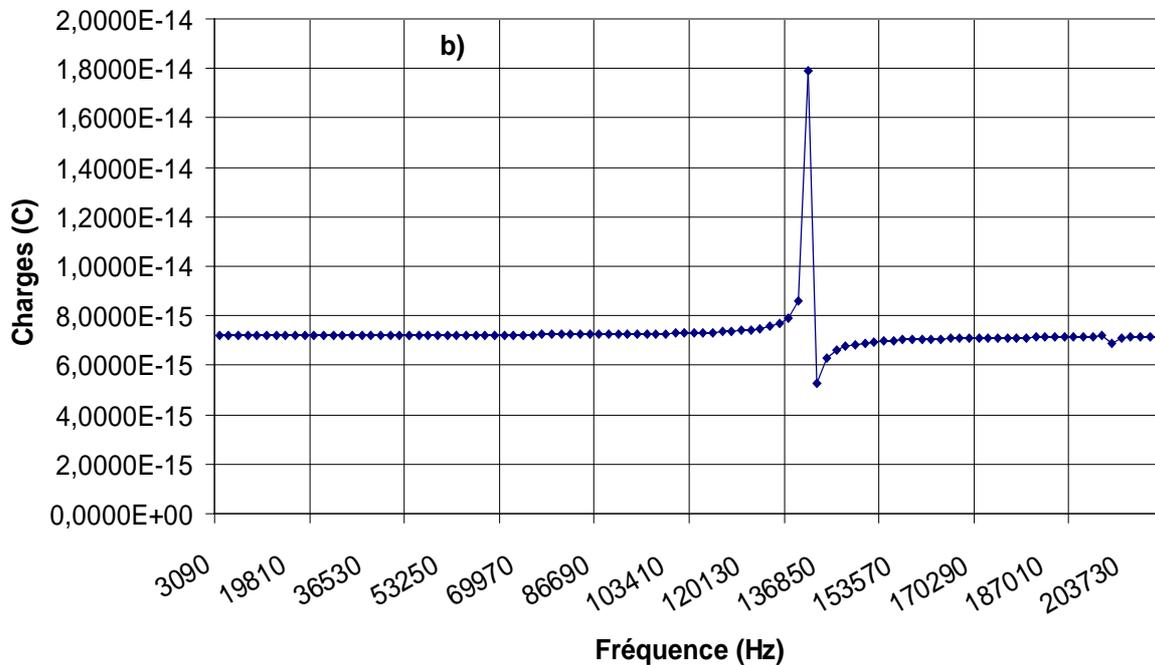


Figure II.9 : Evolution des charges électriques en fonction de la fréquence pour :

- a) la configuration B Figure II.2.
- b) la configuration A Figure II.2.

Nous remarquons sur les deux configurations d'électrodes que la charge électrique est du même ordre de grandeur. Pour la configuration B, les charges électriques sont environ deux fois plus importantes que pour la configuration A. Cela se traduit par un meilleur facteur de couplage pour la configuration d'électrodes B.

Nous pouvons également déduire les paramètres motionnels pour chaque configuration d'électrodes (Tableau II.4). Nous constatons effectivement que le facteur de couplage pour la configuration B est très légèrement supérieur. L'exactitude des valeurs déterminées pour le facteur de qualité ainsi que la résistance motionnelle sont à prendre avec précaution car calculées dans le cas où :

- Le résonateur est réellement libre-libre sans aucune attache.
- Le résonateur fonctionne dans le vide.
- Le matériau dont est constitué le résonateur est un cristal parfait, pas de défauts géométriques ou physiques.

	<i>Configuration A</i>	<i>Configuration B</i>
Fréquence (Hz)	132 670	132 670
Co (pF)	0,405	0,435
C1 (fF)	4,849	7,163
L1 (H)	197,4	200,9
K	0,01197	0,0164
Q	47 300	43 200
R1 ( $\Omega$ )	3 478	3 876,6

Tableau II.4 : Paramètres motionnels du 1<sup>er</sup> mode d'extension pour les configurations d'électrodes A et B.

L'analyse MEF que nous venons de réaliser pour le mode d'extension peut être étendue aux modes de flexion. La configuration géométrique des électrodes permettant d'obtenir les modes de flexion (flexion /x et flexion /z) est la même que la configuration B du mode d'extension. Cependant, la configuration des potentiels appliqués sur les électrodes diffère (Figure II.10).

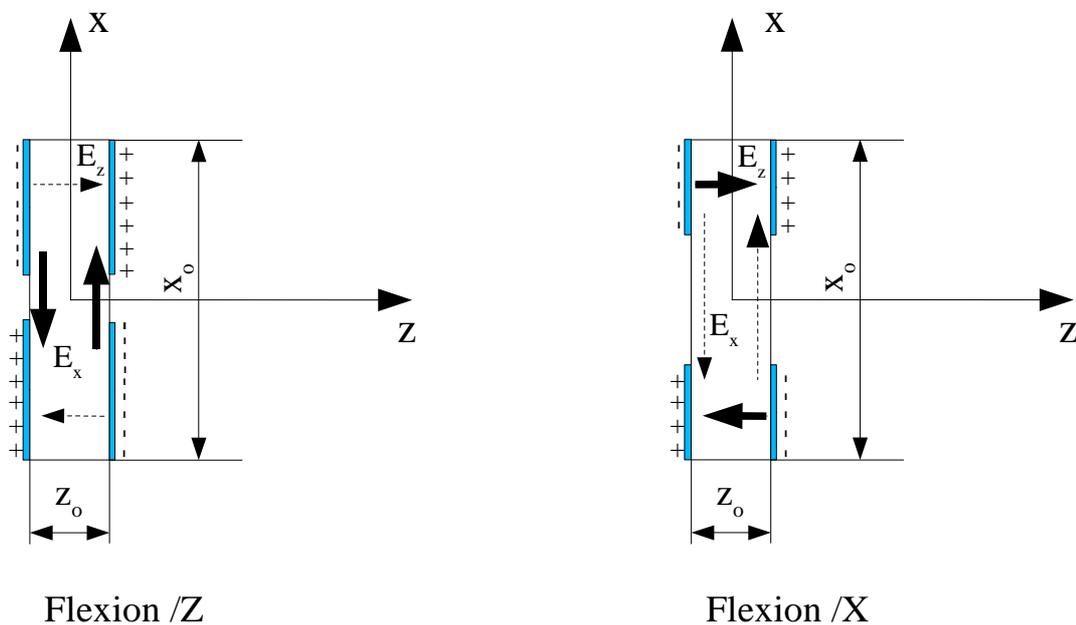


Figure II.10 : Configuration des potentiels pour les modes de flexion.

Nous constatons qu'il co-existe les champs électriques  $E_x$  et  $E_z$  simultanément. La prépondérance de l'un des champs électriques sur l'autre dépend de :

- la géométrie et plus particulièrement du rapport de section (Figure II.6).

- la distance inter-électrode d'une même face (Figure II.10).
- l'orientation dans le cristal du résonateur.

Dans le cas d'une simple rotation par rapport à  $\theta$ , le coefficient piézoélectrique  $d_{32}$  est toujours nul pour cette configuration d'électrodes. Il n'est donc pas possible d'obtenir une flexion par rapport à  $x$  quelque soit l'importance du champ électrique  $E_z$ . Pour cela, il est nécessaire d'avoir trois électrodes par face. La Figure II.11 représente l'évolution du facteur de couplage (Eq. II.7) pour une flexion par rapport à  $z$  en fonction de l'angle de rotation  $\theta$ .

$$k^2 = \frac{d_{il}^2}{s_{lm} \epsilon_{ij}} \quad (\text{II.7})$$

Avec  $l, m$  de 1 à 6 et  $i, j$  de 1 à 3.

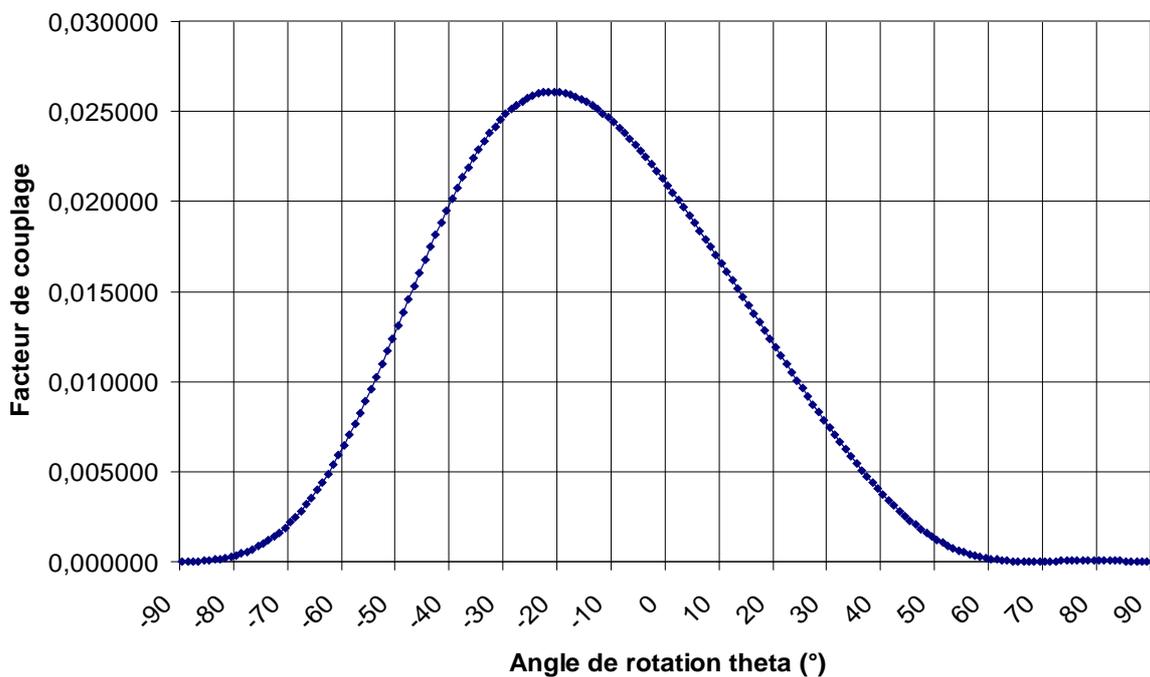


Figure II.11 : Facteur de couplage pour la flexion /z en fonction de l'angle de rotation  $\theta$ .

L'analyse MEF avec la configuration d'électrodes telle que celle représentée Figure II.10 pour la flexion  $Z$  montre les modes de flexion qu'il est possible d'obtenir (Figure II.12). Nous remarquons

effectivement que l'amplitude de la flexion suivant  $x$  est nulle par rapport à celle suivant  $z$ . Quant à la flexion par rapport à  $z$ , nous constatons que seul le 1<sup>er</sup> et 3<sup>ème</sup> mode sont accessibles, le 2<sup>ème</sup> ne l'est pas. De plus, le 3<sup>ème</sup> mode présente un meilleur effet de résonance : plus grande amplitude dans les déplacements.

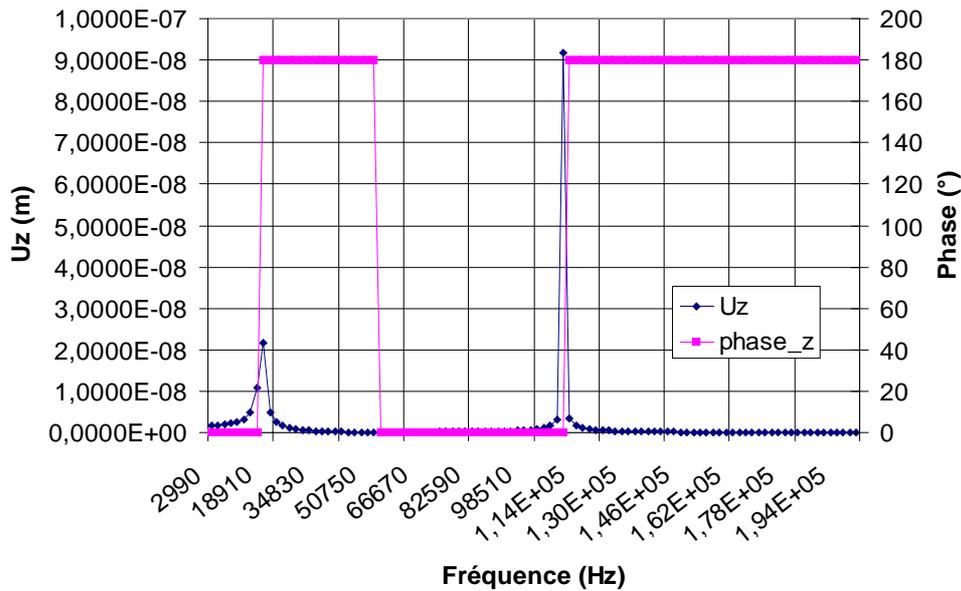


Figure II.12 : Amplitude des déplacements en fonction de la fréquence pour la flexion suivant  $z$ .

L'influence du gap inter-électrodes de chaque face modifie l'amplitude du champ électrique, et plus particulièrement le champ  $E_x$  qui a une répercussion directe sur le mode de flexion par rapport à  $z$ . La Figure II.13 montre la variation de charges électriques qui apparaît sur les électrodes. Nous pouvons donc à partir de ces charges déterminer le circuit électrique équivalent du résonateur (Tableau II.5).

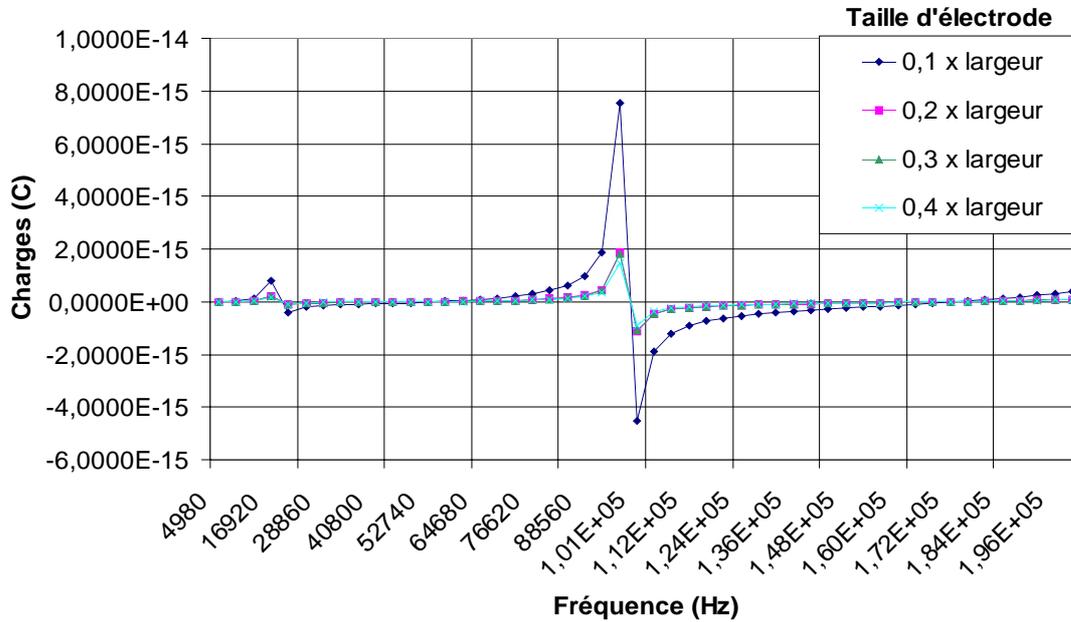


Figure II.13 : Charges électriques en fonction du gap inter-électrodes de chaque face (Sans  $C_0$ ).

Nous remarquons que si les électrodes sont trop proches, c'est-à-dire un gap inter-électrodes trop petit, la qualité de la résonance en est altérée ainsi que son amplitude et son facteur de qualité.

Fréquence (Hz)	109 680
$C_0$ (pF)	0,435
$C_1$ (fF)	7,52
$L_1$ (H)	280
$K$	0,01728
$Q$	45 620
$R_1$ ( $\Omega$ )	4 229,7

Tableau II.5 : Paramètres motionnels du 1<sup>er</sup> mode de flexion.

La différence sur le facteur de couplage obtenu par MEF et celui calculé à partir de l'équation II.7 est dû au fait que l'expression II.7 est empirique et non exacte. L'expression exacte du facteur de couplage est démontrée au chapitre I (Eq. I.38). Les paramètres motionnels calculés par MEF sont à comparer avec les résultats expérimentaux.

L'étude de résonateur poutre est très intéressante du fait de sa simplicité aussi bien théorique qu'expérimentale. Cependant, les applications usuelles sont des structures plus complexes telle que les diapasons, accéléromètres, gyromètres... Or ces dispositifs sont constitués d'assemblage de poutres. Dans le cas du diapason à deux branches, deux poutres sont reliées par le pied du diapason (Figure II.14). Lorsque ce lien mécanique est parfait, nous retrouvons deux poutres indépendantes encastré-libre telle qu'étudiées précédemment. Sachant que la perfection n'est pas de ce monde, les poutres du diapason ne sont donc pas indépendantes et ont une influence l'une sur l'autre via le pied. Cette dépendance peut être minimisée en modifiant la géométrie du diapason.

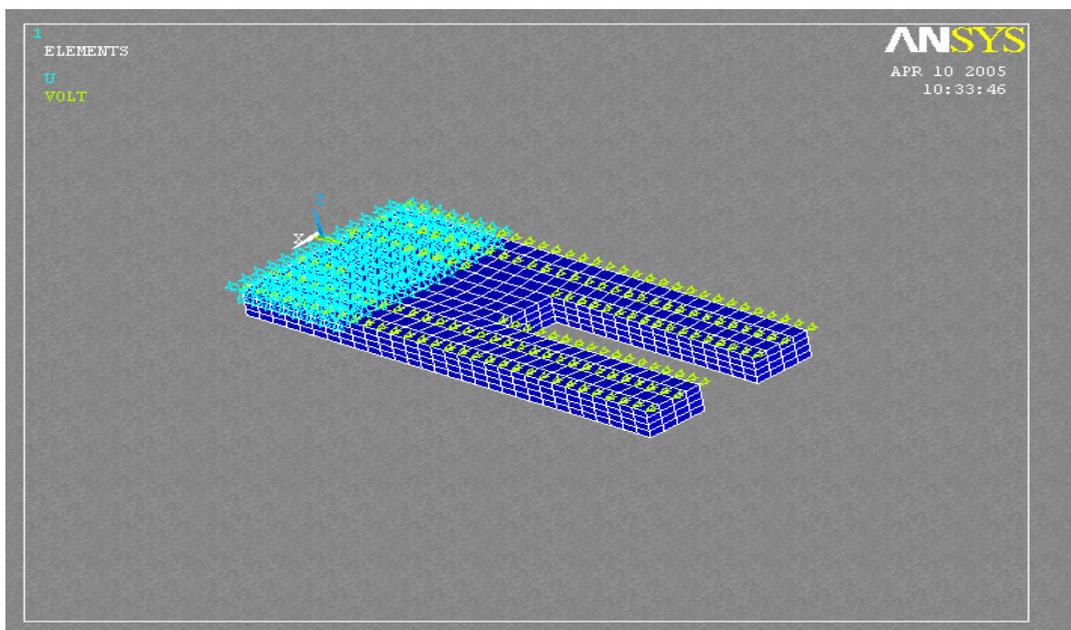


Figure II.14 : Modélisation d'un diapason avec 3 électrodes par face et par branche dont le pied est encastré de moitié.

Nous avons déterminé lors d'une analyse modale les modes d'un tel diapason (Tableau II.6). Nous retrouvons dans cette analyse les modes obtenus pour un résonateur poutre simple (Tableau II.1).

<i>Mode</i>	<i>Fréquence (Hz)</i>	<i>Type</i>
1	5 645,5	1 <sup>er</sup> mode symétrique de flexion /Z
2	7 639	1 <sup>er</sup> mode anti-symétrique de flexion /Z
3	16 099	1 <sup>er</sup> mode symétrique de flexion /X
4	17 136	1 <sup>er</sup> mode anti-symétrique de flexion /X

<i>Mode</i>	<i>Fréquence (Hz)</i>	<i>Type</i>
5	30 494	2 <sup>ème</sup> mode symétrique de flexion /Z
6	35 849	2 <sup>ème</sup> mode anti-symétrique de flexion /Z
7	53 845	1 <sup>er</sup> mode symétrique de torsion
8	60 143	1 <sup>er</sup> mode anti-symétrique de torsion
9	65 503	2 <sup>ème</sup> mode symétrique de flexion /X
10	78 834	3 <sup>ème</sup> mode symétrique de flexion /Z
11	86 321	2 <sup>ème</sup> mode anti-symétrique de flexion /X
12	90 730	3 <sup>ème</sup> mode anti-symétrique de flexion /Z
13	96 052	3 <sup>ème</sup> mode anti-symétrique de flexion /X
14	101 614	3 <sup>ème</sup> mode symétrique de flexion /X

Tableau II.6 : Modes et fréquences d'un diapason dans l'orientation cristallographique dont les dimensions sont : 14.8 mm de long, 1 mm de haut, 7 mm de pied et 2 mm de large pour les branches.

## 6. Conclusion

L'analyse par la méthode des éléments finis permet de simuler les résonateurs simples ou complexes de façon réaliste : prise en compte de l'effet piézoélectrique, de la masse des électrodes, de l'encastrement plus ou moins parfait, dissymétrie des électrodes.... Il faut toutefois garder à l'esprit que ce n'est qu'une simulation pouvant être très proche de la réalité, mais ne prenant pas en compte tous les paramètres et spécialement les défauts dans le cristal.

Pour cela, il est donc nécessaire de mettre en place des dispositifs expérimentaux et de comparer les mesures avec les résultats obtenus dans les simulations. Dans le cas échéant où persiste une trop grande différence entre les mesures et les calculs, il faut donc rechercher quel paramètre a pu être oublié et/ou négligé dans le modèle et modifier celui-ci en conséquence. Le but du chapitre suivant est de présenter les différents dispositifs expérimentaux mis en place ainsi que la technologie associée à leur réalisation.



**CHAPITRE III**

**REALISATIONS**

**ET**

**EXPERIMENTATIONS**



## 1. Introduction

Dans le premier chapitre, nous avons présenté des modèles analytiques qui ont permis la détermination d'angles de coupe pour lesquels il existe une compensation en température autour de l'ambiante  $T_0 = 25^\circ\text{C}$ . Toutefois, il faut rester prudent sur l'exactitude des valeurs obtenues du fait des hypothèses utilisées : modèle une dimension, effet piézoélectrique négligé, calcul des modes de façon séparé (extension, flexion et torsion). L'influence de certains de ces paramètres a été approfondie dans le second chapitre concernant la modélisation par éléments finis.

Afin de valider les modèles théoriques et plus particulièrement les orientations des coupes compensées en température, nous avons réalisé différents dispositifs. Nous présentons dans ce chapitre les étapes nécessaires qui constituent la réalisation technologique de ces structures. Nous détaillons également l'usinage ultra sonore ainsi que les différentes techniques de métallisation employées.

Enfin nous exposons les résultats expérimentaux et les comparons aux modélisations effectuées dans les chapitres I et II.

## 2. Réalisation technologique

La réalisation de dispositifs en  $\text{GaPO}_4$ , comme pour le quartz, est constituée de différentes étapes afin d'obtenir une structure fonctionnelle.

### 2.1. Le sciage

La première étape est le sciage des lames de  $\text{GaPO}_4$ , dans une direction cristallographique définie. Pour ce faire nous utilisons une scie diamantée. Les lames ainsi sciées se présentent alors sous la forme suivante (Figure III.1) :

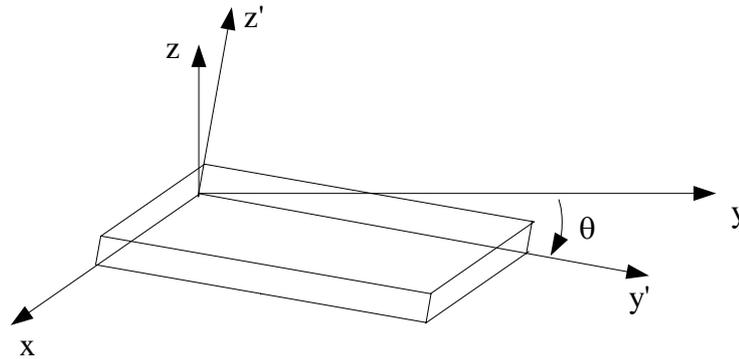


Figure III.1 : Lame utilisée pour les dispositifs en GaPO<sub>4</sub>.

## 2.2. Le rodage et le polissage

Cette seconde étape de rodage (pour le quartz, grains en oxyde d'alumine de 4  $\mu\text{m}$ ) et polissage (également pour le quartz, grains en oxyde de cerium de 2  $\mu\text{m}$ ) a pour but d'améliorer l'état de surface, de contrôler l'épaisseur de la lame et dans une moindre mesure de diminuer la couche morte en surface induite par les contraintes d'usinage. Cette couche morte peut être "supprimée" par une attaque chimique.

Les dispositifs que nous réalisons en GaPO<sub>4</sub>, proviennent de lames coupées dans des cristaux gauches, rodées et polies par Piezocryst, firme d'AVL, entreprise autrichienne coordinatrice du contrat Européen.

## 2.3. Usinage ultra sonore [41-43]

L'usinage par ultrasons est un procédé de reproduction de forme par abrasion particulièrement adapté à l'usinage de matériaux durs, fragiles et cassants (verres, céramiques, quartz, silicium,...). L'usinage par ultrasons s'appuie sur trois phénomènes physiques pour enlever la matière : le cisaillement, l'érosion et l'abrasion. Ainsi cette méthode consiste à projeter des particules abrasives très dures sur la pièce à usiner, à l'aide d'une sonotrode vibrant à fréquence ultra sonore (20 kHz).

Les particules sont amenées dans la zone de travail par un fluide porteur, par exemple l'eau. Une bonne circulation du fluide est nécessaire pour évacuer les copeaux et le renouvellement des grains

abrasifs (Figure III.2 et III.3). On distingue trois phénomènes :

- Une action mécanique due à la projection et au martèlement des grains abrasifs contre la surface.
- Une érosion de cavitation due aux variations de pression au sein du liquide, engendrées par les variations de la sonotrode. La cavitation résulte de l'apparition, en un même point, d'ondes de pressions et de dépressions successives.
- Une action chimique due au fluide porteur : cette action est généralement inutilisée. L'eau est préférée de part ces propriétés, un grand pouvoir mouillant, une bonne conductivité thermique, une chaleur spécifique élevée et un caractère non corrosif.

Ces mécanismes se traduisent par un enlèvement de matière sur la pièce, et dans une moindre mesure, une usure de la sonotrode.

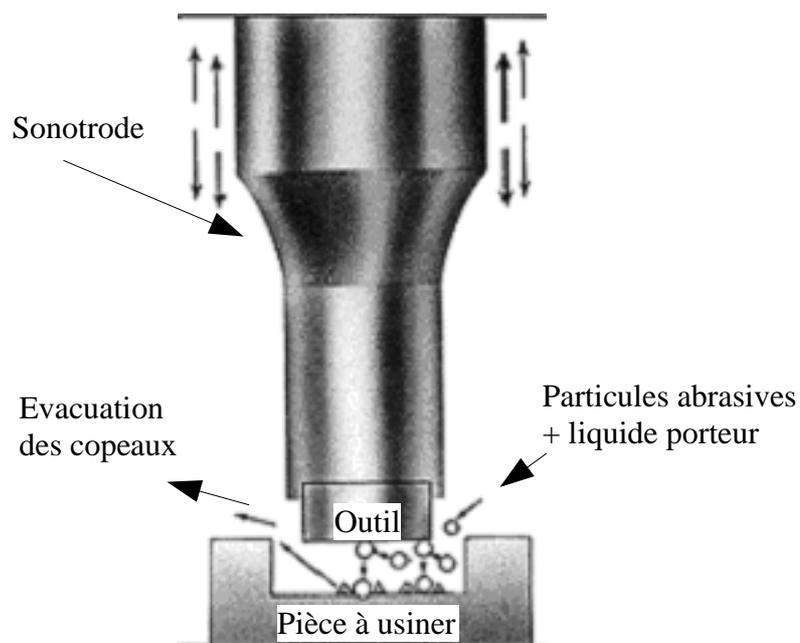


Figure III.2 : Principe d'usinage par ultrasons.

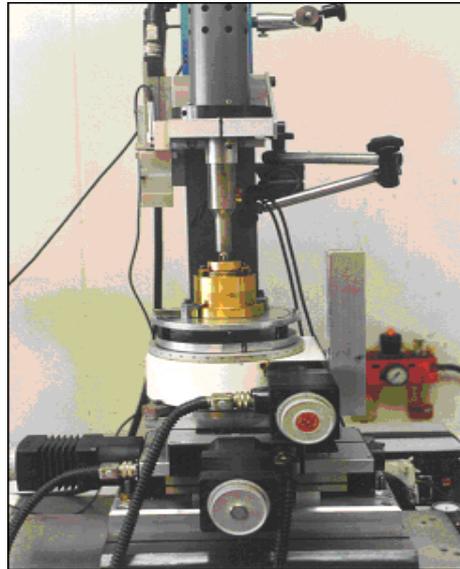


Figure III.3 : Machine d'usinage à ultrasons.

Les premières structures en  $\text{GaPO}_4$  réalisées sont des poutres de 13,5 mm de long, 2 mm de large et 1 mm d'épais. Ces poutres sont découpées par usinage ultra sonore dans une plaque Z (Figure III.4).



Figure III.4 : Poutres en  $\text{GaPO}_4$  réalisées par usinage ultra sonore dans une plaque Z.

La longueur de la poutre est suivant l'axe Y de la plaque et la largeur suivant X conformément aux modèles. Des poutres dans les plaques AT sont également réalisées.

En utilisant ce procédé d'usinage à ultrasons, nous réalisons également des membranes fonctionnant en cisaillement d'épaisseur. Nous découpons dans chaque plaque AT de  $15 \times 15 \times 1$

mm quatre petites plaques de  $7 \times 7 \times 1$  mm. Puis dans ces plaques, nous usinons un trou borgne de diamètre  $\phi 5$  mm de telle façon qu'il reste au centre de la plaque une membrane d'environ  $200 \mu\text{m}$  d'épaisseur (Figure III.5). Cette valeur de  $200 \mu\text{m}$  est la limite pour laquelle nous pouvons réaliser un trou borgne sans risque de détruire la membrane lors de l'usinage par ultrasons.

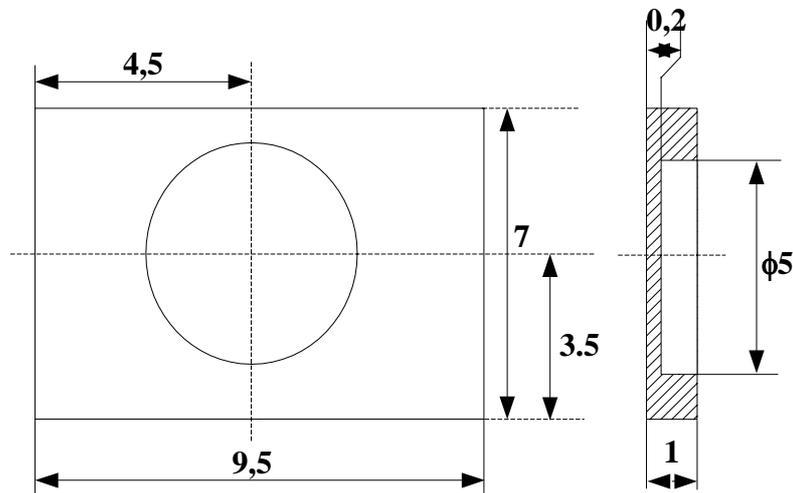


Figure III.5 : Schéma d'usinage des structures antimesa en millimètres.

Des membranes sont également réalisées dans des plaques AT de  $20 \times 15 \times 1$  mm prédécoupées en plaquettes de  $9 \times 7 \times 1$  mm. Nous effectuons un perçage afin de pouvoir attacher les plaques pour un usinage chimique (Figure III.6). Cet usinage chimique est réalisé au laboratoire de physico-chimie (LPMC) de l'Université de Montpellier II, partenaire du contrat européen dont l'objectif est l'étude de l'attaque chimique du  $\text{GaPO}_4$ .

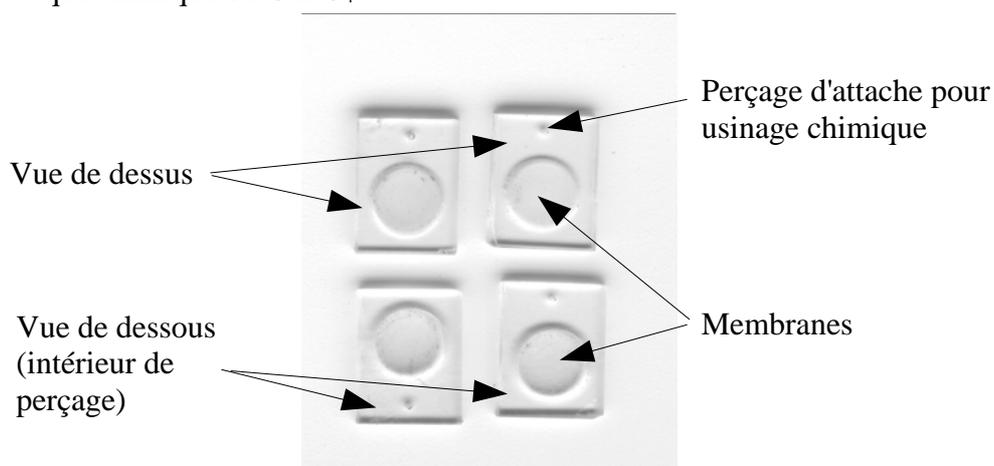


Figure III.6 : Structures membranes réalisées par usinage à ultrasons dans une plaque AT (Y-16,2°).

Des diapasons sont également réalisés dans des plaques Z ainsi que dans des plaques X+45° (Figure III.7). La longueur totale de la structure est 15 mm dont 7 mm pour le pied. Les bras font 2 mm de large et 1 mm de haut.

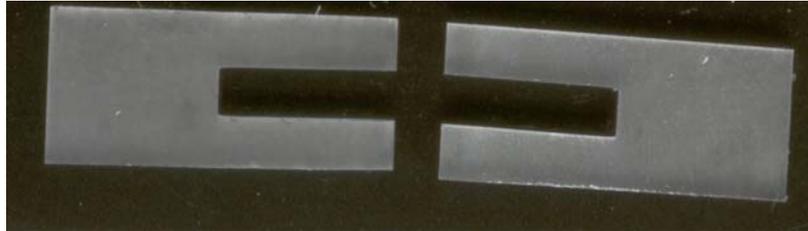


Figure III.7 : Diapasons usinés par ultrasons dans une plaque Z.

#### 2.4. Métallisation

Cette étape technologique, identique pour le quartz et le  $\text{GaPO}_4$ , consiste à déposer une fine couche d'or de quelques centaines de nanomètres à la surface des structures pour réaliser les électrodes. Le dépôt se fait au travers d'un masque mécanique qui permet de définir la géométrie des électrodes. Le masque mécanique peut être réalisé soit par :

- utilisation d'un clinquant en nickel ( $e = 100 \mu\text{m}$ ).
- utilisation d'un wafer silicium usiné par ultrason ( $e = 365 \mu\text{m}$ ).

La géométrie des électrodes est différentes suivant le mode souhaité pour les structures. Pour les poutres usinées dans les plaques Z, il faut déposer deux électrodes (Figure II.2) sur les faces Z afin d'exciter le mode d'élongation. La configuration des potentiels appliqués sur les électrodes est également très importante (Figure II.10). Pour cette même structure, il est possible d'obtenir le mode de flexion ou d'extension selon les potentiels appliqués sur les électrodes (Figure II.2 et II.10).

Pour réaliser les électrodes sur les poutres, nous avons usiné un support afin de loger les poutres côte à côte et de métalliser complètement les deux surfaces principales. Dans le cas des poutres obtenues dans les plaques X+45°, cette métallisation correspond à l'excitation du mode d'élongation. Pour les poutres découpées dans la plaque Z, il faut séparer les électrodes en deux. Pour cela nous

utilisons une "machine outil" développée au sein du laboratoire (Figure III.8). Cette outil permet de découper de façon relativement précise des matériaux fragiles tel que le  $\text{GaPO}_4$  ou dans notre cas de séparer les électrodes. L'autre solution également utilisée est l'emploi d'un masque mécanique avec une attaque chimique dans un bain de gravure d'or et un bain de gravure de chrome.

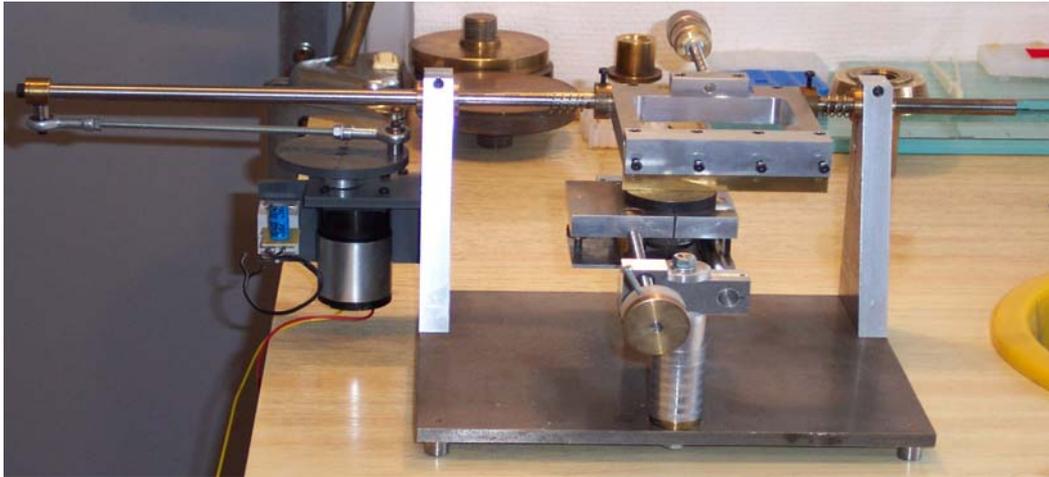


Figure III.8 : Machine outil permettant la découpe de matériaux fragiles et très peu épais.

La métallisation des diapasons se fait à l'aide d'un masque silicium usiné par ultrasons (Figure III.9). Nous choisissons dans un premier temps de métalliser trois électrodes par face afin d'exciter principalement le mode de flexion et de minimiser le phénomène de couplage avec le mode de torsion (Figure III.10).

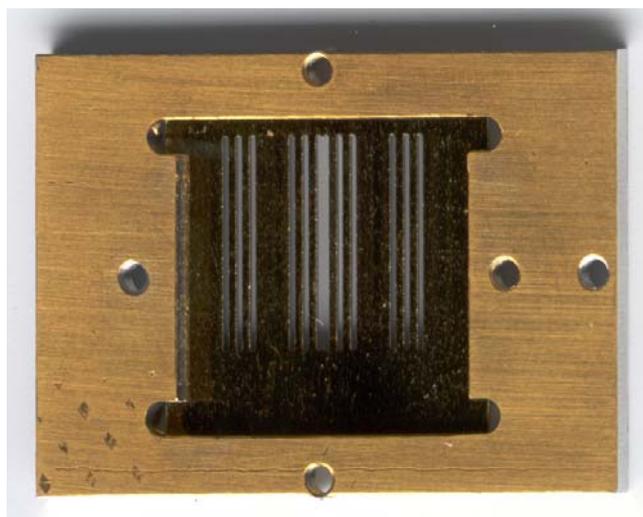
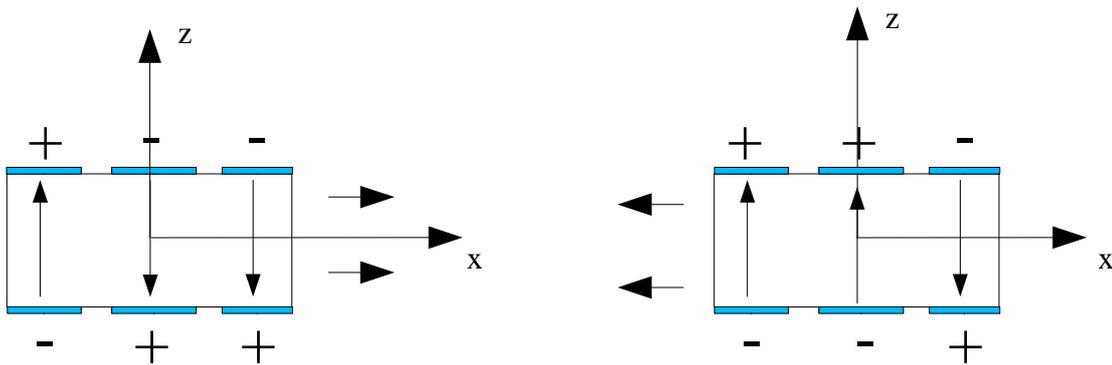


Figure III.9 : Masque mécanique pour la réalisation de deux diapasons simultanément.

Figure III.10 : Configuration d'électrodes pour la flexion  $/Z$ .

Quant aux membranes, elles sont métallisées par l'emploi d'un masque mécanique réalisé dans une plaque métallique de 3 à 4 mm d'épaisseur (Figure III.11). Le problème majeur d'un tel masque est qu'il crée une diffraction lors du dépôt. Ce qui a pour conséquence une métallisation non symétrique (Figure III.12).

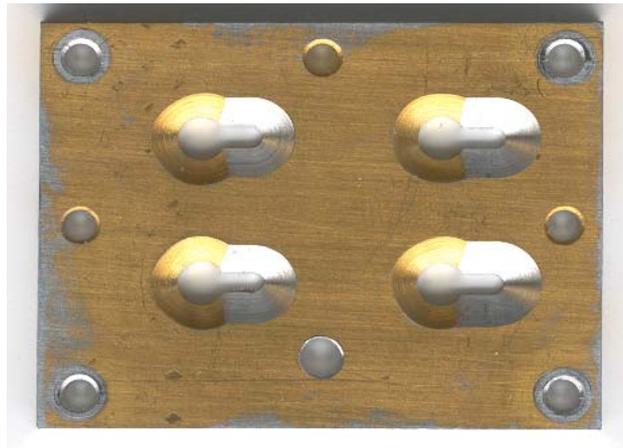


Figure III.11 : Masque mécanique pour les structures membranes.

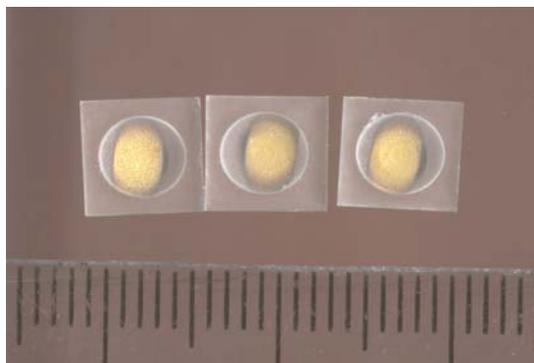


Figure III.12 : Structures membranes métallisées.

La métallisation des électrodes est faite par évaporation sous vide (Figure III.13a et III.13b). Cette technique permet de produire des vapeurs de divers matériaux, puis de transporter ces vapeurs sous un bon vide et de les déposer sur un ou plusieurs substrats. Les vapeurs sont obtenues à partir de matériaux choisis pour le dépôt. Ces matériaux sont chauffés soit :

- par effet Joule dans un creuset : filaments, nacelles, etc... ;
- par couplage d'un générateur haute fréquence sur un creuset ;
- par canon à bombardement électronique ;
- par faisceau laser, ou par arc électrique.

Le processus de dépôt s'effectue sous vide ( $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  torr) ce qui fait que les atomes évaporés ne subissent pratiquement pas de collisions et se déplacent en lignes droites entre la source d'évaporation et leur condensation sur le substrat. Ces substrats sont en général au potentiel de la masse, c'est-à-dire non chargés.

La distance entre les creusets d'évaporation et le substrat est de 20 cm. Les effets thermiques liés au chauffage des creusets n'excèdent pas  $90^{\circ}\text{C}$  et ne sont pas traumatisant pour le substrat.

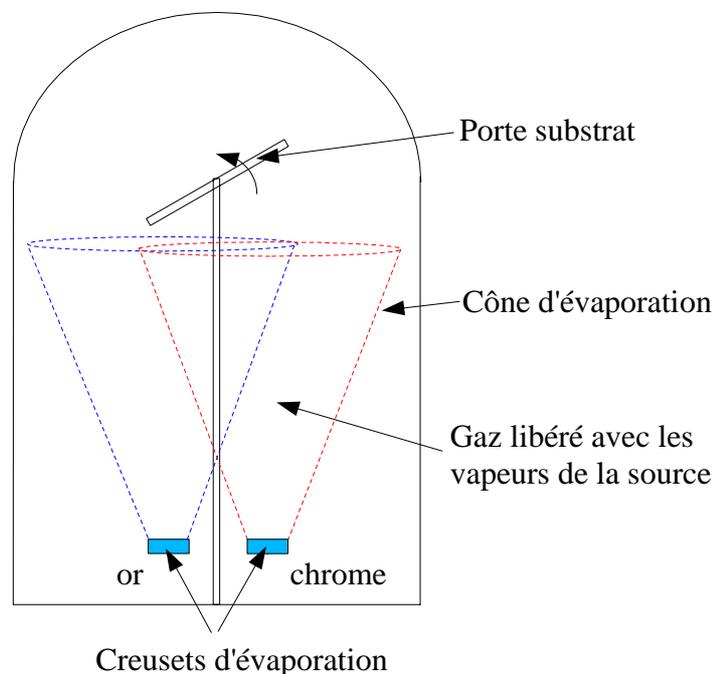


Figure III.13a : Principe de métallisation par évaporation sous vide.



Figure III.13b : Photo du dispositif d'évaporation sous vide.

### 3. Expérimentation

#### 3.1. Vérification des modes

Après avoir décrit les différentes étapes technologiques nécessaires à la réalisation des dispositifs, nous allons caractériser les structures obtenues. La première mesure consiste à vérifier si les structures fonctionnent c'est-à-dire si elles résonnent. Dans le cas des poutres, nous recherchons les modes propres d'extension, de flexion et de torsion. Pour cela, nous effectuons un balayage fréquentiel avec un synthétiseur (HP 3325B) afin de repérer les résonances qui se traduisent par des phases nulles mesurées à l'aide d'un voltmètre vectoriel (HP 8508A). Car à la résonance, la structure se comporte comme un circuit RLC série. Ensuite, une analyse plus fine est faite avec un analyseur de réseaux (HP 4396A). L'analyseur de réseaux combine un générateur de fréquence (HP3325B) et oscilloscope (Agilent 54622A). Dans une plage de fréquence définie, il génère le signal d'excitation et mesure la réponse du résonateur. Il est également possible d'enregistrer la mesure afin de la traiter

ultérieurement sur un ordinateur.

Pour les poutres réalisées dans les plaques Z dont les dimensions sont : 13,36 mm de long, 2,06 mm de large et 0,86 mm d'épais (Figure III.14). La configuration des potentiels correspond au mode d'élongation. La poutre vibre en configuration libre-libre. Elle est maintenue au centre par des fils où se trouve le noeud de vibration du 1<sup>er</sup> mode d'extension. Il n'y a donc pas ou très peu d'influence de la part des fixations sur le mode de vibration (Figure III.15).

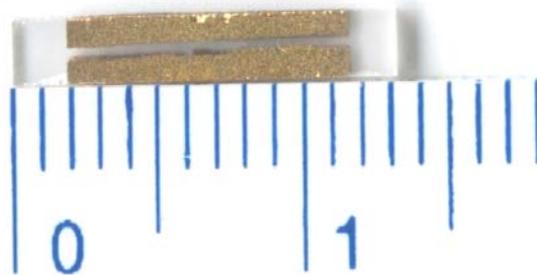


Figure III.14 : Poutre réalisée dans une plaque Z de dimensions:  $13,36 \times 2,06 \times 0,86$  mm.



Figure III.15 : Montage expérimental de mesure de poutre libre-libre.

Nous obtenons les modes suivants pour une poutre de 13,36 mm de long, 2,06 mm de large sur 0,86 mm d'épaisseur :

<i>Fréquences mesurées</i>	<i>Fréquences calculées par éléments finis</i>	<i>Pourcentage d'erreur</i>
148 913 Hz	148 910 Hz	0,002 %
441 008 Hz	469 569 Hz	6,00 %
890 760 Hz	891 135 Hz	0,04 %
951 350 Hz	971 410 Hz	2,00 %
998 990 Hz	998 341 Hz	0,07 %
1 009 790 Hz	1 001 190 Hz	0,90 %
1 025 290 Hz	1 021 590 Hz	0,40 %
1 033 100 Hz	1 031 480 Hz	0,20 %

Tableau III.1 : Comparaison entre fréquences mesurées et calculées sur une poutre libre-libre de  $13,36 \times 2,06 \times 0,86$  mm dont les électrodes sont configurées pour le mode d'élongation.

Nous constatons que les fréquences mesurées et celles calculées sont très proches, et particulièrement le mode fondamental d'extension. Sur le second mode nous remarquons un pourcentage d'erreur plus élevé ce qui est probablement dû au maillage inadapté, insuffisamment affiné ou bien aux fixations sur la poutre non centrées.

Pour caractériser le résonateur c'est à dire obtenir ces paramètres motionnels, nous procédons par étapes à l'aide d'un détecteur synchrone. Le circuit utilisé pour cela est représenté sur la Figure III.16.

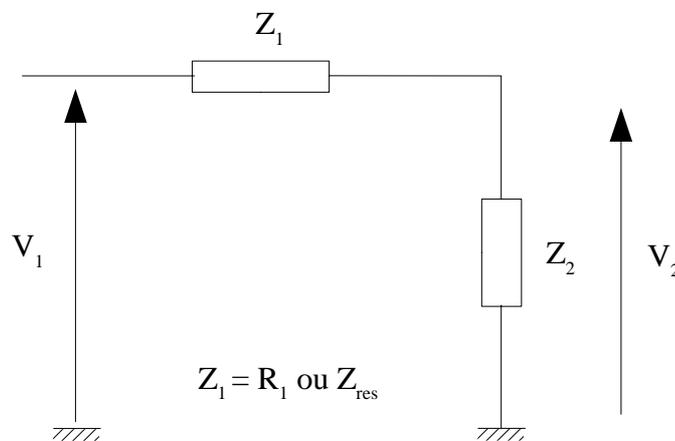


Figure III.16 : Circuit de mesure permettant la caractérisation du résonateur.

Dans une première étape, nous devons caractériser la résistance série permettant de mettre en charge le résonateur. Pour cela, nous remplaçons le résonateur par une résistance identique à  $R_2$  ( $Z_1 = R_1$ ). Puis, nous relevons la tension  $V_2$  afin de calculer la valeur de  $Z_2$ . Dans un second temps, nous supprimons la résistance se trouvant à la place du résonateur et nous mesurons la tension  $V_2$  en circuit ouvert. Cette mesure permet de déterminer la valeur de la capacité parasite du circuit en parallèle avec  $Z_1$  ( $Z_{res}$ ).

Maintenant que la résistance série et la capacité parasite sont caractérisées nous pouvons étudier le résonateur. Dans une deuxième étape, nous mettons donc en place le résonateur ( $Z_1 = Z_{res}$ ) et effectuons une mesure de  $V_2$  hors de la résonance. Cette mesure permet de déterminer la capacité statique du résonateur. A cette valeur obtenue, il nous faut soustraire la valeur de la capacité parasite.

La troisième étape consiste à déterminer les paramètres motionnels du résonateur. Nous nous plaçons donc à la résonance et mesurons  $V_2$ . Cette tension permet de calculer l'impédance du résonateur dont la partie réelle est la résistance motionnelle. Puis nous relevons la variation de fréquence  $\Delta f$  correspondant à un intervalle de phase de  $\pm 45^\circ$  autour de la phase nulle où à lieu la résonance (Figure III.17). De ceci nous obtenons le facteur de qualité  $Q$  du résonateur (Eq. III.1). L'inductance motionnelle est déduite du facteur de qualité ainsi que de la résistance motionnelle (Eq. III.2). Quant à la capacité motionnelle, elle est calculée à la résonance (Eq. III.3).

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f} \frac{R_{res} + R_1}{R_{res}} \quad (\text{III.1})$$

$$L_{res} = \frac{Q R_{res}}{2 \pi f_r} \quad (\text{III.2})$$

$$C_{res} = \frac{1}{L_{res} (2 \pi f_r)^2} \quad (\text{III.3})$$

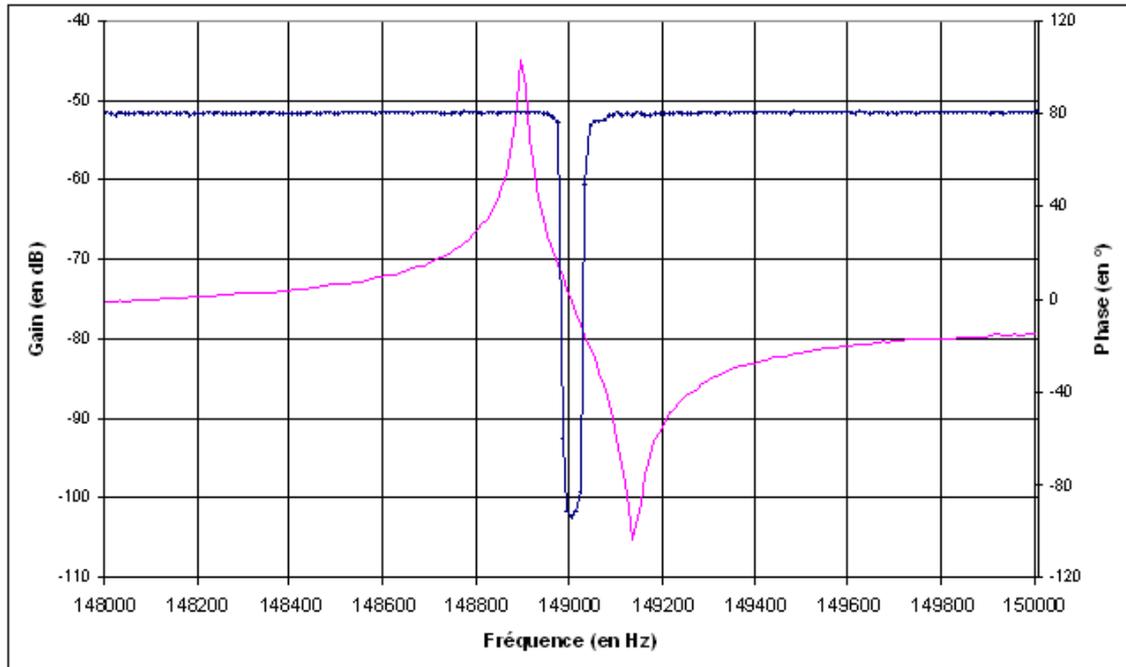


Figure III.17 : Amplitude et phase du 1<sup>er</sup> mode d'élongation de la poutre dont la longueur est suivant l'axe cristallographique :  $13,36 \times 2,06 \times 0,86$  mm.

Dans le cas de la poutre précédente, nous obtenons les paramètres motionnels suivants :

<i>Dimensions</i>	<i>13,36 × 2,06 × 0,86</i>
Fréquence de résonance (Hz)	148 913
$R_{res}$ (K $\Omega$ )	23
$L_{res}$ (H)	289
$C_{res}$ (fF)	4
$C_o$ (pF)	1,1
Q (air)	11 733

Tableau III.2 : Mesure des paramètres motionnels.

Nous avons également réalisé des structures membranes fonctionnant en cisaillement d'épaisseur (Figure III.18). Les membranes sont usinées par ultrasons dans une plaque AT de  $15 \times 15 \times 1$  mm prédécoupé en plaque de  $7 \times 7 \times 1$  mm. Les membranes ainsi obtenues ont un diamètre de 5 mm et une épaisseur d'environ 240  $\mu$ m.

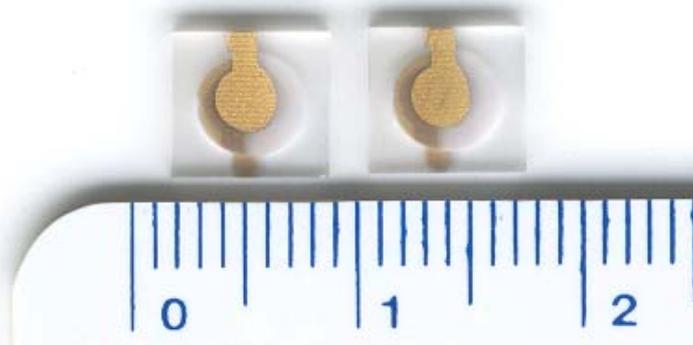


Figure III.18 : Structure membrane en cisaillement d'épaisseur.

Le montage expérimental utilisé pour caractériser ces structures est similaire à celui utilisé pour les poutres (Figure III.19).

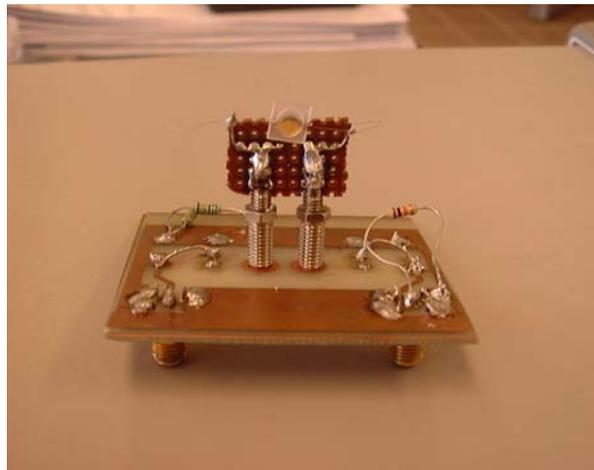


Figure III.19 : Montage expérimental d'une structure membrane.

Pour cette structure, nous obtenons une fréquence de résonance voisine de la fréquence déterminée avec le modèle analytique.

<i>Fréquence mesurée</i>	<i>Fréquence calculée avec le modèle analytique</i>	<i>Pourcentage d'erreur</i>
5 096 425 Hz	5 127 384 Hz	0,60 %

Tableau III.3 : Comparaison entre la fréquence mesurée et calculée d'une structure membrane.

En procédant de même que pour les poutres, nous allons déterminer les paramètres motionnels du résonateur. La Figure III.20 représente la courbe gain/phase de la structure membrane. Nous avons également obtenu les paramètres motionnels du mode de cisaillement (Tableau III.4).

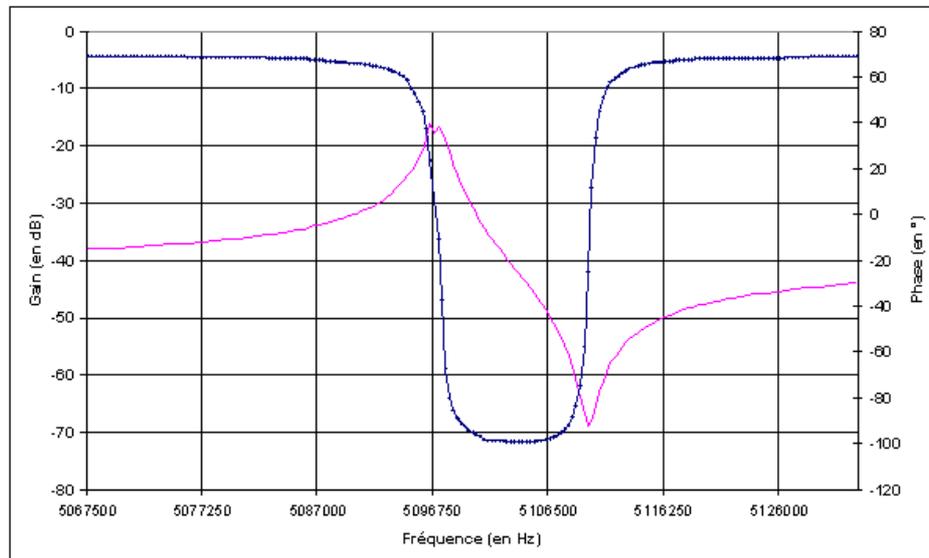


Figure III.20 : Amplitude et phase du 1<sup>er</sup> mode de cisaillement de la membrane d'épaisseur 240 µm.

	<i>Membrane</i>
Epaisseur (µm)	240
Fréquence de résonance (Hz)	5 096 425
$C_o$ (pF)	0,1
$R_{res}$ (KΩ)	6,25
$C_{res}$ (fF)	0,7
$L_{res}$ (H)	1,41
Q (air)	7 250

Tableau III.4 : Paramètres motionnels de la structure membrane.

Nous remarquons que le facteur de qualité n'est pas très élevé. Cela est dû au dépôt des électrodes non symétrique, à un mauvais état de surface de la membrane et au fonctionnement en air libre (Figure III.21a). Toutefois, avec un contrôle plus efficace lors de l'usinage ultra sonore, l'utilisation de différentes tailles de grains ainsi qu'un meilleur état de surface de la sonotrode, nous pouvons améliorer sensiblement l'état de surface des structures antimesa (Figure III.21b). Le contrôle d'usinage permet de supprimer l'onde en surface et d'avoir uniquement une rugosité.

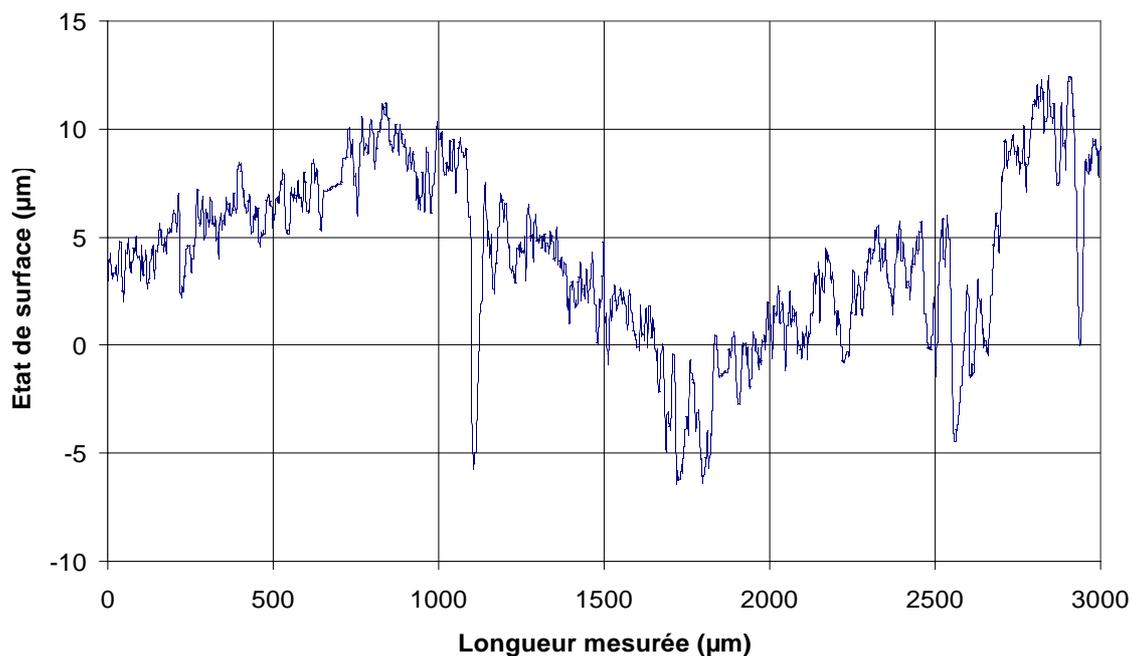


Figure III.21a : Etat de surface de la membrane côté usiné sans contrôle.

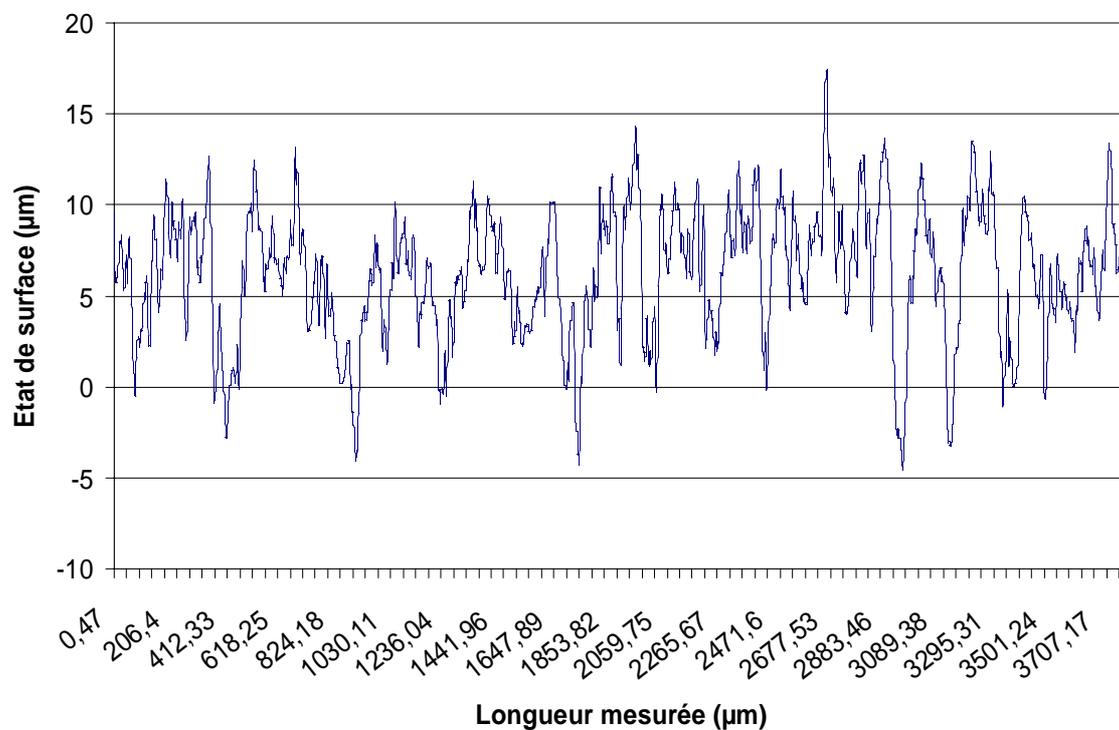


Figure III.21b : Etat de surface de la membrane côté usiné avec contrôle.

Les différentes expérimentations que nous avons effectuées nous ont permis de caractériser les résonateurs et de comparer les valeurs obtenues à celles déterminées par le modèle numérique. Toutes les mesures faites l'ont été à température ambiante, nous n'avons donc pas étudié l'évolution du résonateur en fonction de la température ce que nous allons faire dans la seconde partie des expérimentations.

### 3.2. Mesures fréquence-température

L'objectif des expérimentations suivantes est de vérifier les angles de coupes compensés en température obtenus par les modèles analytiques (Chapitre I). Pour cela, nous allons étudier l'évolution de la fréquence en fonction de la température. Nous plaçons donc les résonateurs étudiés précédemment dans une étuve thermostatée afin de contrôler l'évolution de la température (Figure III.22).



Figure III.22 : Etuve thermostatée.

L'étude se déroule sur une plage de température de 10 à 80°C avec un pas de progression de 5°C jusqu'à 30°C puis de 10°C. Nous relevons l'évolution de la fréquence en fonction de la température via un analyseur de réseaux. Nous pouvons donc comparer les mesures des résonateurs au modèle théorique déterminé au chapitre I. La Figure III.23 représente la comparaison mesures-modèle pour

une poutre réalisée dans une plaque Z dont l'axe correspond à celui cristallographique. Tout d'abord, nous constatons que le résonateur présente une variation de fréquence en fonction de la température  $9 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ . Nous remarquons également une excellente corrélation entre le modèle analytique et la mesure expérimentale.

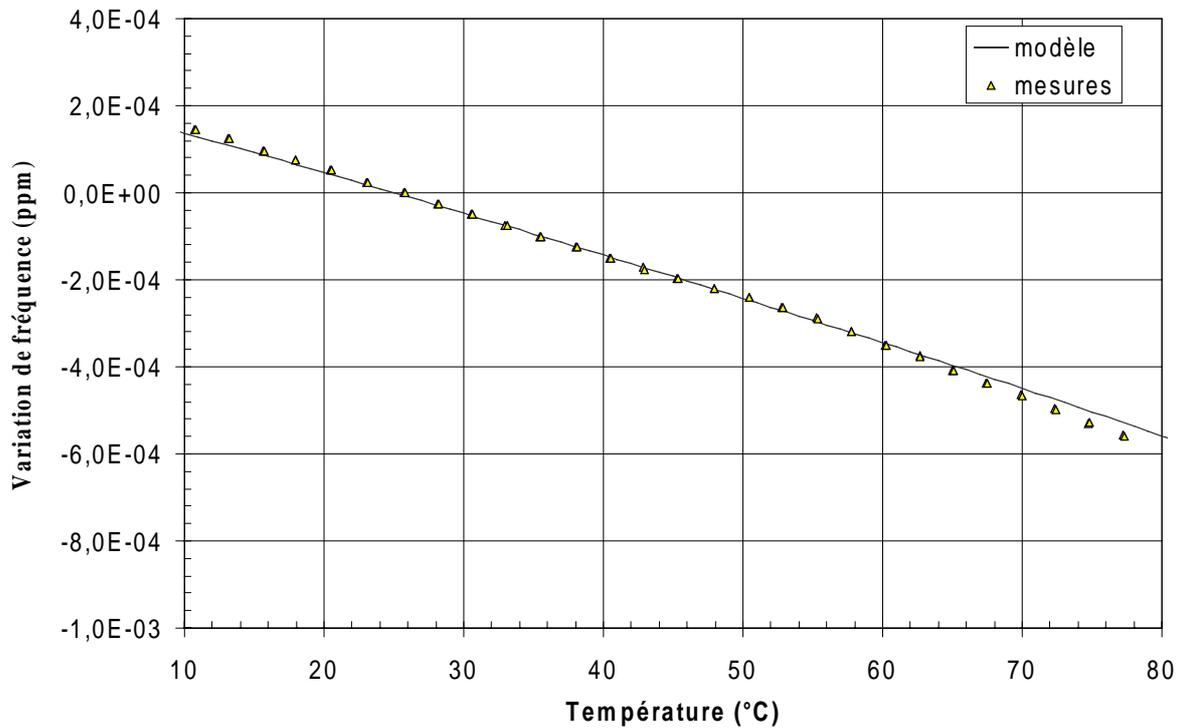


Figure III.23 : Comparaison mesure-modèle de la variation de la fréquence en fonction de la température pour une poutre suivant Y ( $\theta = 0^\circ$ ).

Nous avons réalisé d'autres résonateurs en mode d'élongation dans des plaques  $X+45^\circ$ , suivant des angles de coupes différents :  $X+45^\circ$  (Figure III.24), ainsi que  $X-8^\circ$  (Figure III.25) qui correspond à l'orientation compensée en température définie par le modèle analytique du chapitre I.

Sur la Figure III.25, nous affichons également l'erreur de mesure correspondant à la résolution de la fréquence d'acquisition de l'analyseur de réseaux. Il apparaît une bonne corrélation entre l'expérimentation et le modèle pour une coupe  $X+0^\circ$  et  $X+45^\circ$ . Cependant pour la coupe  $X-8^\circ$ , compensée en température autour de l'ambiante, nous observons une bonne corrélation jusqu'à  $35^\circ\text{C}$ . Au-delà de cette température les mesures commencent à diverger du modèle.

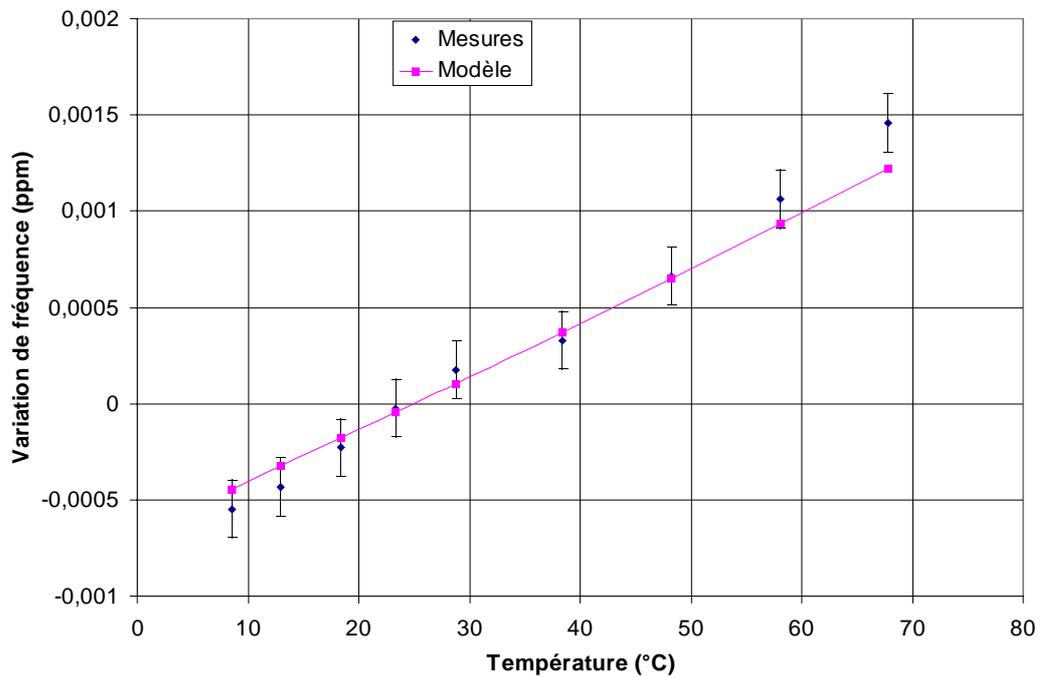


Figure III.24 : Comparaison mesure-modèle de la variation de la fréquence en fonction de la température pour une poutre orientée X+45°.

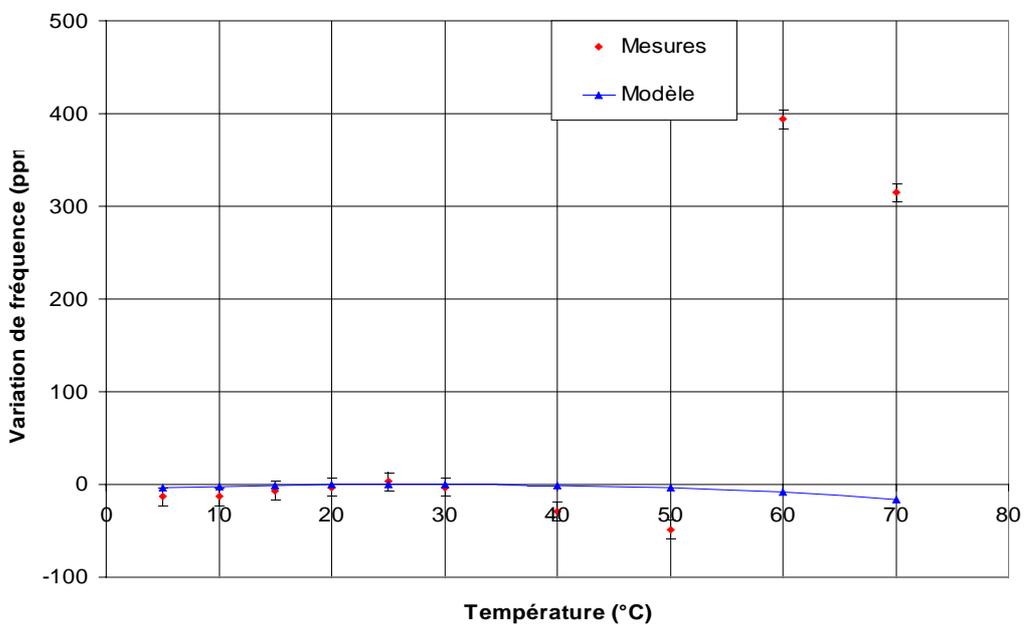


Figure III.25 : Comparaison mesure-modèle de la variation de la fréquence en fonction de la température pour une poutre orientée X-8°.

En étudiant de façon plus précise cette coupe X-8°, nous observons qu'il existe deux modes d'extension pour notre résonateur (Figure III.26).

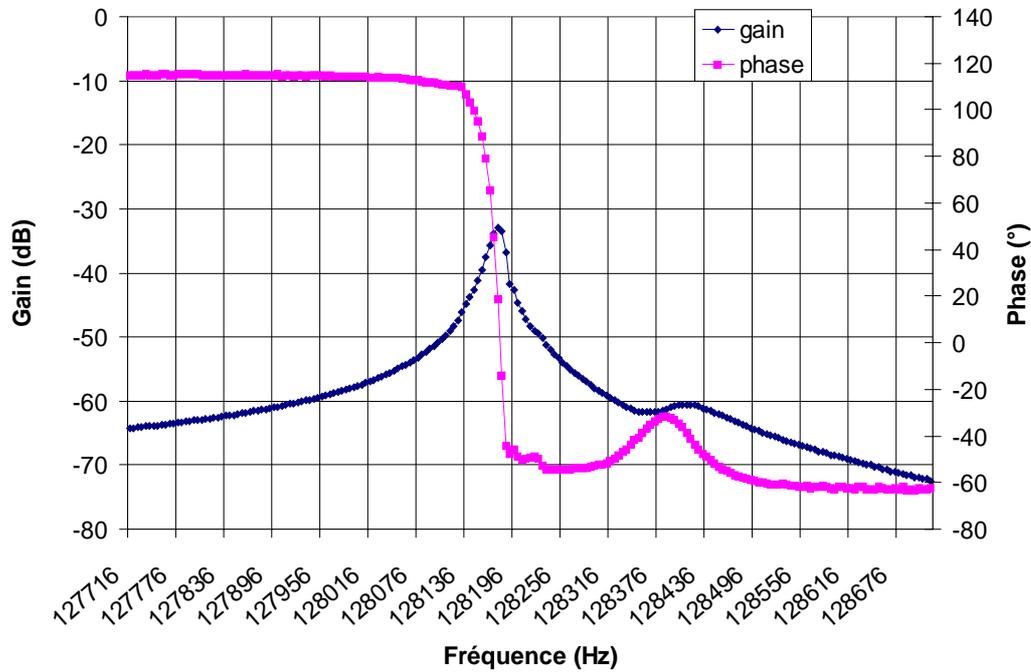


Figure III.26 : Mesure du gain-phase d'un résonateur poutre à la température ambiante dans la coupe X-8°.

La géométrie du résonateur n'étant pas exactement celle décrite précédemment à cause des contraintes techniques. Les sections des extrémités ne sont pas parallèles entre elles et les flancs sont de longueurs différentes (Figure III.27).

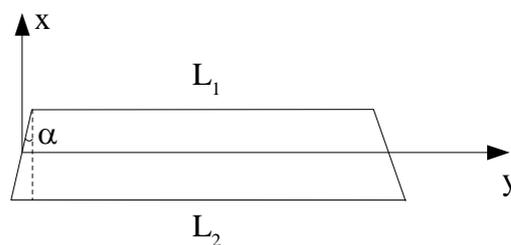


Figure III.27 : Géométrie réelle du résonateur.

La structure se comporte comme s'il y avait deux résonateurs de dimensions différentes : l'un de longueur  $L_1$  et l'autre de longueur  $L_2$ .

En reportant ces modifications géométriques dans le modèle MEF du chapitre II (Figure III.28), nous remarquons également la présence de ce phénomène (Figure III.29). Lors de la simulation apparaît trois modes d'extension dont un principal correspondant à la longueur moyenne de la poutre. Les deux autres modes beaucoup plus faibles correspondent aux dimensions des flancs du résonateur.

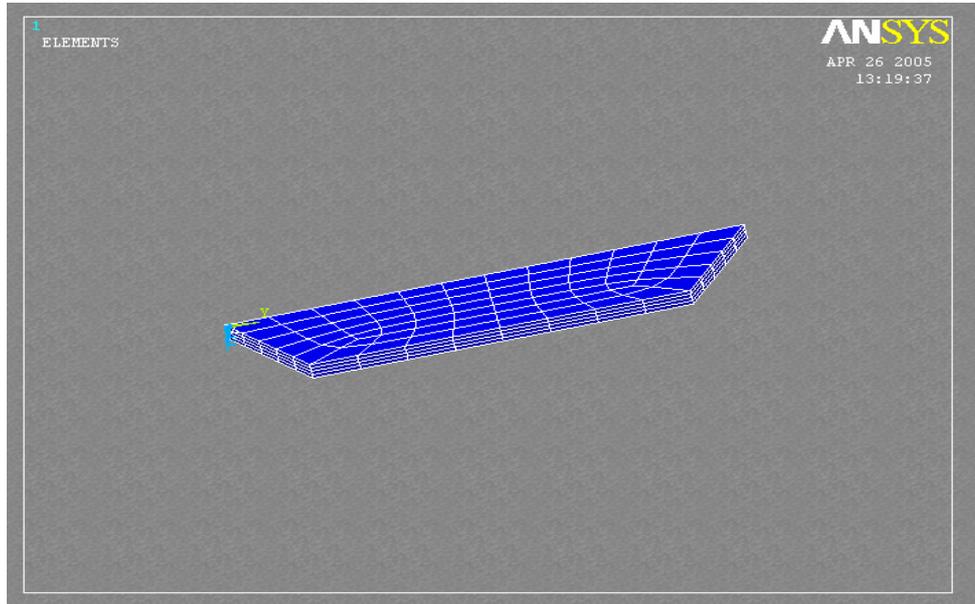


Figure III.28 : Géométrie du résonateur poutre modifiée ( $\alpha = 45^\circ$ ), modélisé par MEF.

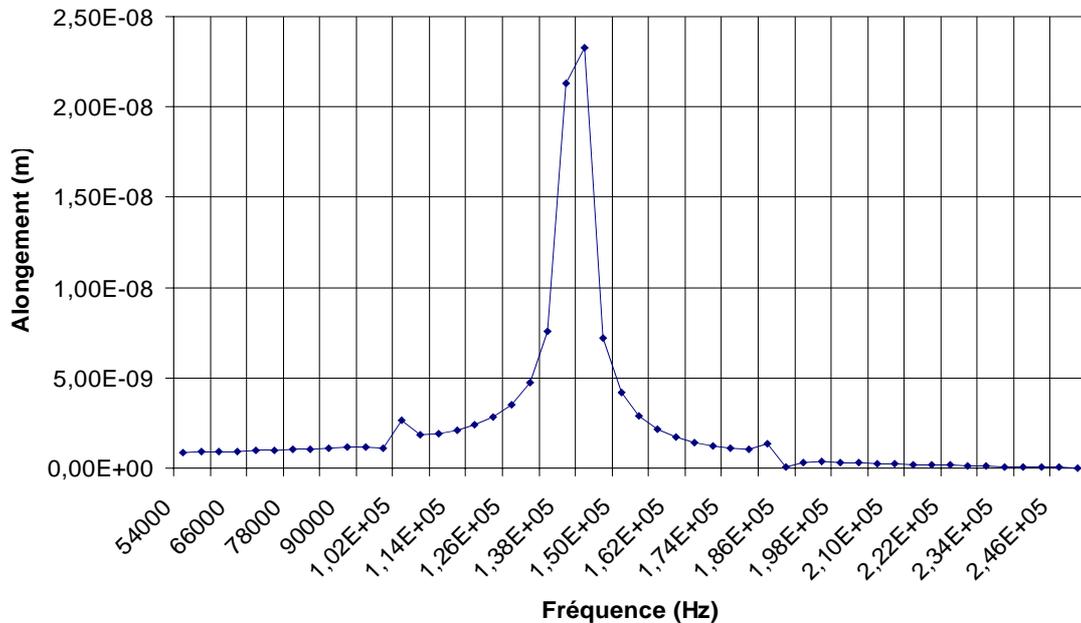


Figure III.29 : Déplacement du résonateur poutre suivant la longueur et  $\alpha = 45^\circ$ .

Plus l'angle  $\alpha$  existant entre la section et les flancs est faible, plus les deux modes extérieurs se rapprochent et interfèrent jusqu'à juxtaposition avec le mode principal pour un angle nul.

De plus, l'effet de température accentue cette différence dans la géométrie. Lorsque la longueur  $L_2$  est supérieure à la longueur  $L_1$ , la dilatation de  $L_2$  sera plus importante que celle de  $L_1$  en terme de dimension (coefficient de dilatation identique). Par conséquent les fréquences vont diminuer de façon inversement proportionnelle aux longueurs associées. Nous constatons cela sur les mesures du résonateur X-8° (Figure III.30).

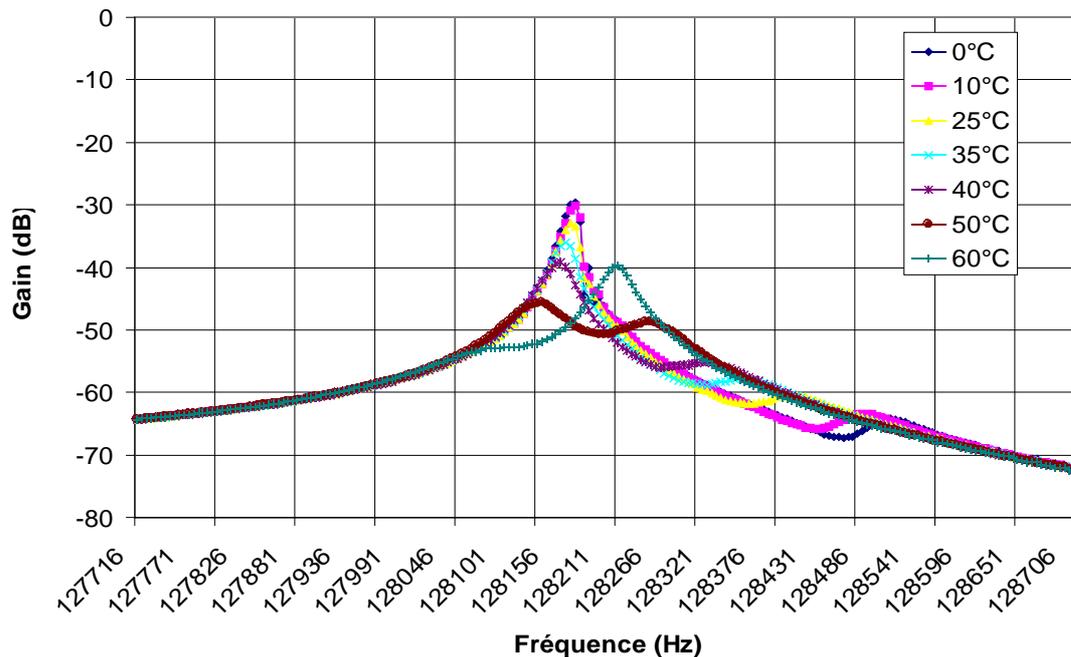


Figure III.30 : Mesures du gain en fonction de la fréquence pour différentes température avec un analyseur de réseaux.

La différence que nous avons constaté entre les mesures expérimentales et le modèle théorique (Figure III.25) provient d'un changement de mode lors de la mesure. Les deux modes d'élongation se sont intervertis et nous ne suivons plus le même mode. La détermination de variation de fréquence en ppm, par rapport à l'ambiante, est décalée du fait que la fréquence de référence n'est pas celle du mode considéré. Cette interversion s'effectue au environ de 50°C où les deux modes ont sensiblement la même amplitude.

Une autre conséquence de ce phénomène est l'altération du facteur de qualité. Nous constatons (Figure III.30) que l'amplitude de résonance est réduite lors de l'interférence des deux modes. Il n'est

donc pas possible de déterminer le facteur de qualité à 50°C du fait d'un signal trop atténué. La cause étant que les deux modes ont une même amplitude et une bande passante à -3 dB non mesurable.

Nous constatons ce même phénomène sur les résonateurs réalisés dans les autres coupes, mais de façon moins prononcée. Il faut attacher une certaine importance à ce phénomène pour l'observer. Il n'y a donc pas de problèmes pour relever la variation de fréquence en fonction de la température pour ces structures. Le fait que le facteur de qualité ne soit pas aussi élevé que celui calculé par la MEF (Tableau II.4) est en parti dû aux problèmes d'interférences des modes. Pour le résonateur dont l'axe principal correspondant à l'axe cristallographique, nous remarquons la présence des deux modes ainsi qu'un affaiblissement notable du mode principal aux environs de 60°C (Figure III.31).

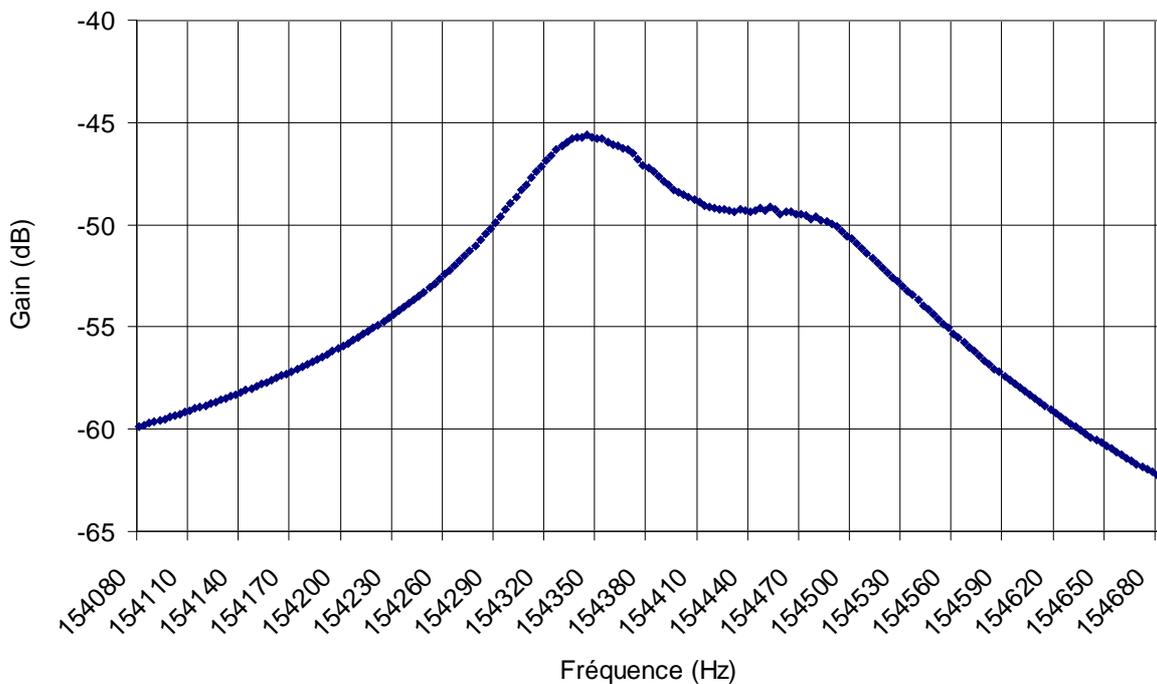


Figure III.31 : Mesure du gain en fonction de la fréquence à 60°C.

#### 4. Conclusion

A la suite des différentes expérimentations, nous constatons que les mesures concordent avec le modèle analytique, aussi bien en terme de fréquence de résonance qu'en terme d'orientation de

coupe.

Les orientations des coupes compensées en température, autour de l'ambiante, obtenues par le modèle (Chapitre I) sont validées par l'expérimentation. Toutefois, le modèle théorique ne prend pas en considération tous les paramètres et spécialement la géométrie exacte du résonateur. Pour cela, nous faisons appel à un modèle plus complet basé sur l'analyse par éléments finis (Chapitre II).

En définissant la même géométrie que le résonateur réel, nous obtenons les mêmes résultats par simulation et par mesures expérimentales. De plus, le fait de relever un facteur de qualité plus faible que celui calculé par MEF au chapitre II est dû en partie aux problèmes d'interférences entre les modes d'élongation du résonateur. Celui-ci présente plusieurs modes d'extension car sa géométrie est "imparfaite". Cette imperfection est accentuée par l'effet de température.



# **CHAPITRE IV**

## **APPLICATION AUX BIOCAPTEURS**



## 1. Introduction

Les capteurs basés sur les modes de cisaillements d'épaisseurs sont très courants dans diverses applications : capteurs de pression dans les puits pétroliers (Schlumberger), de masse (microbalance), de température, de viscosité... Ce type de capteurs est de plus en plus employés en tant que biocapteur, dans des domaines très variés tels que les analyses cliniques, environnementales et alimentaires. Nous constatons quelques applications récentes utilisant des microbalances en quartz (Quartz Crystal Microbalance : QCM) dans le domaine la détection d'organismes génétiquement modifiés (OGM) [44-46]. Avec l'arrivée de nouveaux matériaux piézoélectriques tels que le GaPO<sub>4</sub> de nouveaux biocapteurs sont étudiés.

Dans le cadre du contrat européen GAPOGROWTH où s'est déroulé cette étude, trois des partenaires étudient l'emploi de ce nouveau matériau dans des domaines d'applications très différents :

- Le premier, dans le secteur industriel dont le but est de mesurer la viscosité de différentes huiles à hautes températures (Flucon fluid control GmbH, Allemagne).
- Le second également dans le secteur industriel dont l'objectif est la mesure des émissions polluantes (fondation LEIA, Espagne).
- Le troisième, dans le secteur biomédical dont les intérêts sont la détection d'organismes génétiquement modifiés (OGM), de bactéries dans la nourriture, l'étude de l'ADN,... (Laboratorio Biosensori, Dipartimento di Chimica, Università degli Studi di Firenze, Italie).

Ce chapitre porte sur le partenariat mis en place dans ce contrat entre le département de chimie de l'Université de Florence (Italie), et le LCEP département FEMTO-ST (France). L'objectif de ce partenariat est d'apporter une explication aux problèmes rencontrés lors d'expérimentations utilisant le GaPO<sub>4</sub>.

## 2. Principe de la microbalance et des biocapteurs associés

Le principe de la microbalance basée sur l'effet piézoélectrique (QCM) fût décrit en premier par

Sauerbrey qui détermina la relation masse-fréquence [47]. Cette relation est exprimée par l'équation suivante :

$$\Delta f = -2.3 \cdot 10^{-6} f^2 \frac{\Delta m}{A} \quad (\text{IV.1})$$

Où  $\Delta f$  est la variation de fréquence,  $f$  la fréquence de résonance et  $A$  la surface où apparaît la variation de masse  $\Delta m$ .

Une microbalance est constituée de deux électrodes et d'un disque piézoélectrique. Une électrode est déposée sur chaque face du disque en cristal piézoélectrique. Ce disque est réalisé dans une orientation lui conférant une compensation en température autour de l'ambiante. Cette orientation est appelée coupe AT, aussi bien pour le quartz que pour les autres cristaux piézoélectriques tel que le  $\text{GaPO}_4$  [48-52]. De part les propriétés piézoélectriques et l'orientation du disque, le fait d'appliquer une tension sur les électrodes induit une déformation en cisaillement d'épaisseur du disque. La fréquence de résonance dépend de l'épaisseur et des propriétés du matériau (Eq. IV.2). Cependant, il est possible d'obtenir une expression plus complète prenant en compte la géométrie du résonateur, la masse et la géométrie des électrodes.

$$f_n = \frac{n}{2e} \sqrt{\frac{C_{66}}{\rho}} \quad (\text{IV.2})$$

Avec  $n \in \mathbb{N}$ ,  $e$  l'épaisseur du résonateur,  $\rho$  la densité et  $C_{66}$  la composante 66 du tenseur des rigidités  $C_{ij}$ .

L'utilisation des microbalances en tant que biocapteurs est basée sur la détection par affinité [44-46, 53]. Pour mieux comprendre de quoi il s'agit, prenons un exemple. Nous avons une dizaine d'échantillons d'acide désoxyribonucléique (ADN) à analyser et trouver parmi ceux-ci s'il y en a un ou plusieurs qui présentent une anomalie.

L'ADN, est formé de deux chaînes de nucléotides enroulées en double hélice (découverte en 1953 par James Dewey Watson, Francis Crick. Et en partie grâce aux travaux de Rosalind Franklin). Les deux brins antiparallèles de l'ADN sont reliés entre eux suivant les bases complémentaires A-T et G-C. (A : Adénine, G : Guanine, T : Thymines et C : Cytosine). C'est sur cette complémentarité que fonctionnent les biocapteurs par affinité. Sur une électrode est immobilisée une "sonde", portion

de brin d'ADN qui correspond à la séquence recherchée. Nous mettons donc en contact les échantillons (brin d'ADN) présents dans une solution tampon avec la sonde. Lorsqu'un échantillon présente la séquence, il s'opère une hybridation entre l'échantillon et la sonde ce qui induit une variation de masse sur le capteur. Cette variation de masse est traduite par une variation de fréquence (Eq. IV.1) qui nous informe de l'interaction entre sonde et échantillon. Nous pouvons donc en conclure que cet échantillon est celui ayant la séquence recherchée.

### 3. Modélisation du biocapteur

Sur la figure IV.1 est représenté le principe du biocapteur fonctionnant par affinité et basé sur les microbalances.

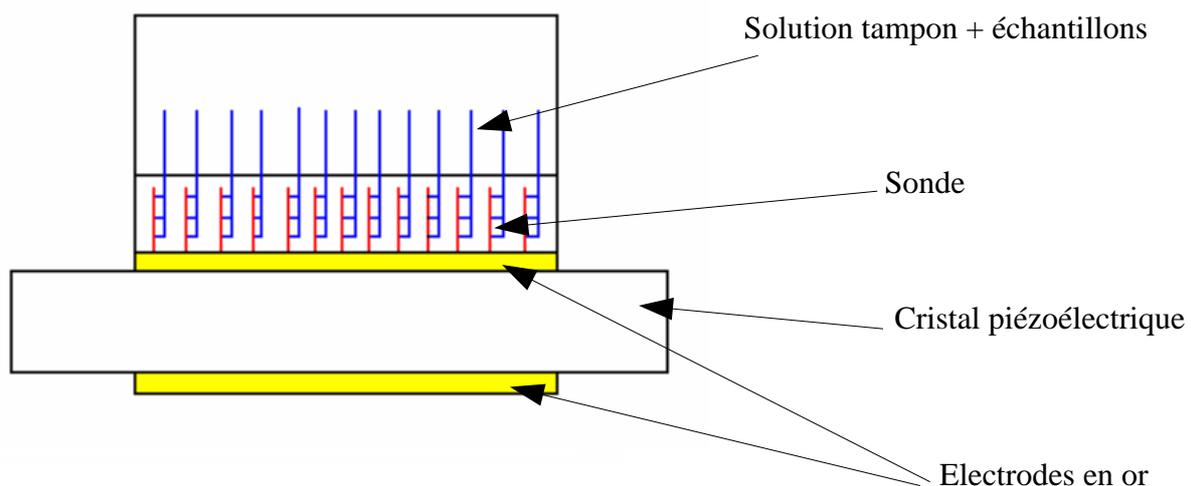


Figure IV.1 : Principe du biocapteur fonctionnant par affinité.

Le but étant de modéliser le système complet : capteur, sonde ainsi que la solution tampon et les échantillons. Pour cela, nous allons utiliser la Méthode des Eléments Finis (MEF) décrite au chapitre II. Nous arrivons donc au schéma de modélisation sous forme de couches (Figure IV.2). La première couche étant celle du cristal piézoélectrique pris entre deux couches correspondant aux électrodes en or. Une couche représentant les sondes se trouvent sur l'une des électrodes. Cette couche peut être modélisée avec des propriétés solides ou fluides suivant la densité des sondes. La solution tampon avec les échantillons est elle modélisée avec des propriétés fluides.

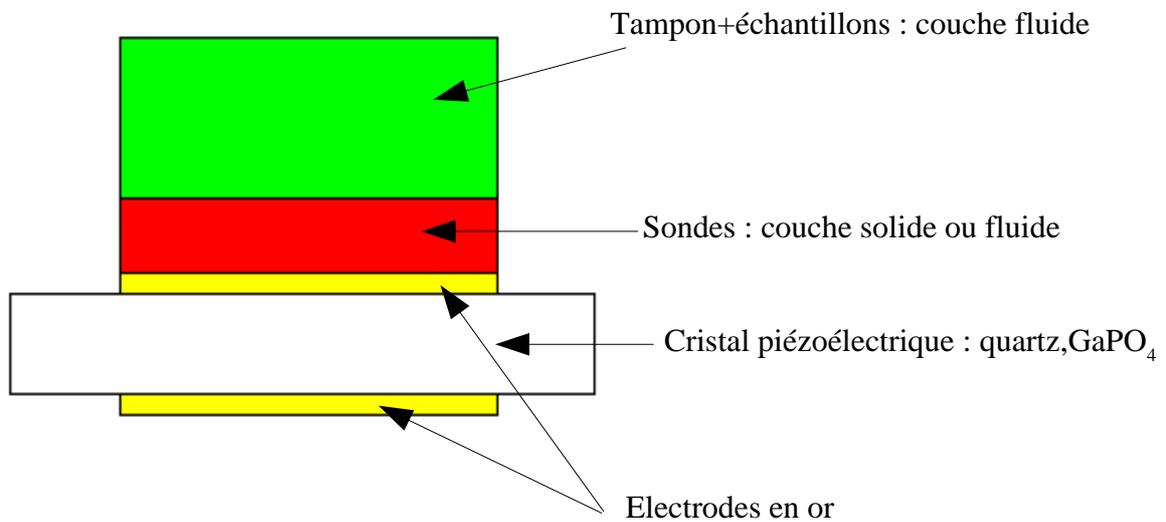


Figure IV.2 : Modélisation sous forme de couches.

Le capteur constitué d'un disque piézoélectrique : quartz ou  $\text{GaPO}_4$  et des électrodes sur chaque face du disque ne posent pas de problème majeur à modéliser. Dans un premier temps, la couche représentant les sondes n'est pas modélisée en temps que telle. Les sondes n'étant qu'un moyen biochimique permettant le lien entre les échantillons étudiés et le capteur. Nous ne souhaitons pas modéliser cette interaction biochimie, tout du moins pour le moment. Lorsqu'il y a hybridation, une masse additionnelle apparaît en surface du capteur du fait de la présence des sondes. Cependant, la couche correspondant aux sondes et échantillons hybridés a certaines propriétés physiques autre que massique qui peuvent influencer la fréquence, par exemple la viscosité. Donc la mesure de masse que nous réalisons à partir de la variation de fréquence peut être biaisée par ces paramètres. Rappelons que le même capteur est utilisé par un autre partenaire pour mesurer des viscosités (Flucon).

Toute l'étude MEF est réalisée avec un logiciel dédié : ANSYS. Le cristal piézoélectrique est modélisé en utilisant l'élément Solid5 mis à notre disposition. Cet élément permet la prise en compte des propriétés mécaniques, électriques et piézoélectriques. Nous utilisons le même élément pour modéliser les électrodes en prenant soin de désactiver l'option piézo-électrique de l'élément Solid5. La couche traduisant les sondes, échantillons et solution tampon est modélisée avec l'élément Fluid80. La modélisation de cette couche est faite sur l'hypothèse qu'elle possède les propriétés d'un fluide newtonien. Cet élément Fluid80 met à notre disposition certains paramètres

tels que : densité, élasticité, viscosité, amortissement,...

Deux modèles ont été développés, l'un bidimensionnel et l'autre tridimensionnel (Figure IV.3). La comparaison a conclu sur le fait que les résultats des deux modèles sont identiques. Par conséquent nous allons utiliser principalement le modèle bidimensionnel qui permet d'affiner le maillage sans de trop grande répercussion sur la durée de calcul.

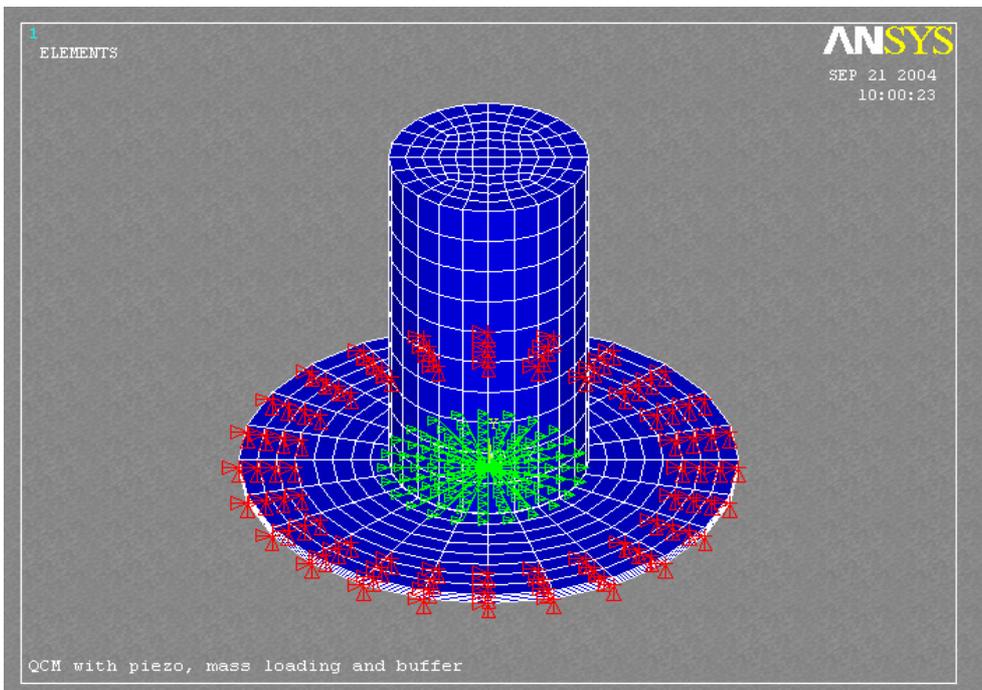
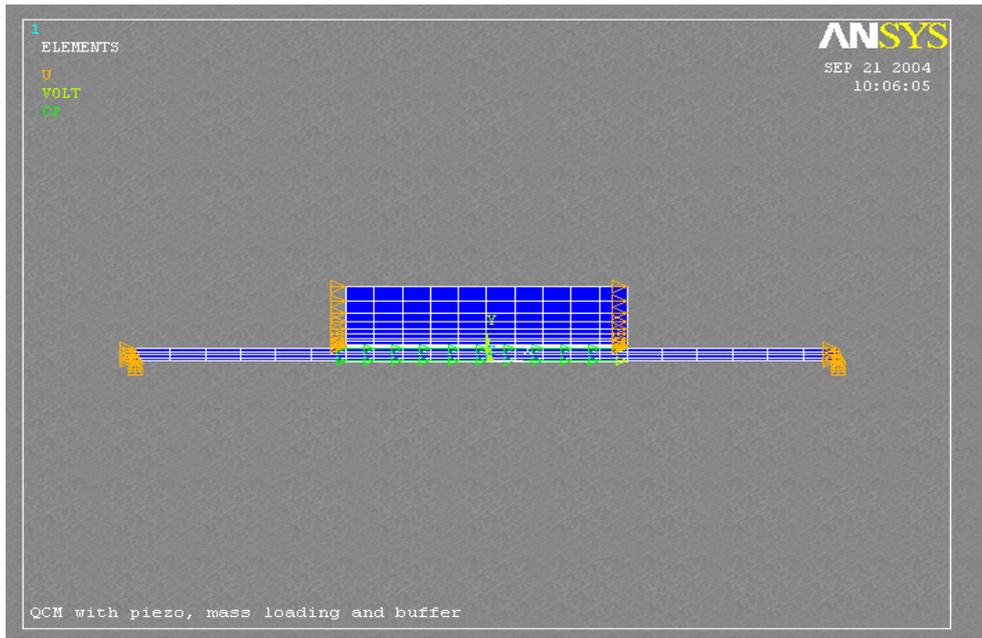


Figure IV.3 : Modèles MEF bidimensionnel et tridimensionnel.

La microbalance est réalisée à base d'un résonateur 10 MHz dont les dimensions sont : 10 mm de diamètre, 122  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour un cristal de  $\text{GaPO}_4$  et 180  $\mu\text{m}$  dans le cas du quartz. Les électrodes en or font 4 mm de diamètre et 1,8  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La solution tampon a un volume correspondant à celui de l'expérimentation soit 200  $\mu\text{l}$ . La concentration d'échantillons influe directement sur la densité.

#### 4. Analyse modale

En utilisant les modèles MEF décrits ci-dessus, nous réalisons une simulation modale du système. Ainsi nous comparons les résultats pour un capteur quartz et  $\text{GaPO}_4$ . Le tableau IV.1 reporte les variations de la fréquence en fonction de la masse.

<i>Masse</i>	<i>Fréquence (MHz) pour le quartz</i>	<i><math>\Delta f</math> (Hz) pour le quartz</i>	<i>Fréquence (MHz) pour le <math>\text{GaPO}_4</math></i>	<i><math>\Delta f</math> (Hz) pour le <math>\text{GaPO}_4</math></i>
0 dans l'air	9,881732	0	10,134522	0
39,78 ng	9,881724	8	10,134515	7
397,8 ng	9,881656	76	10,134449	73
3,978 $\mu\text{g}$	9,880908	824	10,133740	782
39,78 $\mu\text{g}$	9,875964	5 768	10,128347	6 175
397,8 $\mu\text{g}$	9,811906	6 9826	10,058467	76 055

Tableau IV.1 : Comparaison de variation de fréquence en fonction de la masse pour des microbalances en quartz et en  $\text{GaPO}_4$ .

Nous ne remarquons pas de différence dans les variations de fréquence pour une microbalance en quartz ou en  $\text{GaPO}_4$ . Cependant cette étude se focalise sur la variation de fréquence modale du système et non sur la réaction dynamique que peut avoir une variation de masse. Pour cela, une étude dynamique plus proche de l'expérimentation est nécessaire.

#### 5. Analyse dynamique

L'analyse dynamique consiste à appliquer un potentiel sur les électrodes et observer l'évolution

de la structure. La variation de fréquence en fonction de la masse est analysée et le circuit électrique équivalent du capteur en est déduit. Comme la mesure expérimentale, nous appliquons, dans le modèle éléments finis, un potentiel sur les électrodes et nous analysons les charges électriques qui nous permettent d'obtenir les paramètres motionnels du circuit électrique équivalent.

Premièrement nous nous concentrons sur la différence entre la quantité de charges pour un capteur quartz et un capteur GaPO<sub>4</sub>. A la résonance pour un fonctionnement dans l'air, il existe un facteur 100 entre une microbalance quartz et GaPO<sub>4</sub>. La différence varie avec la variation de masse mais les charges présentent sur le capteur en GaPO<sub>4</sub> sont toujours supérieures à celle du capteur quartz (Tableau IV.2) cela démontre la forte sensibilité du GaPO<sub>4</sub> face au quartz.

	<i>Dans l'air</i>	<i>M = 0,339 μg</i>
Quartz	Fres = 9,882 MHz	Fres = 9,881 MHz
	Q = 2,25e-7 C	Q = 1,95e-7 C
GaPO <sub>4</sub>	Fres = 10,134 MHz	Fres = 10,1337 MHz
	Q = 1,35e-5 C	Q = 4,5e-5 C

Tableau IV.2 : Variation de charges en fonction de la masse pour le capteur en quartz et GaPO<sub>4</sub>.

Deuxièmement, nous analysons la variation de fréquence en fonction de la masse dans la simulation dynamique (Figure IV.4 et IV.5).

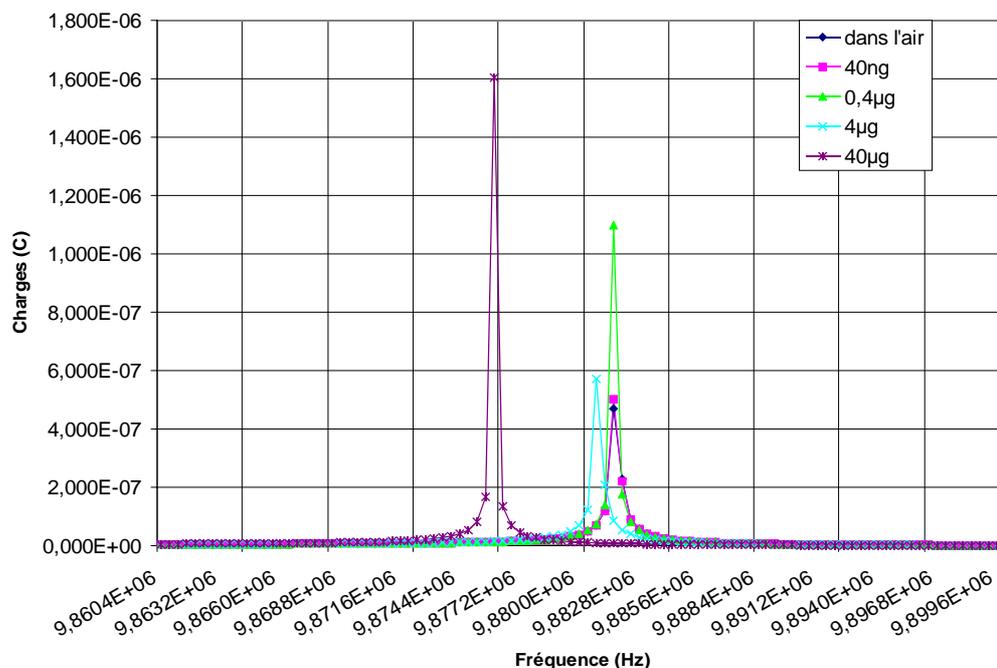


Figure IV.4 : Variation de fréquence en fonction de la masse pour une microbalance en quartz.

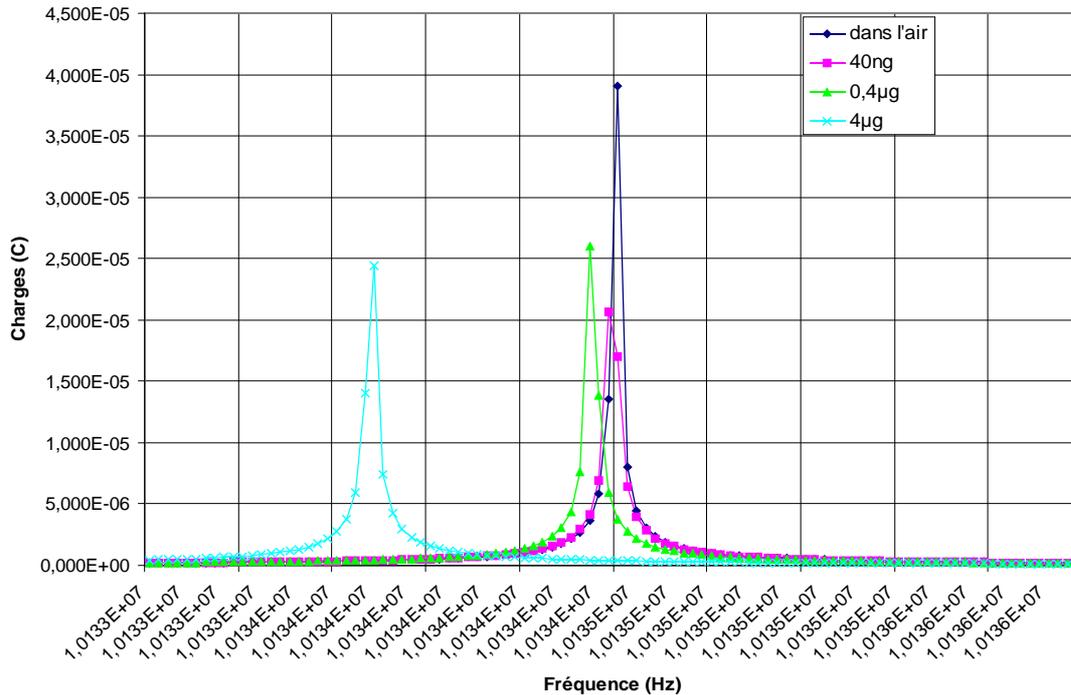


Figure IV.5 : Variation de fréquence en fonction de la masse pour une microbalance en GaPO<sub>4</sub>.

Contrairement au GaPO<sub>4</sub>, nous remarquons que la sensibilité en fréquence du quartz pour de petites masses, inférieures à 1 µg est quasi-nulle. Nous constatons donc, lors de cette simulation, que l'emploi du GaPO<sub>4</sub> en tant que capteur ouvre la possibilité de mesures nanométriques. De plus, nous pouvons déduire les paramètres motionnels de cette simulation dynamique (Tableau IV.3). Il apparaît que les valeurs obtenues avec le modèle et la simulation dynamique sont similaires aux valeurs mesurées par AVL. Nous avons donc une première validation du modèle par l'expérimentation.

En analysant la variation de fréquence du quartz et du GaPO<sub>4</sub>, nous observons la sensibilité accrue de ce dernier pour des masses inférieures à 1 µg. Pour une variation de masse de 38,78 ng, la variation de fréquence pour le capteur en quartz est quasi-nulle alors que celle du capteur en GaPO<sub>4</sub> est de 1kHz. Nous pouvons donc mesurer des variations de masses nanométriques en utilisant un capteur en GaPO<sub>4</sub>.

	<i>quartz</i>	<i>GaPO<sub>4</sub></i>
Dans l'air (M = 0)	C = 24,9468 fF L = 10,3982 mH	C = 119,4186 fF L = 2,0651 mH
M = 39,78 ng	C = 24,9469 fF L = 10,3981 mH	C = 119,4165 fF L = 2,0652 mH
M = 0,3978 µg	C = 24,9481 fF L = 10,3978 mH	C = 119,3948 fF L = 2,0702 mH
M = 3,978 µg	C = 24,9598 fF L = 10,3945 mH	C = 113,5862 fF L = 2,1739 mH
K(%) / Kth(%)	11% / 9,4%	17% / 14,7%
Données expérimentales AVL (dans l'air)		C = 120 fF L = 2 mH K = 13 %

Tableau IV.3 : Paramètres électriques du circuit équivalent du capteur quartz et GaPO<sub>4</sub>.

## 6. Comparaison entre mesures expérimentales et modèle [54]

Diverses mesures ont été réalisées avec une immobilisation de "sondes biologiques", cas réel de mesures. Les mesures sont effectuées avec un biocapteur en quartz (QCM). Les résultats expérimentaux sont représentés Figure IV.6. La procédure expérimentale consiste dans un premier temps à effectuer une mesure dans l'air (1) puis de suivre l'évolution de la fréquence en ajoutant un certain volume d'eau distillée 200 µl (2). Nous remplaçons l'eau par la solution tampon qui sert de référence pour les mesures à venir (3). L'étape suivante est l'immobilisation des "sondes". Une solution contenant les sondes est donc ajoutée à la solution tampon, puis l'immobilisation s'opère (4). Nous remettons ensuite la solution tampon qui sert toujours de référence, mais cette fois-ci la mesure de fréquence diffère de la précédente à cause de la présence des sondes (5). Nous rinçons ensuite la surface avec de l'eau distillée, seules les sondes immobilisées restent (6). Puis nous continuons la procédure avec une solution tampon, puis la solution contenant les échantillons et de nouveau le tampon (6-8). Cette dernière étape permet de mesurer l'hybridation entre les sondes et les échantillons si elle a lieu.

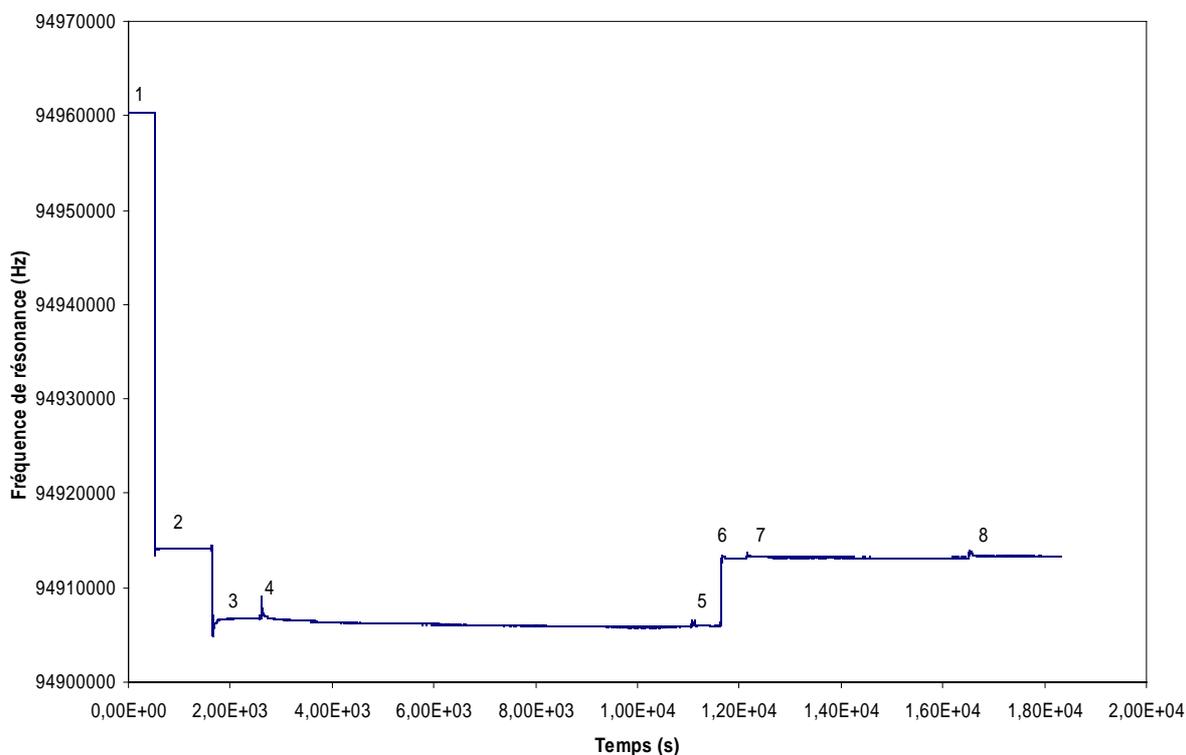


Figure IV.6 : Mesure d'immobilisation de sondes thiol 35S.

Les variations de fréquence lors de l'expérimentation sont reportées dans le tableau IV.4 ainsi que les valeurs obtenues lors de la simulation.

	$\Delta f(\text{Hz})$ mesurée	$\Delta f(\text{Hz})$ simulée
$\Delta m$ 3 - 4	951	843
$\Delta m$ 4 - 5	279	85
$\Delta m$ 3 - 5	1230	928

Tableau IV.4 : Variations de fréquence en fonction de la masse pour une QCM : mesures expérimentales et simulation.

Nous notons une bonne corrélation entre le modèle et la mesure (même ordre de grandeur). La dernière ligne du tableau correspond à la variation de fréquence due aux sondes immobilisées en surface d'électrode.

Nous étudions l'influence que peut avoir la température sur la mesure. Le capteur est réalisé dans

une orientation qui minimise l'effet de température (coupe AT). Toutefois, les solutions : tampon, eau, échantillons ne sont pas compensées en température et subissent donc son influence. Cette variation est traduite par une variation de fréquence. Nous rappelons la variation de densité de l'eau en fonction de la température dans le tableau IV.5 et la variation de fréquence induite.

<i>Température (°C)</i>	<i>Densité (kg/m<sup>3</sup>)</i>	<i>ΔFréquence (Hz)</i>
10	999,7	
20	998,2	25
30	995,2	75

Tableau IV.5 : Influence de la température sur la densité de l'eau à volume et viscosité constants.

Le constat est simple. Nous ne pouvons pas négliger l'influence de la température sur la mesure. Et plus particulièrement, lors de mesures nanométriques. Pour corriger ce problème, nous pouvons soit :

- Thermostater le capteur et le fluide dans une étuve.
- Mettre un capteur de température et soustraire son influence de la mesure.

## 7. Conclusion

A la suite de cette analyse, nous constatons que le modèle et les mesures expérimentales concordent. Nous nous apercevons que le fait d'utiliser un autre matériau à la place du quartz, l'orthophosphate de gallium en l'occurrence permet d'améliorer la sensibilité des mesures. Nous pouvons également mesurer des masses plus faibles de l'ordre du nanogrammes tout en conservant l'électronique du quartz. La meilleure tenue thermique permet d'envisager d'autres secteurs d'application tels que les microbalances et nanobalances à hautes températures, capteur de pression à hautes températures tel que l'application dans le forage de puits de pétrole ou dans le contrôle de combustion de moteur : automobile, avion.... Le GaPO<sub>4</sub> est déjà présent dans ce dernier secteur (AVL), mais avec des capteurs statiques.

## 8. Perspectives

Dans le cas de mesures biologiques, nous avons constaté le problème dû à la température qui peut être solutionné sans trop de difficulté. Cependant il existe d'autres effets plus complexes à prendre en compte et pouvant avoir des conséquences plus importantes sur la mesure.

- 1) L'ADN est une molécule chargée électriquement. Le fait d'appliquer un potentiel sur les électrodes pour exciter le capteur en cisaillement d'épaisseur n'influe-t-il pas sur l'immobilisation ou l'hybridation.
- 2) L'étude ne porte pas toujours sur une même portion d'ADN et plus particulièrement sur la longueur à analyser. Lors des mesures, il a été constaté par l'université de Florence, que ce paramètre influe sur les mesures jusqu'à atténuer complètement le signal (Figure IV.7). Ce phénomène n'est pas actuellement modélisé, mais peut l'être à priori de deux façons :
  - ajouter en surface d'électrode les sondes sous forme filaire, plus proche de la réalité.
  - développer un modèle spécifique à ce problème. Pour cela, il convient de modéliser le phénomène biologique par éléments finis.

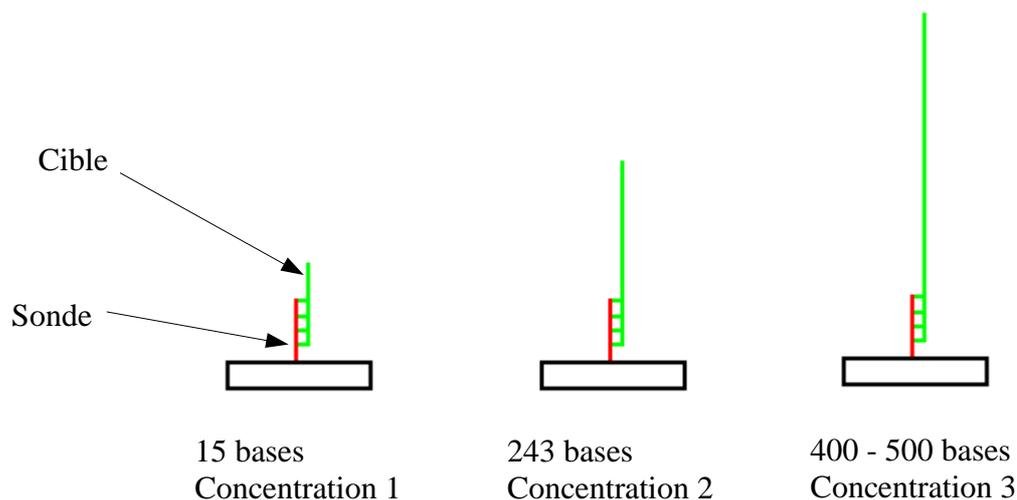


Figure IV.7 : Influence de la longueur de brin d'ADN sur la mesure.

- 3) Actuellement, le principe de microbalance basé sur le cisaillement d'épaisseur est utilisé uniquement pour mesurer une variation de masse. Or le cisaillement d'épaisseur est employé dans d'autres secteurs pour mesurer différents paramètres telle que la viscosité. Il semble que

nous pouvons conjuguer les deux mesures avec un même capteur. Le mass loading (variation de masse) modifie la fréquence de résonance et principalement la capacité motionnelle du circuit électrique équivalent. La viscosité, quant à elle a pour effet d'augmenter les pertes soit une modification de la résistance motionnelle.

- 4) A l'université de Florence, d'autres principes de mesures sont également utilisés tel que SPR (Surface Plasmon resonance) et la mesure voltamétrique. Cette dernière utilise le principe d'action de masse. La variation de masse est mesurée par la réaction chimique d'oxydo-réduction et l'échange d'électrons qui se produit. Le couplage entre le capteur QCM et voltamétrique existe. Il semble intéressant d'étendre ce couplage à d'autres matériaux que le quartz tel que le  $\text{GaPO}_4$ .



# **CONCLUSION GENERALE**



## Conclusion générale

La première partie du travail constitue un modèle analytique permettant d'étudier la sensibilité et la stabilité thermique d'un résonateur poutre en  $\text{GaPO}_4$ . La validation de ce même modèle est obtenue en étudiant le quartz dont les résultats, aussi bien théoriques qu'expérimentaux, sont connus. Cette analyse théorique montre l'existence de coupes compensées en température : autour de l'ambiante comme à hautes températures. L'étude des paramètres du circuit électrique équivalent est également réalisée par la détermination du champ électrique à l'intérieur du résonateur.

Cette étude préliminaire, dont les résultats sont les orientations cristallographiques pour lesquelles il existe une compensation en température, est suivie par une étude plus complète qui est l'analyse par la méthode des éléments finis (MEF). Cette étude permet d'observer l'influence de paramètres non pris en compte dans le modèle analytique, tel que le rapport de section, le saut de mode, le couplage des modes.

Après un bref rappel sur les étapes technologiques nécessaires à la réalisation de résonateurs, différents résonateurs poutre ont été réalisés dans diverses coupes dont celles compensées en température autour de l'ambiante. Les mesures expérimentales confirment l'existence des coupes compensées en température ainsi que les angles obtenus par le modèle théorique. Toutefois, les mesures mettent en évidence le phénomène du saut de mode et soulignent l'importance de la géométrie du résonateur sur ce phénomène. Une modification du modèle éléments finis démontre le lien entre ces paramètres : saut de mode – géométrie.

La dernière partie est l'objet d'une collaboration entre le laboratoire de chimie de l'université de Florence (Italie) et le laboratoire de chronométrie, électricité et piézo-électricité de Besançon (France). L'étude réalisée conjointement porte sur un biocapteur fonctionnant en mode de cisaillement d'épaisseur en  $\text{GaPO}_4$ . Une comparaison entre un modèle éléments finis et les mesures expérimentales démontre l'avantage qu'apporte ce nouveau matériau piézoélectrique dans le domaine du capteur et notamment l'accroissement de sensibilité de masse : réalisation d'une nanobalance.

## Perspectives

Ce travail confirme l'intérêt de ce nouveau matériau, l'orthophosphate de gallium  $\text{GaPO}_4$ , dans le domaine de capteur à sortie fréquentielle. L'étude de résonateurs poutres "basiques" permet de démontrer le potentiel de ce matériau et ouvre par conséquent la porte vers des applications plus concrètes :

- accéléromètres, gyromètres,...
- microbalances à hautes températures
- viscosimètres à hautes températures.

De plus la technologie d'usinage par ultrasons permet de réaliser des géométries relativement complexes. Ces nouveaux matériaux que sont le  $\text{GaPO}_4$ , les langasites, langatites... se prêtent parfaitement à ce mode d'usinage. Cependant, une évolution de cette technique d'usinage par ultrasons est nécessaire afin de réaliser des dispositifs de plus en plus petits.

# **BIBLIOGRAPHIE**



- [1] - Encyclopédie numérique Universalis, Ed. Encyclopaedia Universalis.
- [2] - D. Royer et E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides, Tome I : Propagation libre et guidée*, Masson, Paris, 1996.
- [3] - R. J. Besson, J. J. Boy, B. Glotin, Y. Jinzaki, B. Sinha, *A dual mode thickness-shear quartz pressure sensor*, IEEE Transactions on UFFC , Vol. 40, No. 5, pp. 584-591, 1993.
- [4] - URL, [www.colorado.edu/geography/gcraft/notes/gps/gps\\_f.html](http://www.colorado.edu/geography/gcraft/notes/gps/gps_f.html).
- [5] - URL, [www.piezocryst.com](http://www.piezocryst.com)
- [6] - R. Bechman, *Physical review*, Vol. 110, pp. 1060-1061, 1958.
- [7] - G.F. Engel and P.W. Krempl, *Stability of alpha-phase of quartz isomorphs*, Ferroelectrics, Vol. 54, pp. 349-352, 1984.
- [8] - P.W. Krempl, *Quartz homeotypic gallium orthophosphate: A new high-tech piezoelectric crystal*, Ferroelectrics, Vol. 202, pp. 65-69, 1997.
- [9] - C. Reiter, H. Thanner, W. Wallnöfer, P.M. Worsch and P.W.Krempel, *Elastic constants and temperature-compensated orientation of GaPO<sub>4</sub>*, Proc. 15<sup>th</sup> EFTF, pp. 50-54, Neuchâtel 2001.
- [10] - J. Détain, B. Capelle, O. Cambon et E. Philippot, *Properties of AT-cut gallium phosphate resonators*, in chemical sciences materials, pp. 151-160, 2001.
- [11] - B. Auld, *Acoustic fields and waves in solids*, Vol. 1, 2<sup>nd</sup> edition, Krieger, Malabar (FL-USA), 1990.
- [12] - R.N. Thurston, *Waves in solids*, Handbuch der Physik VI a/4 (Springer Verlag, Berlin), 1974.
- [13] - W.G. Cady, *Piezoelectricity*, McGraw-Hill, Book Compagny, Inc, New York, 1946.
- [14] - J.P. Buchmann, *Handbook of piezoelectricity crystal for radio and equipment designers*, WADC Technical Report 54-248, pp. 34-31, December 1954.
- [15] - S.G. Lekhnitskii, *Theory of elasticity of an anisotropic elastic body*, Ed. San Francisco: Holden-Day, 1963.
- [16] - IRE Standards on piezoelectric crystals, *Determination of the elastic piezoelectric and dielectric constants, the electromechanical coupling factor (Norme 1949)*, 764, 1958.
- [17] - ANSI/IEEE Standards on piezoelectric crystals, *Determination of the elastic piezoelectric and dielectric constants, the electromechanical coupling factor (Norme 1987)*, 1988.

- [18] - B. Dulmet et R. Bourquin, *Influence du choix de l'état de référence sur les coefficients de température des modules élastiques du quartz*, C.R. Acad. Sci. Paris, Tome 294 II 361, 1982.
- [19] - R. Bechman, A. Ballato, T.J. Lukaszek, *High order temperature-coefficients of the elastic stiffness compliances of quartz*, P.I.R.E, pp. 1812-1822, 1962.
- [20] - L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, B. Dulmet et R. Bourquin, *Temperature-compensated cuts for vibrating beam resonators of gallium orthophosphate GaPO<sub>4</sub>*, joint meeting 17<sup>th</sup> EFTF and 2003 IEEE FCS, pp. 663-667, Tampa 2003.
- [21] - J.A. Lewis, *The effect of driving electrode shape on the electrical properties of piezoelectric crystal*, The Bell System Technical Journal, pp. 1259-1280, September 1961.
- [22] - R.P. Feynman, *the Feynman lectures on physics : Tome II : mainly electromagnetism*, Addison-Wesley, Publishing compagny Inc, 1964.
- [23] - E. Durant, *Electrostatique Tome II : Problèmes généraux – Conducteurs*, Masson, Paris, 1966.
- [24] - J. Hermann, *Determination of electromechanical coupling factor of quartz bars vibrating in flexure or length-extension*, Centre Electronique Horloger SA, Proc. 29<sup>th</sup> Annual Symposium on Frequency Control, pp. 26-34, May 1975.
- [25] - R.C. Peach, *A general approach to the electrostatic problem of the SAW interdigital transducers*, IEEE Transactions on sonic and ultrasonic, Vol. 28, No. 2, pp. 96-105, Mars 1981.
- [26] - Abramowitz, *Handbook of mathematical functions*, Stegun, November 1970.
- [27] – D. Nassour, *Etude théorique et expérimentale d'un double diapason de quartz utilisé comme capteur*, Thèse de l'Université de Franche-Comté, N° ordre 321, 1979.
- [28] - R. Bourquin et B. Dulmet, *Méthode rapide de calcul des courbes fréquence température des résonateurs à quartz – Application au barreau vibrant en flexion*, C.I.C. 1984, Session II, Communication 2.
- [29] - L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, B. Dulmet et R. Bourquin, *Piezoelectric vibrating beam resonators revisited: flexural and torsional modes in gallium orthophosphate GaPO<sub>4</sub>*, 5<sup>th</sup> WCU, pp. 283-286, Paris, 2003.
- [30] - A.E.H. Love, *The mathematical theory of elasticity*, 2<sup>nd</sup> ed. Dover Publications, Cambridge, 1944.
- [31] - P. Truchot, *Définitions et modélisations analytiques et numériques des structures vibrantes en quartz en vue de la réalisation de microcapteurs à sortie fréquentielle*, Thèse de l'Université de Franche-Comté, N° d'ordre 471, 1995.

- [32] - P. Truchot et R. Bourquin, *Torsional quartz resonators: analytical and numerical models*, 8<sup>th</sup> EFTF, pp. 862-871, Munich 1994.
- [33] - P. Truchot et R. Bourquin, *Torsional double-ended tuning fork quartz crystal force sensor*, 9<sup>th</sup> EFTF, pp. 127-131, Besançon, 1995.
- [34] - L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, B. Dulmet et R. Bourquin, *Analytical model of cylindrical cross-section in GaPO<sub>4</sub> vibrating in torsional modes*, Journal de Physique IV, pp. 119-122, Montpellier 2004.
- [35] - H.F. Tiersten, *linear piezoelectric plate vibrations*, Chap. 16, plenum press, 1969.
- [36] - O.C. Zienkiewicz, *The finite element method in engineering science*, McGraw-Hill, New York, 1<sup>st</sup> edition, 1963, 3<sup>rd</sup> edition 1977.
- [37] - O.C. Zienkiewicz, *Introduction aux éléments finis*, (Traduit de l'anglais par J.L.Claudon), Pluralis, France, 1976.
- [38] - H.C. Martin et G.F. Carey, *Introduction to finite element analysis*, McGraw-Hill, New York, 1973.
- [39] - G. Touzot et G. Dhatt, *une présentation de la méthode des éléments finis*, Collection Université de Compiègne, Maloine S.A. Éditeur, Paris, 1984.
- [40] - K.J. Bathe and E.L. Wilson, *Numerical methods in finite element analysis*, Prentice-Hall, 1976.
- [41] – E. Andrey, J.J. Boy, V. Petrini, C. Khan Malek, *Developments in micro-ultrasonic machining (Micro-USM)*, Proc. 4<sup>th</sup> euspens international conference, pp. 191-192, June 2004.
- [42] – E. Andrey, J.J. Boy, C. Khan Malek, *Tool wear for micro-ultrasonic machining (Micro-USM)*, Proc. 5<sup>th</sup> euspens international conference, pp. 345-348, May 2005.
- [43] - L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, J.J. Boy, S. Galliou and R. Bourquin, *Experimental study temperature effects in vibrating beam and thickness-shear resonators of GaPO<sub>4</sub> machined by ultrasonic milling*, Proc. 2004 IEEE FCS, pp.625-629, 2004.
- [44] - E. Luzi, M. Minunni, S. Tombelli and M. Mascini, *New trends in affinity sensing: aptamers for ligand binding*, Trends in Analytical Chemistry, Vol. 22 No 11, pp.810-818, 2003.
- [45] - I. Manelli, M. Minunni, S. Tombelli, M. Mascini, *Quartz crystal microbalance (QCM) affinity biosensor for genetically modified organisms (GMOs) detection*, Biosensors and bioelectronics 18, pp.129-140, 2003.
- [46] - M. Minunni, M. Mascini, R.M. Carter, M.B. Jacobs, G.J. Lubrano and G.G. Guilbault, *A quartz crystal microbalance displacement assay for listeria monocytogenes*, Anal. Acta 325, pp.167-174, 1996.

- [47] - G.Z. Sauerbrey, Physik, pp. 155-206, 1959.
- [48] - J. Nosek, *Some second-order effects participating on frequency- temperature behaviour of rotated Y-cut GaPO<sub>4</sub> resonators*, Proc. 56<sup>th</sup> IEEE FCS, New Orleans, pp. 337-341, May 2002.
- [49] - F. Krispel, C. Reiter, J. Neubig, F. Lenzenhuber, P.W. Krempl, W. Wallnöfer and P.M. Worsch, *Properties and applications of single rotated GaPO<sub>4</sub> resonators*, Proc. IEEE FCS jointly with 17<sup>th</sup> EFTF, pp. 668-673, 2003.
- [50] - H. Thanner, P.W. Krempl, F. Krispel, C. Reiter and R. Bourquin, *High temperature microbalance based on GaPO<sub>4</sub>*, Ann. Chim. Sci. Mat. Vol. 26, pp. 161-164, 2001.
- [51] - H. Thanner, P.W. Krempl, W. Wallnöfer and P.M. Worsch, *GaPO<sub>4</sub> high temperature crystal microbalance with zero temperature coefficient*, Vacuum 67, pp. 687-691, 2002.
- [52] - B. Dulmet et R. Bourquin, *Méthodes de détermination des courbes fréquence température d'un résonateur quartz vibrant en mode d'épaisseur*, Revue de Physique Appliquée 18, pp. 639-625, 1983.
- [53] - S. Tombelli, M. Mascini, A.P.F. Tuner, *Improved procedure for immobilisation of oligonucleotides on gold-coated piezoelectric quartz crystal*, Biosensors and bioelectronics 17, pp. 929-936, 2002.
- [54] - L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, R. Bourquin, M. Minunni, M. Mascini, *Finite element model of nanobalance in GaPO<sub>4</sub>*, EFTF 2005, à paraître.

# **ANNEXES**



**Annexe 1 : Classe  
cristallographique 32  
(Quartz, GaPO<sub>4</sub>)**



### Matrice des coefficients de rigidité

$$C_{ij} = \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & -C_{14} & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ C_{14} & -C_{14} & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & C_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{14} & C_{66} \end{vmatrix}$$

avec  $C_{66} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$

### Matrice des coefficients de souplesse

$$S_{ij} = \begin{vmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{13} & -S_{14} & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{13} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ S_{14} & -S_{14} & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 2S_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2S_{14} & S_{66} \end{vmatrix}$$

avec  $S_{66} = 2S_{11} - S_{12}$

### Matrice des coefficients piézoélectriques et électrostatiques

$$e_{ij} = \begin{vmatrix} e_{11} & -e_{11} & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -e_{14} & -e_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

$$d_{ij} = \begin{vmatrix} d_{11} & -d_{11} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -d_{14} & -2d_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

## Matrice des coefficients de permittivité diélectrique

$$\epsilon_{ij} = \begin{vmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{vmatrix}$$

## **Annexe 2 : Propriétés du GaPO<sub>4</sub>**



## Données générales d'après la documentation AVL :

Densité (25 °C) : 3570 kg/m<sup>3</sup>

### Constantes élastiques

	GPa	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
c <sub>11</sub> <sup>E</sup>	66.58	-44.1	-28.5	-59.4
c <sub>12</sub> <sup>E</sup>	21.81	-226.7	-70.8	-205.7
c <sub>13</sub> <sup>E</sup>	24.87	-57.6	41.3	-109.9
c <sub>14</sub> <sup>E</sup>	3.91	507.2	280.6	-99.9
c <sub>33</sub> <sup>E</sup>	102.13	-127.5	-18.3	-134.8
c <sub>44</sub> <sup>E</sup>	37.66	-0.4	-43.8	-37.1
c <sub>66</sub> <sup>E</sup>	22.38	44.9	-7.9	11.9

	10 <sup>-12</sup> N <sup>-1</sup> m <sup>2</sup>	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
s <sub>11</sub> <sup>E</sup>	17.93	22.4	30.5	62.4
s <sub>12</sub> <sup>E</sup>	-4.82	-210.5	-0.1	-271.3
s <sub>13</sub> <sup>E</sup>	-3.19	181.6	78.2	322.2
s <sub>14</sub> <sup>E</sup>	-2.36	482.2	315.5	7.9
s <sub>33</sub> <sup>E</sup>	11.35	147.9	14.1	261.5
s <sub>44</sub> <sup>E</sup>	27.04	18.7	54.7	52.0
s <sub>66</sub> <sup>E</sup>	45.51	-26.9	24	-8.3

### Constantes piézoélectriques

pC/N	20°C
d <sub>11</sub>	4.5
d <sub>14</sub>	1.9

### Coefficients de dilatation

	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
α <sub>11</sub>	12.78	10.6	-16.1
α <sub>33</sub>	3.69	5.0	-5.4

## Permittivité diélectrique relative

$\epsilon_{11}^T$	6.1
$\epsilon_{33}^T$	6.6

$\epsilon_{11}^S$	5.8
$\epsilon_{33}^S$	6.6

## **Annexe 3 : Propriétés du quartz $\alpha$**



## Données générales d'après R. Bechmann et A. Ballato [18] :

Densité (25 °C) : 2650 kg/m<sup>3</sup>

### Constantes élastiques

	GPa	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
c <sub>11</sub> <sup>E</sup>	87.49	-48.5	-107	-70
c <sub>12</sub> <sup>E</sup>	6.22	-3007.5	-3046.5	-1258.9
c <sub>13</sub> <sup>E</sup>	11.91	-550	-1150	-750
c <sub>14</sub> <sup>E</sup>	-18.09	101	-48	-590
c <sub>33</sub> <sup>E</sup>	107.2	-160	-275	-250
c <sub>44</sub> <sup>E</sup>	57.98	-177	-216	-216
c <sub>66</sub> <sup>E</sup>	40.626	178	118	21

	10 <sup>-12</sup> N <sup>-1</sup> m <sup>2</sup>	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
s <sub>11</sub> <sup>E</sup>	12.635	15.348	85.88	38.37
s <sub>12</sub> <sup>E</sup>	1.654	-1374.56	-1381.77	-1459.9
s <sub>13</sub> <sup>E</sup>	-1.22	-165.29	-718.08	-823.5
s <sub>14</sub> <sup>E</sup>	4.458	132.46	92.74	-465.5
s <sub>33</sub> <sup>E</sup>	9.5994	139.8	247.18	300
s <sub>44</sub> <sup>E</sup>	20.029	209.4	261.14	161.26
s <sub>66</sub> <sup>E</sup>	28.586	-145.57	-84.017	-135.1

### Constantes piézoélectriques

pC/N	20°C
d <sub>11</sub>	-2.3
d <sub>14</sub>	0.67

### Coefficients de dilatation

	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	10 <sup>-9</sup> K <sup>-2</sup>	10 <sup>-12</sup> K <sup>-3</sup>
α <sub>11</sub>	13.71	6.5	-1.9
α <sub>33</sub>	4.48	2.9	1.5

## Permittivité diélectrique relative

$\epsilon_{11}^T$	4.5
$\epsilon_{33}^T$	4.6

$\epsilon_{11}^S$	4
$\epsilon_{33}^S$	4.6

## **Annexe 4 : Calculs des $T_{s_{ij}}$ et $T_{c_{ij}}$**





```

[ > restart;
[ > with(linalg):
Warning, the protected names norm and trace have been redefined and unprotected
[ > digits:=20;
                                digits := 20
[ > C:= array(1..6,1..6, [[87.49,6.22,11.91,-18.09,0,0],[6.22,87.49,11.91,18.09,0,0],[
11.91,11.91,107.2,0,0,0],[-18.09,18.09,0,57.98,0,0],[0,0,0,0,57.98,-18.09],[0,0,0,0,-1
8.09,40.626]]);

                                C :=
                                [
                                87.49  6.22  11.91 -18.09  0  0
                                6.22  87.49  11.91  18.09  0  0
                                11.91  11.91  107.2  0  0  0
                                -18.09  18.09  0  57.98  0  0
                                0  0  0  0  57.98 -18.09
                                0  0  0  0  -18.09  40.626
                                ]

[ > #C en 10^9
[ > Id:=array(1..6,1..6, [[1,0,0,0,0,0],[0,1,0,0,0,0],[0,0,1,0,0,0],[0,0,0,1,0,0],[0,0,0,0,
1,0],[0,0,0,0,0,1]]);
[ >
                                Id :=
                                [
                                1  0  0  0  0  0
                                0  1  0  0  0  0
                                0  0  1  0  0  0
                                0  0  0  1  0  0
                                0  0  0  0  1  0
                                0  0  0  0  0  1
                                ]

[ > S:=evalm(Id &* inverse(C));
S :=
[
0.01263539523  -0.001654056722  -0.001220034903  0.004458368157  0.  0.
-0.001654056722  0.01263539523  -0.001220034903  -0.004458368157  0.  0.
-0.001220034903  -0.001220034903  0.009599451785  -0.1707710582 10^-18  0.  0.
0.004458368157  -0.004458368157  -0.1707710582 10^-18  0.02002938530  0.  0.
0.  0.  0.  0.  0.  0.02003010106  0.008919030380
0.  0.  0.  0.  0.  0.008919030380  0.02858625657
]

[ > #S:=inverse(C):
[ > #S en 10^-9
[ > S[4,3]:=0:S[3,4]:=0:print(S);
[
0.01263539523  -0.001654056722  -0.001220034903  0.004458368157  0.  0.
-0.001654056722  0.01263539523  -0.001220034903  -0.004458368157  0.  0.
-0.001220034903  -0.001220034903  0.009599451785  0  0.  0.
0.004458368157  -0.004458368157  0  0.02002938530  0.  0.
0.  0.  0.  0.  0.02003010106  0.008919030380
0.  0.  0.  0.  0.008919030380  0.02858625657
]

[ > evalm(C &* S);
[
1.000000000  0.  0.  0.1 10^-9  0.  0.
0.  1.000000000  0.  -0.1 10^-9  0.  0.
0.  0.  0.9999999996  0.  0.  0.
-0.1 10^-9  0.1 10^-9  0.  1.000000000  0.  0.
0.  0.  0.  0.  0.9999999994  0.
0.  0.  0.  0.  0.  0.9999999994
]

[ > evalm(S &* C);
[
1.000000000  0.  0.  -0.1 10^-9  0.  0.
0.  1.000000000  0.  0.1 10^-9  0.  0.
0.  0.  0.9999999996  0.  0.  0.
0.1 10^-9  -0.1 10^-9  0.  1.000000000  0.  0.
0.  0.  0.  0.  0.9999999994  0.
0.  0.  0.  0.  0.  0.9999999994
]

[ > TC1:=array(1..6,1..6, [[-48.5,-3007.5,-550,101,0,0],[-3007.5,-48.5,-550,101,0,0],[
-550,-550,-160,0,0,0],[101,101,0,-177,0,0],[0,0,0,0,-177,101],[0,0,0,0,101,178]]);

```

$$TC1 := \begin{bmatrix} -48.5 & -3007.5 & -550 & 101 & 0 & 0 \\ -3007.5 & -48.5 & -550 & 101 & 0 & 0 \\ -550 & -550 & -160 & 0 & 0 & 0 \\ 101 & 101 & 0 & -177 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -177 & 101 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 101 & 178 \end{bmatrix}$$

```

[ > #TC1 en 10^-6
[ > C1:=array(1..6,1..6);
                                CI := array(1..6,1..6,[ ])
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do C1[i,j]:=TC1[i,j]*C[i,j] od; od;
[ > #print(C1);
[ > #C1 en 10^3
[ > S1:=evalm( - S &* ( C1 &* S)):
[ > #S1 en 10^-15
[ > TS1:=array(1..6,1..6);
                                TSI := array(1..6,1..6,[ ])
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do TS1[i,j]:=0 od; od;
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do if (S[i,j]<>0) then TS1[i,j]:=S1[i,j]/S[i,j] fi; od; od;
print(TS1);

    [ 15.34812981  -1374.567445  -165.2967722  132.4602800    0    0
      -1374.567445  15.34812981  -165.2967722  132.4602800    0    0
      -165.2967724  -165.2967724  139.7996422    0    0    0
      132.4602800   132.4602800    0    209.4273650    0    0
           0         0         0         0    209.4303971  132.4303971
           0         0         0         0    132.4303970 -145.5696029 ]
[ > #TS1 en 10^-6
                                *****
[ > TC2:=array(1..6,1..6, [[-107,-3046.5,-1150,-48,0,0], [-3046.5,-107,-1150,-48,0,0], [
    -1150,-1150,-275,0,0,0], [-48,-48,0,-216,0,0], [0,0,0,0,-216,-48], [0,0,0,0,-48,118]]);
                                [ -107  -3046.5  -1150  -48    0    0
                                  -3046.5  -107   -1150  -48    0    0
                                  -1150  -1150   -275    0    0    0
                                  -48    -48     0   -216    0    0
                                  0      0      0     0   -216  -48
                                  0      0      0     0    -48  118 ]
[ > #TC2 en 10^-9
[ > C2:=array(1..6,1..6);
                                C2 := array(1..6,1..6,[ ])
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do C2[i,j]:=TC2[i,j]*C[i,j] od; od;
[ >
[ > #print(C2);
[ > #C2 en 10^0
[ > S2:=evalm( - S &*( C2 &* S + C1 &* S1*10^(-3))):
[ > #S2 en 10^-18
[ >
[ > TS2:=array(1..6,1..6):
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do TS2[i,j]:=0 od; od;
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
    for j from 1 by 1 to 6 do if (S[i,j]<>0) then TS2[i,j]:=S2[i,j]/S[i,j] fi; od; od;
[ > print(TS2);

```

```

[ 85.88680055 -1381.770550 -718.0825587 92.74601128 0 0
-1381.770550 85.88680055 -718.0825587 92.74601128 0 0
-718.0825586 -718.0825586 247.1797444 0 0 0
92.74601153 92.74601153 0 261.1420698 0 0
0 0 0 0 261.1403977 92.72025722
0 0 0 0 92.72025722 -84.01739322]
[ > #TS2 en 10^-9 *****
> TC3:=array(1..6,1..6, [[-70,-1258.9,-750,-590,0,0], [-1258.9,-70,-750,-590,0,0], [
-750,-750,-250,0,0,0], [-590,-590,0,-216,0,0], [0,0,0,0,-216,-590], [0,0,0,0,-590,21]]);
TC3 := [ -70 -1258.9 -750 -590 0 0
-1258.9 -70 -750 -590 0 0
-750 -750 -250 0 0 0
-590 -590 0 -216 0 0
0 0 0 0 -216 -590
0 0 0 0 -590 21]
[ > #TC3 en 10^-12
> C3:=array(1..6,1..6);
C3 := array(1..6,1..6, [ ])
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
for j from 1 by 1 to 6 do C3[i,j]:=TC3[i,j]*C[i,j] od; od;
[ > #print(C3);
[ > #C3 en 10^-3
[ > S3:=evalm( -S &* (C3 &* S + C2 &* S1 *10^(-3) + C1 &* S2 * 10^(-3)));
S3 := [ 0.4848187560 2.414872559 1.004730094 -2.075544481 -0. -0.
2.414872559 0.4848187560 1.004730094 2.075544481 -0. -0.
1.004730095 1.004730095 2.880586313 -0. -0. -0.
-2.075544481 2.075544481 -0. 3.230004287 -0. -0.
-0. 0. -0. -0. 3.229351048 -4.152554014
-0. 0. -0. -0. -4.152554012 -3.862049187]
[ > #S3 en 10^-21
[ >
[ > TS3:=array(1..6,1..6);
TS3 := array(1..6,1..6, [ ])
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
for j from 1 by 1 to 6 do TS3[i,j]:=0 od; od;
[ > for i from 1 by 1 to 6 do
for j from 1 by 1 to 6 do if (S[i,j]<>0) then TS3[i,j]:=S3[i,j]/S[i,j] fi; od; od;
[ > print(TS3);
[ 38.36989245 -1459.969617 -823.5256971 -465.5390510 0 0
-1459.969617 38.36989245 -823.5256971 -465.5390510 0 0
-823.5256979 -823.5256979 300.0782105 0 0 0
-465.5390510 -465.5390510 0 161.2632759 0 0
0 0 0 0 161.2249004 -465.5835710
0 0 0 0 -465.5835708 -135.1016065]
[ > #TS3 en 10^-12 *****
[ >

```