

THESE

présentée à

**L'UFR DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITE DE FRANCHE-COMTE**

par

Ioan Alexandru IVAN

pour obtenir le grade de

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

Spécialité : SCIENCES POUR L'INGENIEUR

**Utilisation des résonateurs piézoélectriques
fonctionnant en mode d'épaisseur pour
la réalisation de capteurs**

Soutenue le 28 novembre 2006 devant la commission d'examen :

Président : **M. Bernard DULMET**, Professeur, Ecole Nationale Supérieure en
Mécanique et Microtechniques de Besançon.

Rapporteur : **M. Bernard CAPELLE**, Directeur de Recherche, Université de Paris VI
Directeur de Recherches au CNRS.

Rapporteur : **M. Gheorghe CIMPOCA**, Professeur, Université Valahia de Târgoviște.

Directeur : **M. Roger BOURQUIN**, Professeur, Ecole Nationale Supérieure en
Mécanique et Microtechniques de Besançon,
Directeur du Dép. LCEP, Institut FEMTO-ST.

Co-Directeur : **M. Adrian RUSU**, Professeur, Université Polytechnique de Bucarest,
Membre correspondant de l'Académie Roumaine.

REMERCIEMENTS

Les personnes qui m'ont soutenu ou aidé pendant ma thèse sont très nombreuses. Au niveau professionnel je tiens à remercier tout particulièrement:

A mon directeur de thèse, M. Roger Bourquin, de m'avoir invité à travailler sur des sujets passionnants. Il a su guider mes premiers pas dans un domaine peu connu avant, a consacré du temps aux discussions et aux recherches expérimentales, et s'est chaleureusement intéressé à chacun de mes résultats. Je l'en remercie vivement.

A M. Bernard Dulmet, président du jury de soutenance et directeur du contrat européen QxSens, qui a favorisé volontièrement le soutien financier pour le déroulement de mes stages de recherche. Je reste aussi très reconnaissant pour les discussions animées portées avec lui et avec Mme. Maryvonne Dulmet.

A M. Bernard Capelle qui, malgré son temps chargé, a accepté la tâche de rapporter ma thèse. Je le remercie de s'en être acquitté avec grand soin, en suggérant des corrections nécessaires et bienvenues.

Je remercie au personnel du Laboratoire de Chronométrie Electronique et Piézoélectricité pour son accueil, et spécialement à M. Serge Galliou et à Philippe Abbé pour les oscillateurs, à J.P. Romand pour les résonateurs et à J.J. Boy pour le dialogue constant. Un grand merci à Fabienne Cornu pour tout aide et conseil administratif. Je n'oublierai pas les soirées passées avec mes copains Roberto Fernandez ou Georges Huve. Merci pour le billard et, respectivement, pour les bières!

Je dois remercier à M. Lozan Spassov, directeur de AE-LAB, ISSP-BAS Sofia pour les discussions sur les résonateurs QT et aussi pour les échantillons offerts. Je pense aussi à Julien Lazarov, le temps passe ensemble nous a rendu amis.

Comme le travail de thèse a été déroulé sous un contrat de co-tutelle avec l'Université Polytechnique de Bucarest, je vais directionner les remerciements vers la partie roumaine.

Il a été un honneur pour moi que M. Adrian Rusu ait accepté de co-diriger ma thèse. Je suis reconnaissant pour la collaboration et son soutien constant. Pareil comme M. Roger Bouquin, il est un grand homme et professeur.

Je remercie à M. Gheorghe V. Cimpoca d'avoir accepter avec enthousiasme d'être rapporteur de ma thèse et aussi pour tout soutien. Il a aidé dès le début ma carrière d'enseignant et de chercheur a l'Université "Valahia" de Târgoviște.

Je suis profondément reconnaissant à Eugenia Mincă pour les efforts plus que collégiales à la mise en oeuvre de mon accord de co-tutelle de thèse. Je n'oublie pas ma collègue Luminița Duță.

Je n'oublie pas les professeurs qui ont contribué à ma formation d'ingénieur dans le domaine des systèmes de mesure et des capteurs. Je dois beaucoup à M. Gheorghe Ispășoiu, à M. Nicolae Olariu et à M. Cornel Cobianu.

J'adresse une pensée à tous mes copains roumains qui se sont succédés dans le campus de Besançon au fil du temps et je remercie spécialement a la famille Racilă et a GrațIELA Petrișor pour les balades, les soirées passées ensemble et pour leur écoute et soutien du début jusqu'au jour J de ma soutenance.

*Dédiée à la mémoire de ma mère,
ingénieur civil Corina-Alexandra IVAN (1945-2006)
et à ma chère famille, Mihaela, Maria et Anastasia.*

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	iii
LISTE DES ABRÉVIATIONS	x
RESUME / ABSTRACT	xiii
INTRODUCTION.....	1
 CHAPITRE I. Le résonateur piézoélectrique fonctionnant en cisaillement d'épaisseur et sa sensibilité aux variations de température et de force	 5
I.1 Introduction.....	7
I.2 L'effet piézoélectrique en plaque plane-infinie	10
I.3 Le résonateur à énergie piégée.....	13
I.4 Détermination de la distribution d'amplitude à l'aide de la théorie de Stevens et Tiersten	19
I.5 Paramètres et facteurs d'influence des résonateurs fonctionnant en mode d'épaisseur	23
I.6 Sensibilité à la température des résonateurs	25
I.7 Sensibilité à une force statique et coefficients caractéristiques	28
 CHAPITRE II. La topographie aux rayons X. Méthodes expérimentales de caractérisation des résonateurs.	 31
II.1 Introduction	33
II.2 La structure cristalline	33
II.2.2 Réseaux cristallins.....	34
II.2.2 Réseaux réciproques.....	35
II.2.3 Le quartz. Calcul des distances interréticulaires.	36
II.3 Diffraction des rayons X par des cristaux	39
II.3.1 Conditions de Laue. Loi de Bragg.....	40
II.3.2 Construction d'Ewald. Application au quartz	43

II.4 Méthodes de topographie par diffraction de rayons X.....	45
II.5 Schéma équivalent du résonateur et le réseau en PI de mesure	49
II.6 Equipements de caractérisation des résonateurs	56
II.6.1 La Table Lang et les étapes d'une topographie	56
II.6.2 Le cryostat.....	59
II.6.3 La partie électronique et les logiciels de caractérisation	61
II.7 Conclusion	67

CHAPITRE III. Conception, réalisation et tests d'une structure résonante multi-électrodes (ME) fonctionnant en double-mode 69

III.1 Introduction.....	71
III.2 Etudes topographiques préliminaires sur des modes de vibration des résonateurs en coupe SC	73
III.2.1 Spectres électriques et topographies sur une structure multi-electrodes conçue pour opérer sur les modes anharmoniques (3,0,1) et (3,1,0).....	74
III.2.1 Spectres électriques et topographies sur une structure multi-electrodes conçue pour opérer sur les modes anharmoniques (3,0,2) et (3,2,0).....	80
III.3 Calcul numérique de l'amplitude des modes à l'aide de la théorie de Lewis.....	88
III.4 Critères de dessin des électrodes d'une structure multi-électrodes double-mode - (C,3,0,1) et (B,3,1,0)	90
III.5 Aspects constructifs pour la réalisation des prototypes multi-électrodes	95
III.6 Spectres électriques et paramètres motionnels expérimentaux.....	100
III.7 Topographies de Lang sur les modes anharmoniques	104
III.8 Caractéristiques et fonctions de transfert de la structure multi-électrodes	106
III.9 Evaluation de la précision et de la résolution de mesure	114
III.10 Conclusions et perspectives	116

CHAPITRE IV. Séries d'investigations expérimentales des résonateurs thermosensibles miniaturisés en quartz (QT) et en orthophosphate de gallium (GT) 119

IV.1 Introduction. Capteurs de température piézoélectriques.	121
IV.2 Les capteurs QT développés dans le cadre du contrat QxSens	124
IV.2.1 Les résonateurs QT standard	128
IV.2.2 Les résonateurs QT « strip »	130

IV.3 Les capteurs GT développés dans le cadre du contrat QxSens.....	131
IV.4 Spectres électriques et paramètres des résonateurs QT et GT	132
IV.5 Caractéristiques fréquence- température et admittance- température.....	139
IV.6 Topographies aux rayons X	143
IV.7 Analyse des défauts dus au couplage par « <i>Activity-Dip</i> »	150
IV.7.1 Rappel sur le phénomène.....	151
IV.7.2 Investigations expérimentales.....	153
IV.8 Conclusion	161

CHAPITRE V. Développement d'un système électronique de mesure pour interfacer des capteurs piézoélectriques résonants	163
V.1 Introduction	165
V.2 Oscillateurs électroniques des résonateurs piézoélectriques	166
V.3 Schéma électronique du circuit microcontrôleur	168
V.4 Organisation des données et de la partie software	171
V.5 Réseau distribué de systèmes de mesure	178
V.6 Conclusion et perspectives	183

CONCLUSION GENERALE	185
----------------------------------	------------

BIBLIOGRAPHIE	191
----------------------------	------------

ANNEXES.....	197
A.1 Logiciels d'acquisition et/ou de traitement des données expérimentales.....	199
A.2 Logiciel pour la génération de la forme des électrodes des capteurs ME	201
A.3 Typons des circuits électroniques imprimés	206
A.4 Tables d'étalonnage des capteurs QT et ME.....	209
A.5 Liste des programmes ASM et VI pour l'interfaçage des capteurs QT et ME	214

LISTE DES ABRÉVIATIONS

SIGLES ET DES ACRONYMES

ASCII	→ American Standard Code for Information Interchange
ASM	→ Algorithmic State Machine
AT	→ coupe simple rotation en quartz
BAW	→ Bulk Accoustic Wave – Ondes acoustiques en volume
B-mode	→ fast shear mode – mode rapide de cisaillement
C-mode	→ slow shear mode – mode lent de cisaillement
CFT	→ caractéristique fréquence – température
EEPROM (ou EE)	→ Electronically erasable programmable read-only memory
GPIO	→ General Purpose Instrumentation Bus
GT	→ Résonateur thermosensible en orthophosphate de gallium
I2C	→ inter-integrated circuit interface
IEC	→ International Electro-technical Commission
IEEE	→ Institute for Electrical and Electronic Engineers
LPT	→ le port parallèle de l'ordinateur
ME	→ Resonator Multi Electrodes
NLC	→ New Linear Cut
PIC18	→ Famille de microcontrôleurs Microchip à 8 bits
QT	→ Résonateur Thermosensible à Quartz
QxSens	→ acronyme du projet européen G6RD-CT-2002-00648
TCXO	→ oscillateur a quartz compensé en température
TS	→ Thickness Shear – Cisaillement en épaisseur

SC	→ Stress compensated – cut
SPI	→ Serial Peripheral Interface
TCF	→ temperature coefficient of frequency
uC	→ microcontrôleur
USB	→ Universal Serial Bus
VBA	→ Visual Basic pour Applications
VI	→ instrument virtuel (LabView)
XO	→ oscillateur à quartz
XRT	→ Topographie aux rayons X

SYMBOLS PHYSIQUES

f	fréquence
f_s	fréquence série
f_o	fréquence fondamentale
n	rang de partiel
D	diamètre du résonateur
R	rayon de courbure de la face convexe du résonateur
h	demi-épaisseur du résonateur
F	force
t	temps
T	température
T_f	coefficient de température de la fréquence (TFC)
K_f	coefficient de sensibilité à la contrainte diamétrale (de Ratajski)
m	masse
$u_{nmp}^{(i)}$	mode propre de la vibration
φ	angle de coupe (en double rotation)
θ	angle de coupe
S_F	sensibilité à la force

ψ_a	azimut de la force
$\psi_n^{(i)}$	angle de rotation du mode
$H_n H_p$	polynômes d'Hermite
M_n, P_n	constantes de dispersion
a_n	amplitude du mode
e_{kij}	coefficient piézoélectrique
c_{ijkl}	coefficient élastique de raideur
s_{ij}	coefficient élastique de souplesse
T_{ijkl}	tenseur de contrainte
S_{kl}	tenseur de déformation
ε	constante diélectrique
ω	pulsation
xyz	coordonnées dans un repère cartésien
$X_1 X_2 X_3$	système d'axes cartésiens du résonateur
$X'_1 X'_2 X'_3$	système d'axes cartésiens du mode
R	résistance électrique
L	inductance électrique
C	capacité électrique
Q	facteur de qualité
V	tension électrique (parfois volume)
XYZ	repère cristallographique

RESUME

Les capteurs participent à la qualité de la vie quotidienne, beaucoup de domaines d'activité modernes demandant des capteurs performants. Les résonateurs piézoélectriques sont bien connus pour leurs applications pour la génération de fréquences stables, mais leur potentiel d'utilisation pour la réalisation de capteurs est moins exploité.

Le mémoire présente deux applications des résonateurs pour la réalisation de capteurs de force et de température.

La particularité du capteur de force tient au fait que le résonateur lui-même sert aussi comme sonde de température et que les signaux servant aux mesures de la force et de la température sont isolés électriquement, ce qui simplifie la mise en œuvre. Cela est possible par l'utilisation de modes anharmoniques des résonateurs et par le choix de la direction d'application de la force à mesurer, chaque mode étant essentiellement sensible soit à la force soit à la température. Le mémoire présente en particulier une méthode de dessin de jeux d'électrodes pour un résonateur plan-convexe opérant sur deux modes de cisaillement d'épaisseur (modes B et C).

La seconde partie du mémoire est consacrée à la caractérisation expérimentale (topographies par rayon X, réponses électriques et comportements thermiques) de capteurs résonants thermosensibles en quartz et en GaPO₄ miniaturisés pour la mesure précise de la température sur une très large gamme de l'ambiante aux températures cryogéniques. L'étude a en particulier porté sur des investigations des couplages entre modes, responsables du phénomène d'«activity-dip».

Un système électronique complet et un logiciel de calcul de la force et de la température à partir des fréquences délivrées est développé.

Mots clés

capteurs, température, force, piézoélectricité, résonateurs multi-électrodes double-modes, topographie aux rayons X, activity-dip.

ABSTRACT

Sensors bring quality to every-day life, many activity domains require high performance sensors. Piezoelectric resonators are well known for their applications in stabilized frequency generation, while their potential of utilization for sensor manufacturing is less exploited.

The thesis present two applications of sensors intended for the measurement of force and temperature.

The particularity of the force sensor is that the quartz itself serves as temperature gauge and that the signals serving for temperature and force measurement are electrically isolated, electronic circuits design being simplified. That was accomplished by exciting anharmonic modes of resonators and by choosing a certain azimuth direction of applied force, each mode being essentially sensitive to the force or to the temperature. The thesis particularly presents a method of design of a set of electrodes over the surface of a plano-convex resonator operating simultaneously on two thickness shear modes (B and C modes).

The second part of the thesis is dedicated to experimental characterization (X-ray topographies, electrical spectrums, frequency to temperature characteristics) of a series of miniaturized thermosensitive resonant sensors made in quartz and GaPO₄, and intended for precise measurement over extended temperature ranges up to cryogenics. The study particularly investigated couplings between modes, responsible for the activity-dip phenomenon.

A complete electronic and software system for temperature and force conversion is developed, based on the delivered frequencies.

Keywords

sensors, temperature, force, piezoelectricity, reonators, multi-electrode, dual mode, X-ray topography, activity-dip .

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les applications basées sur l'effet piézoélectrique sont diverses. On peut distinguer cinq catégories de dispositifs piézoélectriques: les résonateurs (et les filtres) pour le contrôle des fréquences, les capteurs à sortie en charge ou en tension (accéléromètres, capteurs de forces, etc.), les émetteurs/récepteurs d'ultrasons, les actionneurs et finalement les capteurs à sortie en fréquence.

Les résonateurs utilisent les ondes de surface ou de volume ; ceux à ondes de surface (SAW) ne font pas l'objet de ce mémoire, ils constituent une catégorie séparée d'applications aux fréquences supérieures à 100 MHz.

Les résonateurs à ondes de volume (BAW - *Bulk Acoustic Waves*) peuvent vibrer selon la façon dont ils sont réalisés en mode de flexion, d'extension longitudinale, de torsion, de cisaillement d'épaisseur ou de surface.

Dans les chapitres qui suivent l'accent sera mis sur les résonateurs piézoélectriques à ondes de volume (BAW) conçus pour opérer en cisaillement d'épaisseur (TS). Cette catégorie de résonateurs est la plus utilisée dans une plage de fréquences comprises entre 0,8 MHz et 200 MHz.

L'application la plus connue du quartz est la génération des oscillations stables et ultra stables. Le dispositif le plus commun est le résonateur à deux électrodes adhérentes (XO), comme on peut en voir un exemple sur la figure 1.2. Des fréquences stables (entre 10 ppm et 0,01 ppm à long terme) sont demandées par les terminaux de navigations (GPS par exemple) et de communication terrestre et satellitaire. Les catégories d'oscillateur stabilisés sont ceux à compensation des variations dues à la température (TCXO), ceux thermostatés (OCXO – oven controlled XO) ou ceux pilotés par microprocesseur (MCXO). Les oscillateurs piézoélectriques ont atteint des miniaturisations remarquables ces dernières années, grâce aux nouvelles microtechnologies dont on peut citer l'usinage par ultrasons ou par plasma. Si il y a 5 ans un VCTCXO (*voltage controlled TCXO*) commercial occupait un volume d'environ 1 cm³, le volume actuel a été diminué jusqu'à 10 mm³.

Les couches minces piézo-électriques développées la dernière décennie, et notamment la nitrure d'aluminium (AlN), ont permis la réduction des dimensions et l'augmentation des fréquences d'oscillations jusqu'au domaine des micro-ondes.

Ce mémoire ne va pas se concentrer sur les résonateurs de haute stabilité ou de très haute fréquence, mais sur les résonateurs utilisables comme capteurs.

Les capteurs piézoélectriques résonants les plus utilisés sont les microbalances à cristal de quartz (QCM), capables de mesurer des variations de masse de l'ordre du nanogramme. Comme applications des microbalances on remarque la mesure du dépôt des couches minces, la mesure de l'adsorption ou de la désorption d'espèces chimiques ou de la corrosion. En électrochimie les microbalances servent comme moniteurs des réactions chimiques.

La thermométrie de précision, surtout aux températures cryogéniques, pose problèmes à cause des caractéristiques mal adaptées des capteurs disponibles. En dessous de -60°C les capteurs à base de jonctions semi-conductrices ne fonctionnent plus, tandis que les thermistors, les thermorésistances ou les thermocouples présentent au moins un des désavantages suivants : sensibilité faible - voire nulle, non-linéarités, auto-chauffage, besoin d'un bon filtrage du bruit et d'amplification considérable pour avoir des niveau de signaux de sortie acceptables.

Le quartz (SiO_2) présente une série de propriétés physiques qui permettent une sensibilité et une précision de mesure élevées, sur une plage étendue de mesure de la température ambiante jusqu'à 4,2 K. D'autres matériaux piézoélectriques avec des propriétés équivalentes, voire supérieures sont la langasite ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$), la langanite ($\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_{14}$), la langatate ($\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{STaO}_{14}$) ou l'orthophosphate de gallium (GaPO_4), ce dernier excellant vers les très hautes températures (jusqu'à 970°C).

Il faut souligner la possibilité d'utilisation des résonateurs thermosensibles comme capteurs cryogéniques et aussi comme références secondaires de température - pour calibrer d'autres capteurs ou appareils de mesure. Grâce aux résolutions qui peuvent atteindre $10\text{ }\mu\text{K}$, ils peuvent être utilisés en calorimétrie de précision.

La mesure d'une force et/ou d'une pression dans des conditions extrêmes peut être réalisée avec des résonateurs piézoélectriques. Une telle application de mesure de la pression dans le secteur du forage pétrolier a été développée antérieurement au LCEP en partenariat avec la société Schlumberger [1].

Comme pour les TCXO commerciaux, il est possible d'intégrer le résonateur avec l'électronique associée dans le même boîtier pour réduire l'encombrement tout en assurant la compatibilité

directe du capteur avec les circuits numériques. Vu la sortie intrinsèquement digitale de ces capteurs, la transmission des données est insensible aux bruits dus aux champs magnétiques et aux interférences électromagnétiques. Les capteurs piézoélectriques montrent une bonne sensibilité et une bonne résolution. Un autre avantage des résonateurs piézoélectriques est leur faible consommation : pour faire fonctionner un résonateur on a seulement besoin de quelques microwatts.

Le présent mémoire de thèse se concentre sur le potentiel d'utilisation des résonateurs comme capteurs de température et de force. Chaque chapitre commence avec l'introduction de son sujet.

Les deux premiers chapitres sont plutôt théoriques et présentent brièvement le résonateur piézoélectrique fonctionnant en cisaillement d'épaisseur et sa sensibilité aux variations de température et de force. Comme outil principal de recherche expérimentale nous avons utilisé la topographie par diffraction de rayons X. Au cours du deuxième chapitre des aspects théoriques et pratiques nécessaires y sont présentés.

Le troisième chapitre développe un capteur de force travaillant en double mode, compensé en température, conçu à partir des solutions analytiques de Stevens et Tiersten. La particularité de ce résonateur est que chaque mode est séparément excité, les signaux étant ainsi électriquement isolés.

Le quatrième chapitre est consacré à des études expérimentales sur une série de prototypes de capteur thermosensibles miniaturisés, développés à l'ISSP-BAS en Bulgarie et par AVL en Autriche avec l'aide du LCEP de Besançon.

Le cinquième chapitre développe un système complet d'acquisition capable d'interfacer des capteurs résonnants, dont évidemment ceux considérés dans ce mémoire.

Les annexes complètent le mémoire par les sources des logiciels développés.

CHAPITRE I.

Le résonateur piézoélectrique fonctionnant en cisaillement d'épaisseur et sa sensibilité aux variations de température et de force

CHAPITRE I.

Le résonateur piézoélectrique fonctionnant en cisaillement d'épaisseur et sa sensibilité aux variations de température et de force

I.1 Introduction

Les dispositifs piézo-électriques sont utilisés dans un large domaine d'applications, comme par exemple : oscillateurs de haute stabilité ou de bas prix, filtres, générateurs à ultrasons ou capteurs de température, force, accélération, pression, masse etc.

La piézoélectricité est un effet réversible (direct et inverse) entre une déformation mécanique et l'apparition d'une polarisation électrique, dans le cas de certains cristaux. Elle a été découverte et expliquée par les frères Pierre et Jaques Curie dans les années 1880. Les premiers oscillateurs à base de résonateurs en quartz ont été réalisés à partir de 1918 par Walter Cady. Le matériau quartz est devenu synonyme de la génération des fréquences stabilisées et des bases de temps très précises.

Parmi les 32 classes cristallographiques, 20 peuvent présenter des propriétés piézoélectriques, dont seulement un nombre réduit correspondent à des matériaux présentant de l'intérêt dans des applications piézoélectriques.

Les résonateurs piézoélectriques sont des composants électroniques qui vibrent sous l'action d'un champ électrique extérieur périodique, pour lequel le transfert de l'énergie a lieu par voie électrique – mécanique - électrique. Les résonateurs opérant en mode de flexion sont sous forme de poutre vibrante et travaillent à des fréquences basses. Dans cette catégorie on remarque les résonateurs sous forme de diapason, à 32 kHz, utilisés couramment en horlogerie. Les résonateurs habituels fonctionnant en cisaillement d'épaisseur sont sous forme de disques coupés suivant certaines directions du cristal, avec une paire d'électrodes déposées sur les faces latérales (voir Figure 1.2).

Les résonateurs piézoélectriques peuvent fonctionner sur des modes purs ou sur des modes couplés entre eux, qui composent le spectre de vibration. D'habitude, dans les applications pratiques, un seul mode du spectre est choisi pour le fonctionnement de résonateur. En fonction de la géométrie du résonateur à quartz, la fréquence est comprise entre 1 kHz et 360 MHz. Les résonateurs vibrant en cisaillement d'épaisseur sont les plus utilisés à l'heure actuelle dans les circuits digitaux et dans les oscillateurs compensés en température, sur une plage de fréquences comprise entre 0,8 MHz et 360 MHz

La coupe et la forme du résonateur ainsi que les dimensions des électrodes et le type de fixation doivent être conçus pour assurer le maximum d'amplitude de vibration (coefficient de qualité très élevé), et un écart en fréquence du mode choisi suffisamment important par rapport aux fréquences des autres modes de vibration du résonateur (pureté spectrale). Les résonateurs à quartz peuvent aussi être utilisés comme capteurs grâce à leur très bonne stabilité intrinsèque, au coefficient de qualité très élevé et aux non-linéarités (comme l'hystérésis) minimales.

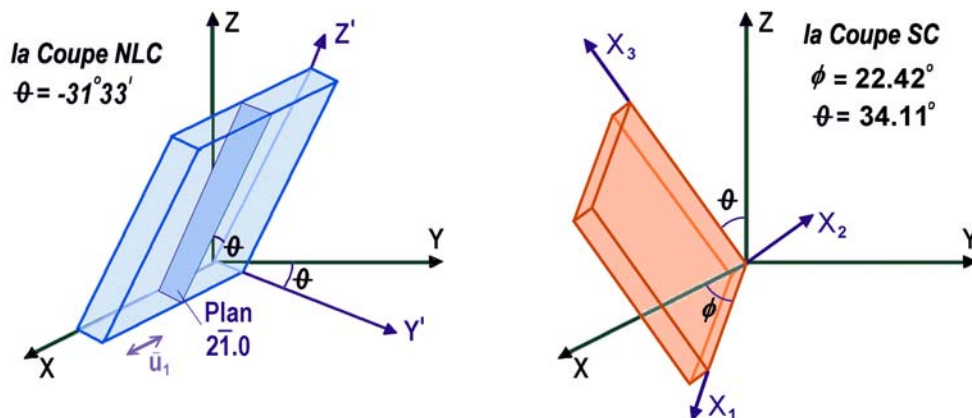


Figure 1.1. a) Coupe NLC en simple rotation ; b) Coupe SC en double rotation.

Les coupes en quartz sont soit en simple ou en double rotation. Les résonateurs à coupe en simple rotation (comme par exemple AT, BT, NLC etc.) sont plus simples à concevoir et à réaliser technologiquement, tandis que les résonateurs en double rotation (dont on remarque SC, FC, LC, IT, RT etc.) justifient leur prix plus élevé par des performances supérieures en termes de compensation aux grandeurs d'influence. Ces types de coupe énumérées ci-dessus présentent une insensibilité élevée de la fréquence par rapport aux variations des grandeurs d'influence (température, pression etc.).

Sur la figure 1 on aperçoit deux exemples de telles coupes de quartz. La première est réalisée en simple rotation autour de l'axe OX, tandis que la deuxième dessin représente une coupe en double rotation, suivant l'angle φ autour de l'axe OZ et l'angle θ autour de OX₁. Ces coupes portent le nom NLC et SC respectivement. Les coupes en simple rotation autour l'axe OX, généralement appelées Y+ θ , présentent un seul type de cisaillement (le mode C), dont la composante de vibration (u_1) est suivant l'axe OX. Les plaques en double rotation ont une symétrie triclinique par rapport à leur système d'axes X₁X₂X₃ et sont excitable sur les trois modes d'épaisseur : cisaillement lent (mode C – composante u_1), cisaillement rapide (mode B – composante u_3) et extension (mode A – composante u_2).

Pour la mesure de la force nous avons utilisé la coupe SC (*Stress Compensated*) en double rotation $\theta = 34,11^\circ$, $\varphi = \pm 22,42^\circ$ (voir Figure 1.1.b) bien connue. Les résonateurs en coupe SC peuvent opérer sur deux modes de cisaillement d'épaisseur appelés cisaillement lent mode C (*slow shear*) et respectivement cisaillement rapide mode B (*fast shear*).

L'intégrale du coefficient de sensibilité à une force diamétrale (voir le paragraphe I.7) sur le contour du résonateur est nulle pour la coupe SC. La pression hydrostatique est ainsi compensée. Le mode B est un mode thermométrique de sensibilité à la température, tandis que le mode C est compensé en température sur une plage limitée autour de 60 °C, où la dérivée de premier ordre de la caractéristique fréquence – température s'annule. Le régime thermique transitoire qui donne des non-linéarités nettes dans les coupes simple rotation (AT) est mieux compensé dans les résonateurs SC, qui possèdent un potentiel non négligeable pour la mesure précise de la température, spécialement dans les milieux où la température évolue rapidement.

Sur la Figure 1.1.a on trouve la coupe NLC (*New Linear Cut*) en simple rotation, $\theta = -31^\circ 33'$, qui a été utilisée pour la conception des résonateurs thermosensibles recherchés dans le quatrième chapitre. Cette coupe possède une composante unique de la vibration en cisaillement u_1 dans la direction x_1 .

Sans prétention d'être exhaustif, ce premier chapitre rappelle les vibrations de cisaillement en plaque plane infinie avant de discuter le résonateur à énergie piégée fonctionnant en mode d'épaisseur et le modèle de Tiersten et Stevens que nous utiliserons ultérieurement dans le troisième chapitre. Les paramètres et les facteurs d'influence des résonateurs sont ensuite énumérés et la sensibilité aux variations de température et de force discutée.

I.2 Le résonateur piézoélectrique en plaque plane-infinie

Nous allons rappeler brièvement quelques aspects relatifs à la vibration d'un résonateur piézoélectrique en plaque plane-infinie.

Les équations d'état linéaires d'un corps piézoélectrique qui donnent la contrainte mécanique T_{ij} et le déplacement électrique D_i sont :

$$\begin{aligned} T_{ij} &= c_{ijkl}^E S_{kl} - e_{mij} E_m \\ D_i &= \varepsilon_{ij}^S E_j + e_{ikl} S_{kl} \end{aligned} \quad (1.1), (1.2)$$

où E_m est le champs électrique, S_{kl} le tenseur de déformation, c_{ijkl}^E le coefficient élastique à champs constant, e_{kij} définit les coefficients piézoélectriques et ε_{ij}^S est le coefficient diélectrique sous déformation constante.

Les conditions d'équilibre suivantes de la contrainte mécanique et de la charge électrique sont:

$$\begin{aligned} T_{ij,j} &= \rho \ddot{u}_i \\ D_{i,i} &= 0 \end{aligned} \quad (1.3), (1.4)$$

La notation $q_{,j} \equiv \frac{\partial q}{\partial x_j}$ est utilisée ici pour la dérivée partielle par rapport à x_j de la quantité q , ainsi que la convention de sommation sur les indices répétés.

Dans un repère lié à la plaque les équations d'état (1,2) peuvent se réécrire:

$$\begin{aligned} T_{ij} &= c_{ijkl} u_{k,l} + e_{mij} V_{,m} \\ D_i &= -\varepsilon_{ij} V_{,j} + e_{ikl} u_{k,l} \end{aligned} \quad (1.5), (1.6)$$

où u_k sont les composantes du déplacement mécanique et V est le potentiel électrique dans la plaque. On considère que le potentiel V et le déplacement électrique D_i ne présentent des variations que dans la direction x_2 .

Dans le cas où on ne considère qu'une onde plane se propageant dans la direction x_2 de la normale à la plaque, seules les dérivées par rapport à x_2 sont non nulles. En prenant comme solutions :

$$u_i = A_i e^{j(\omega t - \eta x_2)} \quad (1.7)$$

et en reportant celles-ci dans les relations précédentes et en combinant les équations d'équilibre, on obtient un problème classique de détermination des vecteurs propres et valeurs propres d'une matrice, dite de Christoffel,

$$\left(\bar{c}_{2nr2} - \rho \frac{\omega^2}{\eta^2} \delta_{nr} \right) A_r = 0 \quad (1.8)$$

où les coefficients :

$$\bar{c}_{2nr2} = c_{2nr2} + \frac{e_{22n} e_{22r}}{\epsilon_{22}} \quad (1.9)$$

sont les coefficients "durcis" et δ_{nr} le symbole de Kronecker. On obtient les vitesses $v = \frac{\omega}{\eta}$

et les polarisations des trois ondes, correspondant aux trois modes du résonateur, en annulant le déterminant des coefficients A_r :

$$|\bar{c}_{2nr2} - \bar{c} \delta_{nr}| = 0 \quad (1.10)$$

où $\bar{c} = \rho \frac{\omega^2}{\eta^2}$ est la constante élastique associée à chaque mode. On obtient trois valeurs possibles (réelles et positives) pour $\bar{c}$, notées $\bar{c}_{(\lambda)}$ qui sont en général différentes, de sorte que dans un résonateur excité au voisinage d'une fréquence de résonance, un seul mode à une amplitude notable. Ces trois modes sont notés A, B et C dans l'ordre décroissant des valeurs propres, donc des vitesses.

Dans un résonateur piézoélectrique on peut montrer que seuls les modes de résonance impairs en x_2 peuvent être excités par le champ électrique créé par des électrodes déposées à la surface du résonateur. Dans ces conditions :

$$u_i = A_i \sin \eta x_2 e^{j\omega t}. \quad (1.11)$$

Les amplitudes A_i s'obtiennent du système d'équations (1.8).

A partir des équations (1.4) et (1.6), on obtient la relation entre le potentiel électrique V et le déplacement mécanique u_i en intégrant (1.6) :

$$V = \frac{e_{2k2}}{\epsilon_{22}} u_k + k_1 x_2 + k_2 \quad (1.12)$$

Les constantes d'intégration k_1 et k_2 dépendent des conditions aux limites électriques sur les faces du résonateur, pour $x_2 = \pm h$. En supposant que les faces de la plaque sont métallisées, on a :

$$T_{2j} = 0 \quad (1.13)$$

En tenant compte des trois valeurs de l'amplitude on peut écrire :

$$V^{(i)} = \frac{e_{2k2}}{\varepsilon_{22}} A_k^{(i)} \sin \eta x_2 + k_1^{(i)} x_2 + k_2^{(i)} \quad (1.14)$$

où $i = 1, 2, 3$.

Pour satisfaire les conditions aux limites mécaniques il faut considérer les trois solutions de l'équation (1.10). Dans ce cas il faut prendre une solution générale de la forme :

$$u_j = \sum_{i=1}^3 B^{(i)} \beta_j^{(i)} \sin \eta_i x_2 \quad \text{et} \quad (1.15)$$

$$V = \sum_{i=1}^3 \left(B^{(i)} \frac{e_{22k}}{\varepsilon_{22}} \beta_k^{(i)} \sin \eta_i x_2 + k_1^{(i)} x_2 + k_2^{(i)} \right) \quad (1.16)$$

où les facteurs β sont les rapports d'amplitudes :

$$\beta_1^{(i)} : \beta_2^{(i)} : \beta_3^{(i)} = A_1^{(i)} : A_1^{(i)} : A_1^{(i)} \quad (1.17)$$

Après la détermination des coefficients $k_1^{(i)}$ et $k_2^{(i)}$ à partir des conditions aux limites et par leur substitution dans les équations (1.15), (1.16) et (1.13) on obtient un système de trois équations qui, conformément à Zelenka [11] conduit à l'équation en fréquence suivante:

$$\left(\beta_1^{(1)} \bar{c}_{2112} \gamma \alpha^{(1)} \cos \gamma \alpha^{(1)} - \frac{e_{221}^2}{\varepsilon_{22}^S} \sin \gamma \alpha^{(1)} \right) \cdot \left(\beta_2^{(2)} \bar{c}_{2222} \gamma \alpha^{(2)} \cos \gamma \alpha^{(2)} - \frac{e_{222}^2}{\varepsilon_{22}^S} \sin \gamma \alpha^{(2)} \right) \cdot \left(\beta_3^{(3)} \bar{c}_{2332} \gamma \alpha^{(3)} \cos \gamma \alpha^{(3)} - \frac{e_{223}^2}{\varepsilon_{22}^S} \sin \gamma \alpha^{(3)} \right) = 0 \quad (1.18)$$

$$\text{où :} \quad \gamma = \omega h \quad \text{et} \quad a^{(i)} = \sqrt{\rho / c^{(i)}} \quad (1.19), (1.20)$$

L'équation (1.18) conduit à un jeu d'équations transcendantes en $j = k = 1, 2, 3$:

$$\tan 2\pi f_h^{(i)} h \sqrt{\frac{\rho}{c^{(i)}}} = 2\pi f_h^{(i)} h \sqrt{\frac{\rho}{c^{(i)}}} \frac{\bar{c}_{2jk2} \varepsilon_{22}^S}{e_{22j}^2}. \quad (1.21)$$

qui a comme solution un nombre infini de fréquences $f_n^{(i)}$ de résonance.

Le problème des vibrations d'une plaque piézoélectrique de dimensions finies a été traité par Bechmann comme un cas particulier des vibrations pures et puis a été analysé en détail par Tiersten [10]. Les vibrations en épaisseur des résonateurs piézoélectriques n'apparaissent jamais seules ; elles sont accompagnées d'autres modes par couplage élastique. Une description plus précise des vibrations d'une plaque mince piézoélectrique devrait prendre en compte la géométrie réelle du résonateur et donc utiliser un formalisme mathématique beaucoup plus complexe.

I.3 Le résonateur à énergie piégée

La forme habituelle des résonateurs vibrant en cisaillement d'épaisseur est le disque plan parallèle ou plan-convexe, avec des électrodes adhérentes circulaires, comme celui représenté sur la figure 1.2. Le résonateur est collé sur son support à l'aide d'une colle époxy conductrice qui assure la liaison électrique avec les électrodes. Les fréquences d'oscillation dépendent au premier ordre de l'épaisseur de la plaque et du type de coupe, et au second ordre de la forme du résonateur et des électrodes. La fréquence peut aussi être affectée dans une moindre mesure par le niveau d'excitation ou l'existence de contraintes mécaniques internes.

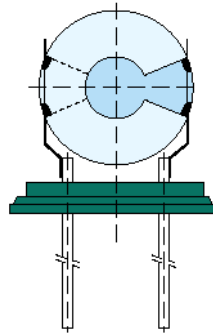


Figure 1.2. Modèle commercial de résonateur piézoélectrique en cisaillement d'épaisseur. Le disque du résonateur se trouve dans le plan local X_1X_3

Les résonateurs de haute fréquence, à coefficient de qualité élevé mettent en jeu un mécanisme qui permet de confiner la vibration au centre du résonateur. De ce fait les conditions aux limites sur les bords des résonateurs sont automatiquement satisfaites puisque la vibration y est quasiment nulle.

La première théorie analytique de ce type de résonateurs est due à Shockley, Curran et Koneval en 1963 [14]. Elle est basée sur la notion de fréquence de coupure dans le cas d'une onde qui se propagerait dans une direction parallèle à la surface de la plaque dans laquelle est réalisé le résonateur.

Si la portion de la plaque entourant la partie centrale a une fréquence de coupure supérieure à la fréquence d'excitation du résonateur, l'énergie vibratoire est essentiellement confinée dans la

partie centrale, avec une décroissance exponentielle de la distribution d'énergie en fonction de la distance par rapport au centre du résonateur. Cette décroissance exponentielle n'est pas associée à une perte d'énergie mais agit pour "piéger" l'énergie de vibration dans la région confinée au centre du résonateur.

La théorie du "piégeage de l'énergie" dans un résonateur piézoélectrique est basée sur la relation de dispersion liant la fréquence de résonance d'une plaque plane infinie aux nombres d'ondes (propagation ou atténuation) dans les deux directions x_1 et x_3 contenues dans le plan de la plaque.

Si on désigne par u le déplacement mécanique dans une plaque plane infinie, son expression générale tenant compte de sa dépendance en fonction de x_1 et x_3 est

$$u = A \sin \eta x_2 e^{-j\xi x_1} e^{-j\nu x_3} e^{j\omega t} \quad (1.22)$$

où η , ξ et ν sont les nombres d'onde suivant l'épaisseur x_2 et les directions x_1 et x_3 dans le plan de la plaque respectivement.

La relation de dispersion, lorsque les nombres d'ondes latéraux ξ et ν sont petits devant le nombre d'onde d'épaisseur η , est de la forme suivante [10] :

$$M_n \xi^2 + P_n \nu^2 + \rho \omega_n^2 = \rho \omega^2 \quad (1.23)$$

où ρ est la densité du matériau constituant le résonateur et ω la fréquence de résonance de celui-ci dans le cas unidimensionnel (lorsque aucune dépendance de l'amplitude en fonction de x_1 et x_3 n'intervient).

A l'origine, Shockley et all. avaient utilisé pour M_n et P_n , appelées constantes de dispersion, des expressions obtenues par Mindlin et Gazis, (R. D. Mindlin, D. C. Gazis, Strong resonances of rectangular AT-Cut quartz plates), dans le cas de résonateurs en quartz à simple rotation de coupe AT. La relation (1.23) constitue une approximation par une parabole des courbes de dispersion

$$\omega = f(\omega_n, \xi, \nu) \quad (1.24)$$

au voisinage de $\xi = \nu = 0$.

Il est bien sûr possible de tracer numériquement ces courbes en partant de la théorie des plaques de Mindlin et d'en tirer M_n et P_n . Tiersten et Stevens [3], ont donné une expression analytique permettant de calculer M_n et P_n dans le cas de coupes d'orientations quelconques, dites coupe à double rotation, comme les coupes SC et LD.

Les expressions complètes de M_n et P_n obtenues par Stevens et Tiersten sont assez compliquées et ne sont pas reproduites ici. Elles figurent en particulier dans la référence [5]. Il faut noter que ces

expressions sont valables quelle que soit la classe cristallographique à laquelle appartient le matériau dont est fait le résonateur, et ne se limitent donc pas au cas de la classe 32 du quartz ou de l'orthophosphate de gallium (GaPO_4).

Les constantes M_n et P_n dépendent du rang de partiel n du résonateur et de la famille de modes considérées (A, B ou C).

Comme indiqué au départ par Shockley et al [14], le principe du piégeage consiste à obtenir une onde évanesccente dans la partie externe du résonateur. Dans le cas à deux dimensions, on obtient ce résultat, si les constantes M_n ou P_n sont positives, en ayant une fréquence de résonance en plaque plane infinie de la partie centrale du résonateur inférieure à la fréquence de résonance ω_n de la partie externe. On a alors des courbes de dispersion décalées pour les deux parties du résonateur comme indiquée sur la figure 1.3.

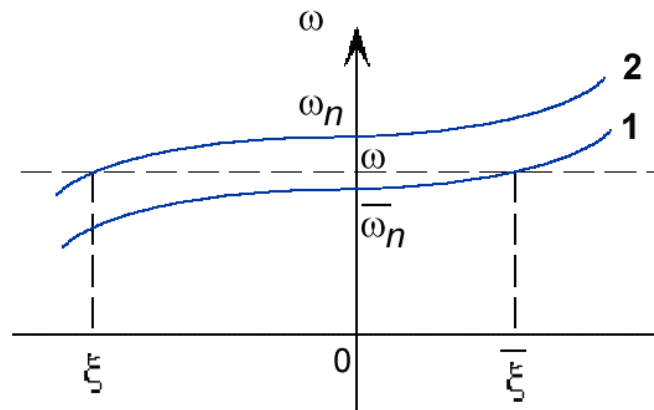


Figure 1.3. Allure des courbes de dispersion pour les deux parties du résonateur

La courbe 1 correspond à la partie centrale du résonateur et la courbe 2 à la partie externe. A la fréquence de résonance ω du résonateur on a donc un nombre d'onde $\bar{\xi}$ pour la partie centrale, $\bar{\xi}$ étant réel, et un nombre d'onde ξ imaginaire pour la partie externe. L'écart en fréquence $\bar{\omega}_n - \omega_n$ étant en pratique petit (de l'ordre de 1% en relatif), les constantes de dispersion M_n ou P_n sont les mêmes pour les deux courbes 1 et 2 qui sont donc simplement translatées.

La réalisation pratique d'un résonateur "à énergie piégée" consiste donc à obtenir un écart $\bar{\omega}_n - \omega_n$ négatif.

Cas d'un résonateur métallisé :

Les fréquences de résonance de la plaque plane infinie sont obtenues en prenant comme conditions aux limites électriques, un potentiel nul en $x_2 = \pm h$. Dans ce cas les constantes d'intégration (voir l'expression 1.12) sont:

$$k_2 = 0 \quad \text{et} \quad k_1 = -\frac{e_{2k2}u_k(+h)}{\varepsilon_{22}h} \quad (1.25)$$

si m est la masse par unité de surface des électrodes, la condition aux limites pour la contrainte est :

$$T_{2j} = \mp m\ddot{u}_j \quad \text{en} \quad x_2 = \pm h \quad (1.26)$$

En exprimant la contrainte T_{2j} avec le potentiel ci-dessus, on obtient les fréquences de résonance à partir de l'équation transcendante

$$\operatorname{tg} \eta^{(\lambda)} h = \eta^{(\lambda)} h / k_\lambda^2 \quad (1.27)$$

où :

$$k_\lambda = \frac{(e_{2k2}A_k)^2}{\varepsilon_{22}h} \quad (1.28)$$

A_k étant l'amplitude normalisée (figurant dans 1.8)

$\eta^{(\lambda)} h$ étant voisin de $n\frac{\pi}{2}$, n impair, on peut mettre les racines sous la forme approchée :

$$\eta^{(\lambda)} h = \frac{n\pi}{2} \left(1 - \frac{4k_\lambda^2}{n^2\pi^2} - \hat{R} \right) \quad (1.29)$$

où $\hat{R} = \frac{m}{\rho h}$ est le rapport entre la masse des électrodes et la masse du résonateur.

La fréquence de résonance est alors :

$$\bar{\omega}_n = \frac{n\pi}{2h} \sqrt{\frac{\bar{c}_{(\lambda)}}{\rho}} \left(1 - \frac{4k_\lambda^2}{n^2\pi^2} - \hat{R} \right) \quad (1.30)$$

Cas d'un résonateur non métallisé :

Dans ce cas on utilise la condition aux limite électrique approchée

$$D_2 = 0; \quad x_2 = \pm h \quad (1.31)$$

on a alors :

$$V_{,2} = \frac{e_{2k2}}{\varepsilon_{22}} u_{k,2} \quad (1.32)$$

et dans ce cas, la fréquence de résonance vaut :

$$\omega_n = \frac{n\pi}{2h} \sqrt{\frac{\bar{c}_{(\lambda)}}{\rho}} \quad (1.33)$$

Dans le cas des coupes en simple rotation $Y+\theta$ (comme par exemple la coupe NLC dans la Figure 1.1.a) le coefficient élastique $\bar{c}_{(\lambda)}$ est donné par :

$$\bar{c}_{(\lambda)} = \bar{c}_{66} \cos^2 \theta + \bar{c}_{44} \sin^2 \theta - \bar{c}_{14} \sin 2\theta. \quad (1.34)$$

Le rang de partiel

Sur la figure 1.4 la vue en coupe d'un résonateur est schématiquement représentée. Dans le premier cas la vibration est en mode fondamental (partiel 1) en cisaillement d'épaisseur et dans le deuxième cas la vibration comporte trois demi-longueurs d'onde, donc en rang de partiel 3. Il est à remarquer que les partiels pairs ne sont pas électriquement excitables. La limite technologique de la fréquence que l'on peut obtenir en mode fondamental pour les résonateurs faits par usinage mécanique classique se situe à environ 40 MHz ; pour atteindre des fréquences plus élevées (de l'ordre du GHz) on fait appel aux rangs de partiels supérieurs ou on réduit l'épaisseur par des procédés microtechniques (résonateurs type « mésa inversé »).

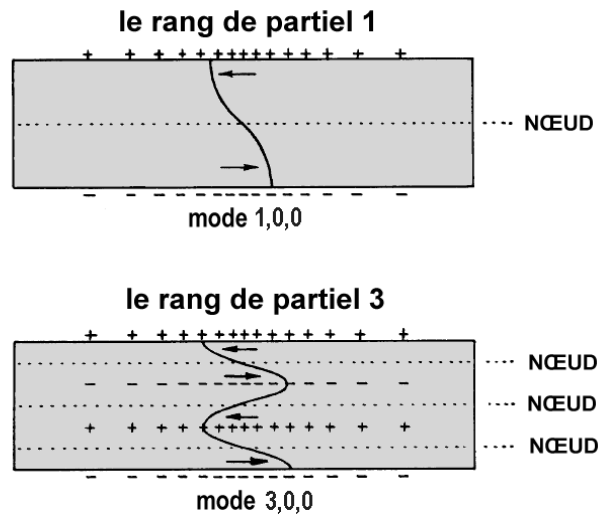


Figure 1.4. Section dans un résonateur, amplitudes de cisaillement : a) du mode fondamental et b) du mode en partiel trois.

Les lignes courbes sur la figure représentent l'amplitude de vibration (en pratique ayant valeurs de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres) suivant l'épaisseur du résonateur (direction X_2). Du fait de l'abaissement de la fréquence de résonance de la partie centrale du résonateur, due à la présence des électrodes massives ou à la surépaisseur dans cette zone la vibration est confinée (piégée) au centre du résonateur, les charges électriques étant recueillies par les électrodes. Outre les modes métrologiques illustrés sur la figure, il y existe une série infinie de modes secondaires dits anharmoniques, dont l'amplitude est normalement plus basse. Dans le cas des modes anharmoniques, à la surface du résonateur il existe des régions où les amplitudes sont en opposition de phase. Une mise en évidence des modes anharmoniques sera faite au cours des sous-chapitres I.4 et III.2. Les modes anharmoniques sont codifiés à l'aide de trois chiffres : rang du partiel n et nombres de nœuds suivant x_1 et x_3 .

Tous les résonateurs de coupe SC étudiés en détail dans le troisième chapitre ont été conçus pour fonctionner sur le rang de partiel trois ($n = 3$).

Moyens pour obtenir le piégeage

Les modes piégés sont préférés car les pertes causées par l'encastrement ou les réflexions des ondes sur les bords du résonateur sont nulles. Ainsi, la stabilité et le facteur de qualité sont améliorés. Le piégeage de la vibration est obtenu par les moyens suivants :

- a) le piégeage par surépaisseur (résonateur "mesa"). L'amincissement de la partie externe peut être faite mécaniquement ou par usinage chimique avec masquage de la partie centrale. Si la diminution d'épaisseur est faible, cette solution est envisageable (cas des résonateurs à des fréquences supérieures à 20 MHz en mode fondamental).
- b) le résonateur plan-convexe. Cette solution d'usinage aminci la partie externe du résonateur du résonateur en réalisant une face convexe. Cette solution convient pour les résonateurs de fréquence inférieure à 20 MHz.
- c) le piégeage par effet de masse des électrodes ("mass-loading"). Aux fréquences élevées, on peut jouer sur le paramètre $\hat{R}$. Seule la partie centrale du résonateur, réalisée dans une lame à faces parallèles, est métallisée. Le piégeage peut aussi se faire par le champ électrique concentré dans la partie centrale dans le cas de résonateurs à très haute fréquence (>100 MHz).

I.4 Détermination de la distribution d'amplitude à l'aide de la théorie de Stevens et Tiersten

L'analyse des modes de vibration en cisaillement dans les résonateurs plan-convexes est assez difficile et il n'existe pas de formalisme mathématique simple pour décrire les fréquences ou l'allure des modes harmoniques et anharmoniques en fonction des paramètres constructifs du résonateur. Stevens et Tiersten [10] ont donné une analyse asymptotique des résonateurs plan-convexes en double rotation.

Stevens et Tiersten ont comparé les résultats prédits pour le mode C de la coupe SC, et ont trouvé une très bonne concordance avec les valeurs mesurées. E.EerNisse [5] et B.K.Sinha [9] ont repris la théorie et ont développé les équations pour les modes A et B en ré-écrivant explicitement les équations pour les modes A et B

L'analyse part de l'expression de l'équation différentielle du mouvement, exprimée en termes des trois composantes du déplacement mécaniques. La relation de dispersion fréquence - nombres d'onde est réduite à une équation asymptotique dans les conditions où le mode de vibration ne présente que de petites variations transversales. L'équation différentielle donnant la répartition de l'amplitude de vibration en fonction des coordonnées dans le plan du résonateur est ensuite reconstruite à partir de la relation de dispersion (1.23).

La figure ci-dessous représente un résonateur piézoélectrique plan-convexe (*contoured resonator*) ; un mode anharmonique de vibration y est représenté schématiquement. Le système d'axes X_1 et X_3 est associé à la coupe et les coordonnées locales X'_1 et X'_3 sont associées à la famille des modes de vibration. Le second système (X') est tourné de l'angle de rotation ψ par rapport au premier système (X). Les axes X_2 et X'_2 coïncident.

Dans notre cas, à partir du système d'équations (8) et en considérant le système des trois vecteurs propres $\nu_C^{(j)}$, $j = 1,2,3$, qui sont les solutions de cette équation, on construit la matrice de transformations orthogonales Q_{ir} .

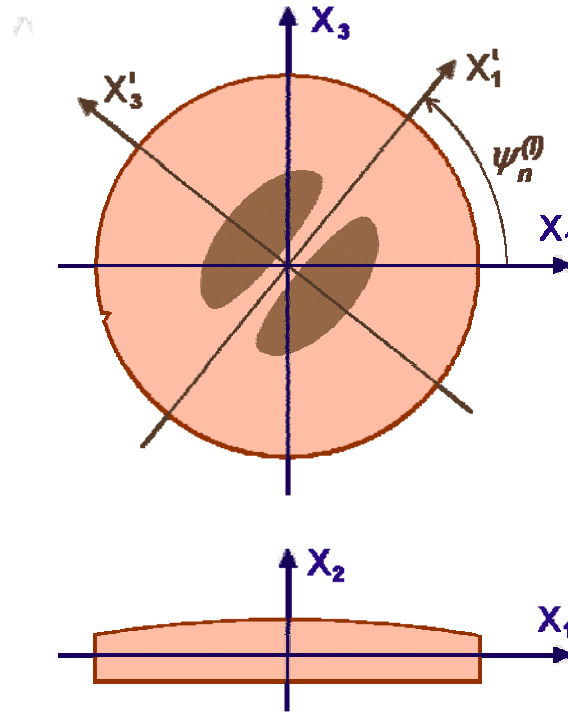


Figure 1.5. Systèmes locaux d'axes : du résonateur et du mode de vibration.

Les composantes $\hat{u}_r$ de la vibration, exprimées dans le système des coordonnées locales du résonateur, peuvent être écrites en fonction des composantes u_i des vecteurs propres utilisant la matrice Q_{ir} .

$$u_i = Q_{ir} \hat{u}_r, \quad \hat{u}_r = Q_{ir} u_i \quad (1.35)$$

$$Q = \begin{bmatrix} A_1^{(1)} & A_2^{(1)} & A_3^{(1)} \\ A_1^{(2)} & A_2^{(2)} & A_3^{(2)} \\ A_1^{(3)} & A_2^{(3)} & A_3^{(3)} \end{bmatrix} \quad (1.36)$$

Dans l'analyse asymptotique présentée par Stevens et Tiersten, les équations de mouvement sont transformées à l'aide de la matrice Q_{ir} . Les constantes élastiques données par la relation (1.9) sont alors remplacées par de nouvelles constantes:

$$c_{aij2} = Q_{jn} Q_{ir} \hat{c}_{arn2} \quad \text{et} \quad c_{aijb} = Q_{jn} Q_{ir} \hat{c}_{arnb} \quad (c_{aijb} = c_{bija}) \quad (1.37)$$

où a et b prennent les valeurs 1 ou 3.

Si on désigne par u_1 la composante majoritaire du déplacement mécanique pour le mode considéré (qui peut être choisi arbitrairement), on pourra obtenir les constantes de dispersion du

mode voulu, A, B ou C, en utilisant la matrice Q adéquate. On définit les rapports suivants qui servent à exprimer les constantes de dispersion $M_n^{(i)}$, $P_n^{(i)}$ et $Q_n^{(i)}$:

$$r_{12} = \frac{c_{12} + c_{66}}{\bar{c}_{(1)} - \bar{c}_{(2)}}, \quad r_{13} = \frac{c_{36} + c_{57}}{\bar{c}_{(1)} - \bar{c}_{(3)}}, \quad r_{14} = \frac{c_{52} + c_{76}}{\bar{c}_{(1)} - \bar{c}_{(2)}}, \quad r_{13} = \frac{c_{17} + c_{86}}{\bar{c}_{(1)} - \bar{c}_{(3)}}$$

et
$$\kappa_{12} = \sqrt{\bar{c}_{(1)}/\bar{c}_{(2)}}, \quad \kappa_{13} = \sqrt{\bar{c}_{(1)}/\bar{c}_{(3)}}. \quad (1.38)$$

Les formules des constantes de dispersion sont assez lourdes, par exemple $M_n^{(1)}$ est de la forme :

$$M_n^{(1)} = c_{11} - \frac{c_{16}^2}{\bar{c}_{(1)}} + r_{12}(c_{12} + c_{66}) + r_{15}(c_{17} + c_{86}) + \frac{4(r_{12}\bar{c}_{(1)} - c_{66})(r_{12}\bar{c}_{(2)} + c_{12})}{\bar{c}_{(2)}\kappa_{12}n\pi} \cot(\kappa_{12} \frac{n\pi}{2})$$

$$+ \frac{4(r_{15}\bar{c}_{(1)} - c_{86})(r_{15}\bar{c}_{(3)} + c_{17})}{\bar{c}_{(3)}\kappa_{13}n\pi} \cot(\kappa_{13} \frac{n\pi}{2}) \quad (1.39)$$

La relation de dispersion

$$\rho\omega^2 = \rho\omega_n^2 + M_n\xi^2 + Q_n\xi\nu + P_n\nu^2 \quad (1.40)$$

correspond à une équation aux dérivées partielles qui n'est pas à variables séparées.

Pour avoir une équation scalaire du mouvement à variables séparées, donc plus simple à résoudre, on fait une rotation plane autour de la normale au résonateur d'un angle :

$$\psi_n^{(1)} = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{-Q_n^{(1)}}{M_n^{(1)} - P_n^{(1)}}\right) \quad (1.41)$$

Les constantes de dispersion dans ce système d'axes sont :

$$M_n'^{(1)} = M_n^{(1)} \cos^2 \psi_n^{(1)} - Q_n^{(1)} \cos \psi_n^{(1)} \sin \psi_n^{(1)} + P_n^{(1)} \sin^2 \psi_n^{(1)} \quad (1.42a)$$

$$P_n'^{(1)} = M_n^{(1)} \sin^2 \psi_n^{(1)} + Q_n^{(1)} \cos \psi_n^{(1)} \sin \psi_n^{(1)} + P_n^{(1)} \cos^2 \psi_n^{(1)} \quad (1.42b)$$

Finalement, la solution de l'expression de l'amplitude normalisée de la vibration pour un résonateur plan convexe de rayon de courbure R est donnée par la théorie de Stevens et Tiersten en termes de polynômes d'Hermite. Cette expression sera utilisée au troisième chapitre:

$$u_{nmp}^{(i)}(x'_1, x'_3, x_2) = H_m\left(\sqrt{\alpha_n^{(i)}} x'_1\right) \cdot H_p\left(\sqrt{\beta_n^{(i)}} x'_3\right) \cdot \sin \frac{n\pi x_2}{2h} \cdot e^{-\frac{\alpha_n^{(i)} x_1'^2 + \beta_n^{(i)} x_3'^2}{2}} \quad (1.43)$$

où:

$i = B$ ou C représente la famille des modes de cisaillement B ou C (nous ne nous intéressons pas au mode A) ;

$n = 1, 3, 5, \dots$ représente le rang du partiel; dans notre cas $n = 3$;

les paramètres m et p décrivent le mode de vibration par le nombre de nœuds suivant les axes X'_1 et X'_3 respectivement;

H_n, H_p sont des polynômes d'Hermite ($H_0(x) = 1, H_1(x) = 2x, H_2(x) = 4x^2 - 2$ etc.)

x'_1, x'_3 sont les coordonnées locales du mode de vibration, tournées de l'angle $\psi_n^{(i)}$ par rapport au système d'axes de la coupe (X_1, X_3);

$2h$ est l'épaisseur maximum du résonateur;

$\alpha_n^{(i)}$ et $\beta_n^{(i)}$ sont des constantes qui définissent l'allure du mode de vibration ($\hat{c}^{(i)}$ est liée à $\bar{c}_{(i)}$, valeur propre de (1.10) et prend en compte la masse des électrodes):

$$\alpha_n^{(i)} = \sqrt{\frac{n^2 \pi^2 \hat{c}^{(i)}}{8Rh^3 M_n^{(i)}}}, \quad \beta_n^{(i)} = \sqrt{\frac{n^2 \pi^2 \hat{c}^{(i)}}{8Rh^3 P_n^{(i)}}}; \quad (1.44)$$

R est le rayon de courbure de la face convexe;

$M_n^{(i)}, P_n^{(i)}$ sont les constantes de dispersion qui dépendent du type de coupe, du partiel n et de la famille de modes i (B ou C dans ce cas).

La fréquence angulaire de résonance du mode est:

$$\omega_{nmp}^{(i)} \cong \frac{n\pi}{2h} \sqrt{\frac{\bar{c}^{(i)}}{\rho}} \times \sqrt{1 + \frac{2h}{n^2 \pi^2 R \bar{c}^{(i)}} \left[(2m+1) \sqrt{M_n^{(i)}} + (2p+1) \sqrt{P_n^{(i)}} \right]} \quad (1.45)$$

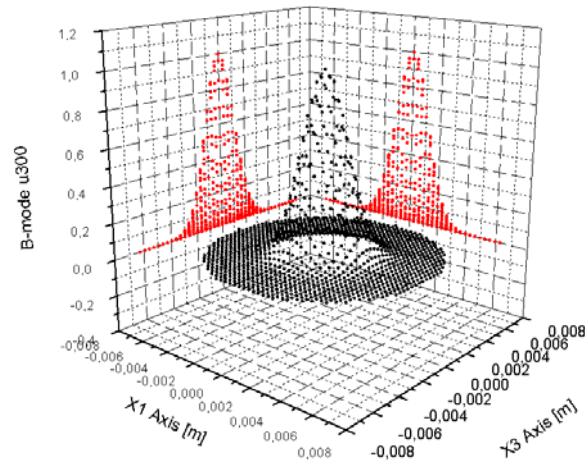
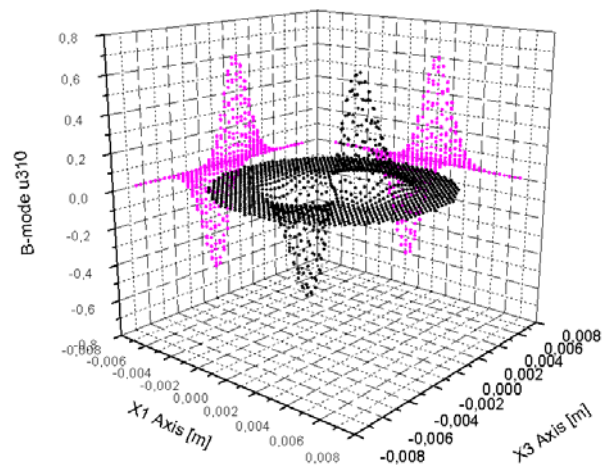
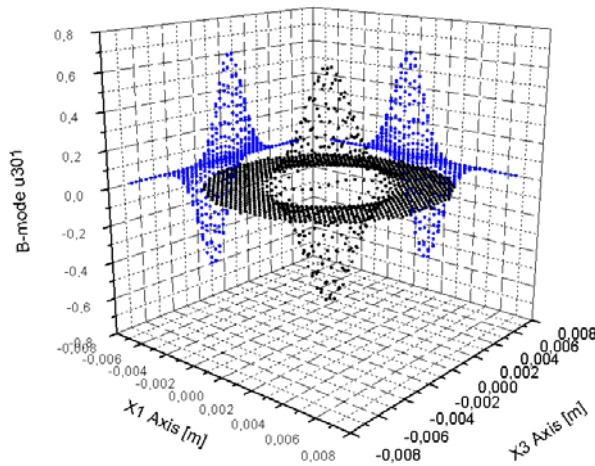
Dans la littérature [2] les constantes M_n, P_n et l'angle de rotation $\psi_n^{(i)}$ ont été déterminés théoriquement et expérimentalement. Dans notre cas, pour le rang de partiel 3, on a retenu les valeurs suivantes obtenues expérimentalement:

$$\text{Mode B: } M_3^{(1)} = 74 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2; \quad P_3^{(1)} = 38 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2; \quad \psi_3^{(B)} = 43^\circ.$$

$$\text{Mode C: } M_3^{(3)} = 57 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2; \quad P_3^{(3)} = 67 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2; \quad \psi_3^{(3)} = 48^\circ.$$

Sur les figures suivantes on a représenté quelques tracés de distribution de l'amplitude de vibration dans le système d'axes du résonateur (X_1, X_3), à partir des formules théoriques (1.43) et des constantes expérimentales énoncées ci-dessus. Pour cela, on a fait les changements de coordonnées entre (X_1, X_3) et (X'_1, X'_3) selon l'angle $\psi_n^{(i)}$:

$$\begin{aligned} x'_1 &= x_1 \cos \psi_n^{(i)} + x_3 \sin \psi_n^{(i)} \\ x'_3 &= -x_1 \sin \psi_n^{(i)} + x_3 \cos \psi_n^{(i)} \end{aligned} \quad (1.46)$$

Figure 1.6. Mode B, distribution du mode principal u_{300} Figures 1.7, 1.8. Mode B, distribution des modes anharmoniques u_{301} et u_{310} respectivement.Représentation dans le système d'axes (X_1 , X_3)

I.5 Paramètres et facteurs d'influence des résonateurs fonctionnant en mode d'épaisseur

La fréquence de vibration des résonateurs piézo-électriques dépend d'un certain nombre de paramètres constructifs, dont en particulier le type de matériau, les angles de coupe, les dimensions du résonateur et des électrodes, le type et le rang de partiel du mode de vibration

envisagé. La fréquence dépend aussi du niveau électrique d'excitation du résonateur, de la température, de la direction et de l'intensité des efforts mécaniques extérieurs appliqués au résonateur (Influence des contraintes statiques sur la fréquence).

Ce dernier effet a été en particulier abordé par J. Ratajski [8] qui s'est intéressé spécialement à la sensibilité à une force diamétrale des résonateurs de coupe AT et qui a défini deux coefficients de sensibilité qui ont été ultérieurement repris dans la littérature spécialisée. Les paramètres qui décrivent la sensibilité à la force du résonateur sont les suivants :

- o géométrie et dimensions du résonateur sous forme de disque : diamètre D et épaisseur $2h$,
- o direction de la force appliquée : angle d'azimut ψ_a ;
- o fréquence f_0 du mode fondamental;
- o ordre n du rang de partiel fréquence d'opération f ;
- o un facteur sans dimension qui dépend de l'encastrement du résonateur - η .

Le diamètre D et l'épaisseur $2h$ sont parmi paramètres qui caractérisent la fréquence d'oscillation et la sensibilité à la force les plus importants. L'épaisseur $2h$ du résonateur impose la valeur de la fréquence fondamentale d'oscillation du résonateur, f_0 . Le produit suivant est constant pour les résonateurs sous forme de disque plan-parallèle ou plan-convexe ayant le rayon de courbure R très grand:

$$f_0 \cdot 2h \cong \text{const} , \quad (1.47)$$

Par exemple, pour la coupe SC cette constante est égale à 1797 MHz· μm .

La forme et l'épaisseur des électrodes influencent la fréquence d'une manière secondaire.

Des fréquences d'oscillation élevées sont obtenues en réduisant l'épaisseur du résonateur. Lorsque les dimensions deviennent trop petites, la solution est de faire fonctionner le résonateur sur un harmonique n impair (les seuls excitablement électriquement):

$$f = n \cdot f_0 . \quad (1.48)$$

La fréquence d'un résonateur en mode d'épaisseur est sensible non seulement aux contraintes mécaniques mais aussi aux gradients de température présents dans la zone vibrante. Des orientations cristallines différentes conduisent à des caractéristiques fréquence – température et fréquence – contraintes différentes. Un résonateur stable demande une coupe compensée en température et insensible aux contraintes, tandis qu'un capteur de température ou de force sera

fait dans une coupe qui offre le plus de sensibilité à la grandeur à mesurer. Une fois l'orientation cristalline choisie, l'étape de conception se concentre vers l'optimisation du rayon de courbure pour améliorer le piégeage, maximiser le facteur de qualité Q , et éliminer les modes non souhaitables qui pourraient produire des couplages de type *activity-dip*.

I.6 Sensibilité à la température des résonateurs

Comme on peut le voir d'après l'expression simplifiée (1.33), la fréquence du résonateur dépend de l'épaisseur $2h$, de la densité ρ et du coefficient élastique $\bar{c}_{(\lambda)}$. Ces paramètres dépendent tous de la température, mais l'effet principal vient du coefficient $\bar{c}_{(\lambda)}$, donné par l'expression (1.34) pour une coupe à simple rotation. Dans une première approximation on peut considérer que la dépendance en fonction de la température de chacun des paramètres est linéaire. En prenant le logarithme de l'expression de la fréquence,

$$\log f_n = \log\left(\frac{n}{2}\right) - \log(2h) + \frac{1}{2} \log \bar{c}_{(\lambda)} - \frac{1}{2} \log \rho \quad (1.49)$$

et, en calculant ensuite la dérivée par rapport à la température, on obtient le coefficient de température de la fréquence (TCF) de premier ordre :

$$T_{f1} = \frac{1}{f_n} \frac{df_n}{dT} = -\frac{1}{2h} \frac{d(2h)}{dT} + \frac{1}{2} \frac{1}{\bar{c}_{(\lambda)}} \frac{d\bar{c}_{(\lambda)}}{dT} - \frac{1}{2} \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dT} \quad (1.50)$$

Une discussion détaillée sur ce sujet peut être trouvée dans les références [15] à [18], où les TCFs d'ordres supérieurs sont calculés en fonction des dérivées par rapport à la température de la densité du quartz, des coefficients de dilatation et des constantes élastiques de raideur.

Le coefficient de température de la densité est indépendant de l'orientation du résonateur:

$$\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dT} = -\frac{1}{x} \frac{dx}{dT} - \frac{1}{y} \frac{dy}{dT} - \frac{1}{z} \frac{dz}{dT} = -(2\alpha_1 - \alpha_3) = -36 \text{ ppm}/^\circ\text{C}. \quad (1.51)$$

Le coefficient de dilatation de l'épaisseur $2h$ d'une coupe Y+ θ est :

$$\frac{1}{2h} \frac{d(2h)}{dT} = \alpha_1 \cos^2 \theta + \alpha_3 \sin^2 \theta \quad (1.52)$$

où $\alpha_1 = \alpha_2 = 14,3 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ et $\alpha_3 = 7,8 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ sont les coefficients de dilatation.

Le coefficient de température de la constante élastique de propagation,

$$\frac{1}{\bar{c}_{(\lambda)}} \frac{d\bar{c}_{(\lambda)}}{dT} = \frac{1}{\bar{c}_{(\lambda)}} \left(\bar{c}_{66} T_{\bar{c}_{66}} \cos^2 \theta + \bar{c}_{44} T_{\bar{c}_{44}} \sin^2 \theta - \bar{c}_{14} T_{\bar{c}_{14}} \sin 2\theta \right), \quad (1.53)$$

dépend des coefficients thermiques des constantes élastiques du quartz [15] : $T_{\bar{c}_{66}} = +164 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$, $T_{\bar{c}_{44}} = -166 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$, $T_{\bar{c}_{14}} = -90 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$.

La caractéristique fréquence température habituelle des résonateurs, a été formulée par Bechmann [17] sous une forme d'une loi cubique:

$$f_n(T) = f_{n0} \left[1 + \sum_{i=1}^3 T_{fi} (T - T_0)^i \right] \quad (1.54)$$

où
$$T_{fi} = \frac{1}{n!} \frac{1}{f_{n0}} \left(\frac{\partial^i f_n}{\partial T^i} \right)_{T=T_0} . \quad (1.55)$$

Les trois TCFs T_{fi} ($i=1..3$) dépendent de la coupe. Ils sont définis autour d'une température T_0 dite de référence. Dans la littérature la valeur T_0 prise est couramment de 25°C .

Dans le paragraphe IV.1 les applications des résonateurs thermosensibles pour la mesure de la température seront discutées. La coupe LC, en double rotation, a des TCFs du second et du troisième ordre quasiment nuls. Elle est connue comme la coupe thermométrique « linéaire ». Par contre, les coupes compensées en température (AT, ou SC pour le mode C, par exemple) conçues pour les oscillateurs stables présentent une dérivée de premier ordre nulle ou très petite sur la plage de température où ils fonctionnent

On peut donner quelques coefficients de température de coupes thermosensibles (valeurs valables à la température ambiante) : LC (35,4 ppm/K), Y (90 ppm/K), AC (20 ppm/K), NLSC (14 ppm/K), SC (-25,5 ppm/K pour le mode B), NLC (41 ppm/°K).

La formule (1.54) est une expression simplifiée, statique ; en fait les caractéristiques fréquence température des résonateurs ont un comportement dynamique, explicable par la théorie non-linéaire de l'élasticité. La fréquence dépend donc aussi de la vitesse de changement et des

gradients de température. Cela a été le sujet d'une large série d'articles, car ce comportement thermique influence finalement la stabilité des oscillateurs de haute précision. Un moyen simple pour étendre l'expression (1.54) est d'ajouter des termes contenant les dérivées temporelles de la température :

$$f_n(T) = f_{n0} \left[1 + T_{f1} \Delta T + T_{f2} (\Delta T)^2 + T_{f3} (\Delta T)^3 + \tilde{T}_{f1} \frac{dT}{dt} + \tilde{T}_{f2} \frac{d^2 T}{dt^2} + \dots \right]. \quad (1.56)$$

Les coefficients $\tilde{T}_{f1}$ et $\tilde{T}_{f2}$ sont des TCF dits dynamiques. Ils dépendent de plusieurs paramètres du résonateur comme les distributions des gradients thermiques latéraux et d'épaisseur, la conductivité thermique des électrodes et des supports etc., mais sont constants pour un type de résonateur donné.

La composante dynamique apporte une hystérésis dans la caractéristique fréquence-température, et pour les oscillateurs thermostatés c'est une source de fluctuations qui limite la stabilité. Il existe des coupes en double rotation qui sont compensées par rapport aux variations dynamiques de température où les TCF dynamiques sont nuls et pour lesquels la première relation (54) est valable, comme c'est le cas pour la coupe SC.

Grâce au bruit de fréquence très faible des oscillateurs piézo-électriques qui peut être inférieur à 1.10^{-12} Hz et aux sensibilités d'environ 50 ppm/K, la limite théorique de résolution en température des résonateurs se trouve entre 10 et 100 nanoK, valeur qui ne peut être atteinte par d'autres types de capteurs, avec une plage de mesure qui peut s'étendre sur plusieurs centaines de degrés. Des applications de haute précision sont envisageables dans la calorimétrie de précision.

En [13] on trouve une application dérivée, où des microrésonateurs thermosensibles opérant à 160 MHz et couverts d'une couche absorbante mesurent le rayonnement infrarouge. Les performances rapportées pour ces capteurs s'approchent de celles des capteurs pyroélectriques.

I.7 Sensibilité à une force statique et coefficients caractéristiques

Suite à des expériences [8], il est établi que la variation de la fréquence Δf est linéairement proportionnelle à la force appliquée jusqu'à 95% de la limite de rupture du quartz. Pour chaque type de résonateur de forme circulaire et pour une direction d'application de la force donnée, le rapport suivant est constant:

$$S_F = \frac{\Delta f}{\Delta F} = \text{const.} \quad \left[\frac{\text{Hz}}{\text{N}} \right], \quad (1.57)$$

où nous avons noté par F la force diamétrale en compression. La même formule est valable pour une force en extension, sauf que Δf aura un signe opposé.

La sensibilité à la force S_F dépend de l'azimut ψ_a de la force appliquée $\vec{F}$, voir figure 9.

Pour prendre en compte la dépendance de la fréquence par rapport à une contrainte diamétrale (dans le plan x_1x_3), on peut ajouter les deux termes suivants dans l'expression (56) ci-dessus:

$$\dots + D_{11}\Delta T_{11} + D_{33}\Delta T_{33} \quad (1.58)$$

où D_{11} et D_{33} sont les coefficients de contrainte planaire de la fréquence et T_{ij} sont les contraintes au centre du résonateur.

Mingins a montré que la variation de la fréquence Δf due à la force appliquée est proportionnelle au carré de la fréquence fondamentale f_0 . Dans le cas d'opération sur un partiel n :

$$S_F \approx f \cdot f_0 \quad (1.59)$$

$$S_F \approx n \cdot f_0^2 \quad (1.60)$$

La sensibilité à la force est inversement proportionnelle au diamètre D du résonateur:

$$S_F \approx 1/D \quad (1.61)$$

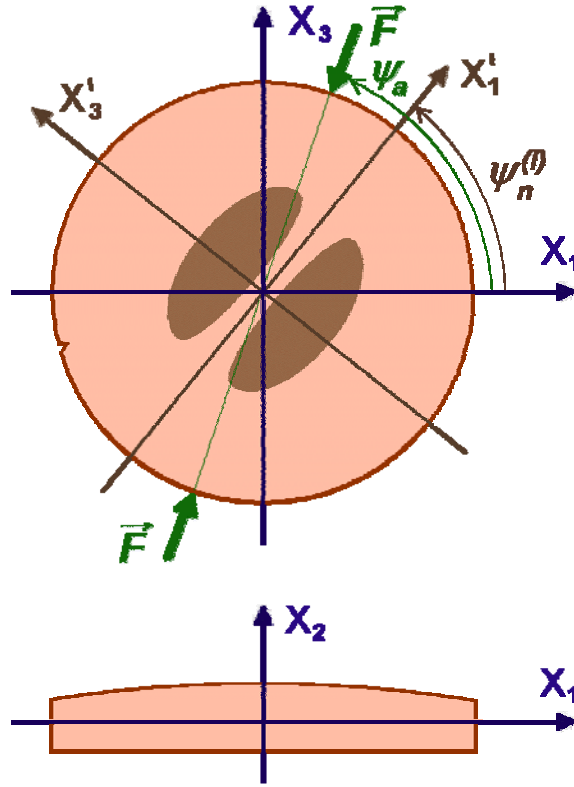


Figure 1.9. Résonateur soumis à une force en compression suivant l'azimut ψ_a . X_1X_3 système d'axes du résonateur ; $X'_1X'_3$ système d'axes du mode.

En combinant les relations ci dessus il résulte l'expression générale de la sensibilité à la force :

$$S_F = K_f(\psi_a) \cdot \eta \cdot \frac{f^2}{nD}, \quad (1.62)$$

où $\eta \leq 1$ est un facteur sans dimensions lié à l'influence du support d'encastrement du résonateur et qui dans une première approximation peut être pris égal à l'unité. De cette relation on tire l'expression du coefficient de sensibilité à la force:

$$K_f(\psi_a) = \frac{1}{F} \cdot \frac{\Delta f}{f} \cdot \frac{n \cdot D}{f} \quad \left[\frac{\text{m}}{\text{Hz} \cdot \text{N}} \right] \text{ ou } \left[\frac{\text{ppm} \cdot \text{m}}{\text{Hz} \cdot \text{N}} \right] \quad (1.63)$$

qui est normalisé par rapport au diamètre D et à la fréquence f du résonateur. Le coefficient K_f dépend seulement des constantes du matériau, de la coupe (angles θ et φ) et de l'angle d'application de la force ψ_a . Dans le cas du quartz la température n'influence que très peu la sensibilité à la force S_F .

CHAPITRE II.

La topographie aux rayons X. Méthodes expérimentales de caractérisation des résonateurs.

CHAPITRE II.

La topographie aux rayons X. Méthodes expérimentales de caractérisation des résonateurs.

II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré aux méthodes expérimentales d'investigations des résonateurs. Il commence par un rappel de la structure cristalline et du cas particulier du quartz, avant d'aborder la partie qui décrit la topographie par diffraction de rayons X. Les lois de la diffraction, la construction d'Ewald, les principaux types de topographies (de Lang, Berg-Barett, SID, Laue) et les étapes d'une topographie sont présentés, avec quelques exemples. Ensuite, le schéma équivalent du résonateur, ses paramètres et le réseau en π de mesure sont présentés. La partie électronique et logicielle de caractérisation des résonateurs finit ce chapitre descriptif.

II.2 La structure cristalline

Du point de vue macroscopique, l'état solide est caractérisé par l'existence de forces d'interaction entre les particules (atomes, ions, molécules). L'état solide peut être divisé en état amorphe, mésomorphe (paracristallin) et cristallin. Parmi ceulles-ci, l'état cristallin est caractérisé par une géométrie régulière des corps et une disposition périodique des atomes composants selon les trois directions spatiales, c'est à dire qu'ils présentent une symétrie extérieure et une symétrie cristalline. L'existence des éléments de symétrie fait que les propriétés physiques des corps cristallins ont une anisotropie prononcée, leur propriétés physiques étant différentes selon les direction. Les matériaux piézo-électriques sont anisotropes. Il est à remarquer que dans un cristal il existe des directions appelées équivalentes où les propriétés

physiques restent les mêmes. C'est le cas du quartz qui est le plus connu des matériaux piézoélectriques.

II.2.1 Réseaux cristallins

Les systèmes cristallins tridimensionnels sont caractérisés à l'aide de six paramètres: trois vecteurs fondamentaux a_1, a_2, a_3 et leur angles $\alpha_{12}, \alpha_{23}, \alpha_{31}$, qui définissent un parallélépipède appelé maille. En fonction des angles et des longueurs des vecteurs, il existe une classification en sept systèmes cristallins

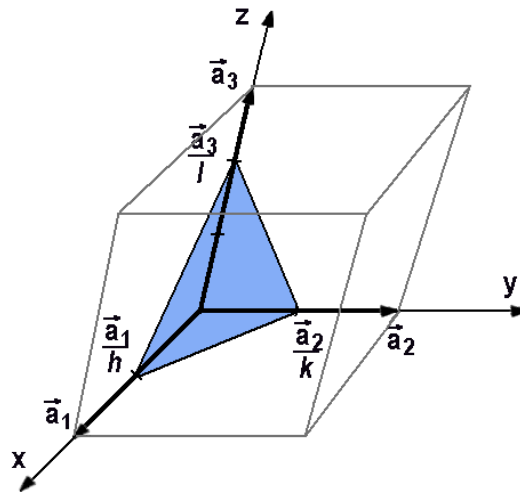
1. système triclinique ($a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha_{12} \neq \alpha_{23} \neq \alpha_{31}$);
2. système monoclinique ($a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha_{12} \neq \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$);
3. système orthorhombique ($a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$);
4. système quadratique ($a_1 = a_2 \neq a_3, \alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$);
5. système rhomboédrique ou trigonal ($a_1 = a_2 = a_3, \alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} \neq 90^\circ$);
6. système hexagonal ($a_1 = a_2 \neq a_3, \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ, \alpha_{12} = 120^\circ$);
7. système cubique ($a_1 = a_2 = a_3, \alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$).

Dans le cadre de ces sept systèmes cristallins il existe un nombre de 32 classes cristallographiques dont 20 présentent des propriétés piézo-électriques, mais seul un nombre réduit correspond à des cristaux faisant l'objet d'applications pratiques.

Un plan cristallin est déterminé par trois nœuds du réseau cristallin. Pour la caractérisation de ce plan, trois nombres premiers entre eux p, q et r sont utilisés, qui sont dans les rapports $p:q:r = s_1:s_2:s_3$, où s_1, s_2, s_3 sont trois nombres rationnels dont le rapport caractérise l'orientation du plan par rapport aux axes du repère cristallographique.

En cristallographie on travaille avec les indices de Miller qui représentent les entiers inverses aux paramètres p, q et r . Ils se notent h, k et l et sont tels que :

$$h:k:l = \frac{1}{p} : \frac{1}{q} : \frac{1}{r} \quad (2.1)$$

Figure 2.1. Cellule élémentaire et plan (hkl)

L'équation du plan sur la figure 2.1 est: $hx + ky + lz = 1$ (2.2)

Les indices de Miller négatifs correspondent à l'intersection de la partie négative des axes de coordonnées avec le plan et ils se notent avec le signe moins au dessus du chiffre (ex. $1\bar{2}\bar{2}$). Les indices de Miller nuls signifient que la famille de plans est parallèle à l'axe correspondant (ex. $10\bar{2}$). Dans l'exemple de la figure 2.1, les indices de Miller sont: $(3\bar{3}4)$.

II.2.2 Réseaux réciproques

Dans les calculs de cristallographie on utilise le concept mathématique de réseau réciproque – qui n'a pas en fait de réalité physique.

Le réseau réciproque se construit à partir des trois vecteurs fondamentaux $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ et $\vec{a}_3$ et du volume de la maille élémentaire $\Omega = \vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)$ (2.3)

On définit les vecteurs:

$$\vec{a}_1^* = \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\Omega} \quad (2.4)$$

$$\vec{a}_2^* = \frac{\vec{a}_3 \times \vec{a}_1}{\Omega} \quad (2.5)$$

$$\vec{a}_3^* = \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{\Omega} \quad (2.6)$$

On observe que $\vec{a}_i \cdot \vec{a}_j^* = \delta_{ij}$ et il peut se démontrer très facilement que les modules $|\vec{a}_j^*|$ ont la dimension de l'inverse d'une longueur. L'espace où les vecteurs $\vec{a}_1^*$, $\vec{a}_2^*$ et $\vec{a}_3^*$ sont définis s'appelle l'espace réciproque (Fourier). Le réseau réciproque s'obtient en construisant le système de points définis par le vecteur :

$$\vec{K}^* = g_1 \vec{a}_1^* + g_2 \vec{a}_2^* + g_3 \vec{a}_3^* \quad , \quad g_1, g_2, g_3 \in \mathbb{Z} \quad (2.7)$$

à condition que les vecteurs $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ et $\vec{a}_3$ définissent une maille primitive.

En utilisant les vecteurs du réseau réciproque, on peut aisément calculer la distance entre divers plans cristallins parallèles entre eux, définis à l'aide des indices de Miller. On peut démontrer que les vecteurs de la forme suivante:

$$\vec{K}_{hkl}^* = h\vec{a}_1^* + k\vec{a}_2^* + l\vec{a}_3^* \quad (2.8)$$

appartenant au réseau réciproque sont perpendiculaires au plan (hkl) du réseau direct. La distance de l'origine au plan (hkl) est:

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\vec{K}_{hkl}^*|} \quad (2.9)$$

Comme par l'origine on peut tracer un plan équivalent au plan (hkl) , la grandeur d_{hkl} représentera la distance entre deux plans cristallins successifs, et peut être développée sous la forme:

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{\sqrt{h^2 a_1^{*2} + k^2 a_2^{*2} + l^2 a_3^{*2} + 2hk\vec{a}_1^* \cdot \vec{a}_2^* + 2kl\vec{a}_2^* \cdot \vec{a}_3^* + 2lh\vec{a}_3^* \cdot \vec{a}_1^*}} \quad (2.10)$$

Cette formule, où interviennent également les angles entre les vecteurs $\vec{a}_1^*$, $\vec{a}_2^*$ et $\vec{a}_3^*$, est générale et valable pour tout type de réseau.

II.2.3 Le quartz. Calcul des distances interréticulaires.

La formule chimique du quartz – le plus utilisé des matériaux piézoélectriques – est le dioxyde de silicium SiO_2 . Il se présente sous différentes formes dont le quartz α est la forme stable à température ambiante. Le quartz α appartient au système trigonal (classe (32)), étant stable jusqu'à la température de 573°C où il subit une transformation en quartz β qui, lui, appartient

au système hexagonal (classe (62)). A des pressions élevées cette transformation allotropique a lieu à des températures en dessous de la valeur de 573°C .

D'autres formes du quartz appelées α -tridimite et α -cristobalite apparaissent aux températures de 870°C et de 1470°C respectivement. Le point de fusion du quartz est situé à 1710°C . Sa dureté est de 7, exprimée dans l'échelle de Mohrs.

La densité de l' α -quartz est $\rho = 2649 \text{ kg/m}^3$ et ses constantes de réseau ont les valeurs suivantes:

$$|\vec{a}_1| = |\vec{a}_2| = a_0 = b_0 = 0,49127 \text{ nm} , \text{ et}$$

$$|\vec{a}_3| = c_0 = 0,54046 \text{ nm}$$

Les monocristaux de quartz utilisés en pratique sont synthétiques dans leur majorité, seule une petite quantité est d'origine naturelle. Le quartz synthétique a une meilleure pureté mais en revanche le quartz naturel peut présenter moins de dislocations (pour du très bon matériau s'entend).

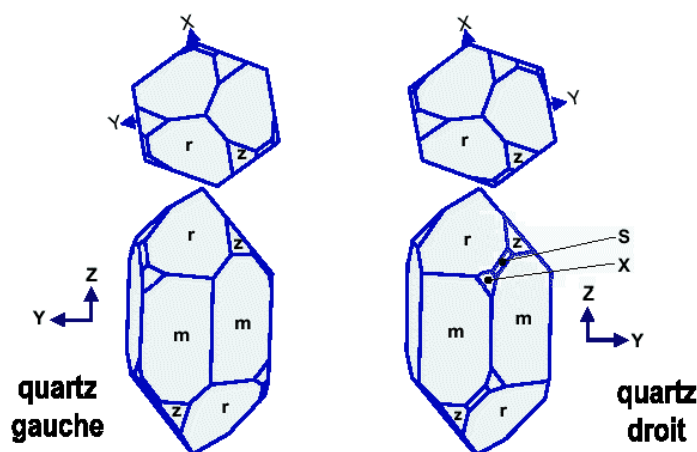
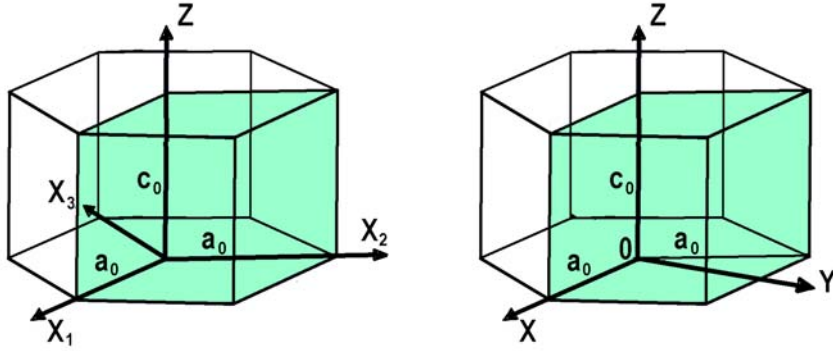


Figure 2.2. Le quartz gauche et le quartz droit - [11].

L'axe Z du quartz α est identique à l'axe optique $c - c'$ est à dire l'axe de symétrie le long duquel il apparaît une polarisation rotatoire de la lumière. Le quartz est énantiomorphe. Les cristaux qui tournent le plan de polarisation de la lumière dans le sens trigonométrique s'appellent des quartz gauches et ceux qui le tournent en sens horaire des quartz droits.



Figures 2.3 et 2.4. Cellule élémentaire du quartz; conventions de notations des axes

Par convention on considère que la direction positive de l'axe X d'un quartz droit est orientée par rapport à la maille élémentaire de telle sorte qu'un allongement du cristal corresponde à l'apparition d'une charge électrique négative (respectivement d'une charge positive dans le cas du quartz gauche).

En dehors du cas du système triclinique, la formule de calcul de la distance d_{hkl} s'exprime sous une forme plus simple. Par exemple, pour le système hexagonal l'espace réciproque du quartz est construit à base d'un système d'axes ayant les vecteurs suivants:

$\vec{a}_1^*$ perpendiculaire à $\vec{a}_2$

$\vec{a}_3^*$ perpendiculaire à $\vec{a}_1$ et $\vec{a}_2^*$ perpendiculaire à $\vec{a}_3$

l'angle entre $\vec{a}_1^*$ et $\vec{a}_2^*$ est de 60° .

$\vec{a}_3^*$ est colinéaire à $\vec{a}_3$

On obtient les relations:

$$|\vec{a}_1^*| = |\vec{a}_2^*| = \frac{2}{|\vec{a}_1|\sqrt{3}} = \frac{2}{|\vec{a}_2|\sqrt{3}} = \frac{2}{a_0\sqrt{3}} \quad \text{et} \quad |\vec{a}_3^*| = \frac{1}{|\vec{a}_3|} = \frac{1}{c_0}. \quad (2.11)$$

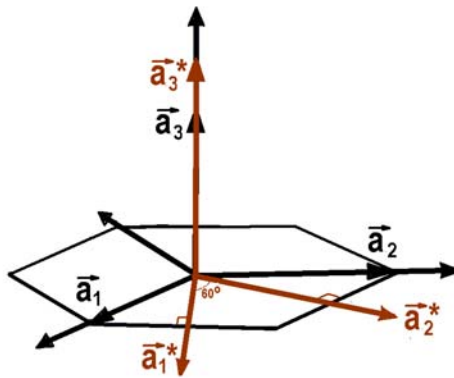


Figure 2.5. Réseaux direct et réciproque du quartz

La Figure 2.5 montre la construction de ce système d'axes, dans le cas du quartz. Finalement on obtient la distance inter-planaire:

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + l^2 \frac{a_0^2}{c_0^2}}} \quad (2.12)$$

qui est très utile au calcul des angles de diffraction par des plans réticulaires, comme on va le voir ultérieurement, au cours du chapitre II.3

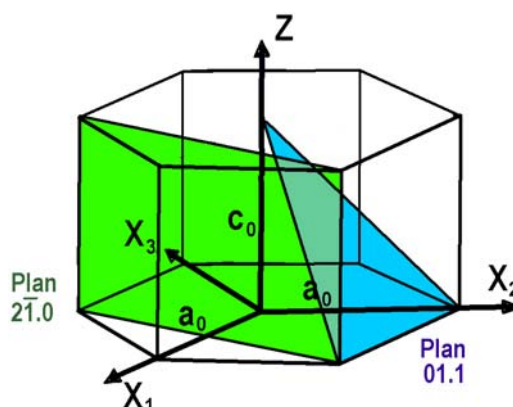


Figure 2.6. Représentation de divers plans, dans le cas du quartz

II.3 Diffraction des rayons X par des cristaux

La configuration périodique des cristaux permet de les analyser à l'aide de la diffraction d'ondes. La diffraction est possible seulement par l'utilisation des ondes électromagnétiques X ou des particules de longueur d'onde associée comparable à la dimension du réseau, c'est à dire de l'ordre de l'angstrom. Sous l'influence de la radiation, les électrons près du noyau sont excités et oscillent de telle manière que chaque nœud du réseau devient la source d'une onde sphérique de même fréquence que l'onde incidente. Ainsi, le phénomène de diffraction se produit, conformément au principe énoncé par Huygens et Fresnel.

Il existe une théorie géométrique, une théorie cinématique et une théorie dynamique de la diffraction des rayons X. Dans ce qui suit, la théorie géométrique sera présentée.

II.3.1 Conditions de Laue. Loi de Bragg

Considérons le cas où deux noeuds O et A du réseau, séparés par le vecteur de translation $\vec{a}_1$ (voir figure 2.7), participent au phénomène de diffraction. Un faisceau de radiations (II'), incident selon la direction $\vec{n}$ sera ré-émis par les deux atomes dans toutes les directions. Comme résultat de l'interférence, nous allons trouver un maximum vers la direction $\vec{n}'$ pour les rayons IOR et I'AR'. Comme condition d'interférence positive, il est nécessaire que leur différence de chemin AB + AC soit égale à un nombre entier de longueurs d'onde λ de la radiation (ou un nombre pair de $\lambda/2$):

$$\vec{n}'\vec{a}_1 - \vec{n}\vec{a}_1 = \vec{a}_1(\vec{n}' - \vec{n}) = g_1\lambda \quad (2.13)$$

où g_1 représente un entier.

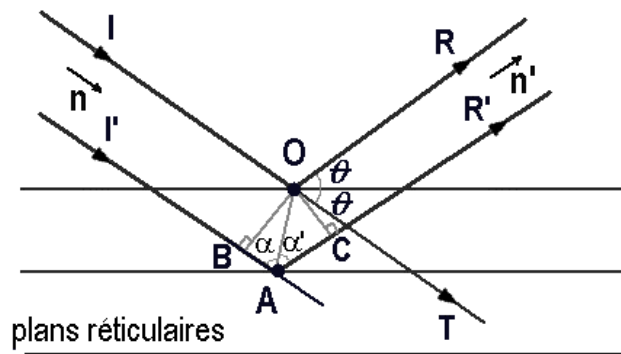


Figure 2.7. La diffraction des rayons X.

Dans un réseau tridimensionnel, la condition de maximum doit être simultanément accomplie par tous les noeuds du cristal (qui sont séparés entre eux par les vecteurs fondamentaux de translation $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ et $\vec{a}_3$). Cette condition conduit aux équations suivantes:

$$\vec{a}_1(\vec{n}' - \vec{n}) = g_1\lambda \quad (2.14)$$

$$\vec{a}_2(\vec{n}' - \vec{n}) = g_2\lambda \quad (2.15)$$

$$\vec{a}_3(\vec{n}' - \vec{n}) = g_3\lambda \quad (2.15)$$

qui sont connues comme étant les équations de Laue, et où g_1, g_2, g_3 représentent des entiers.

Si on note par α_i et α'_i ($i=1,2,3$) les angles de la direction incidente de l'onde, et respectivement, de la direction diffractée, alors $\vec{a}_i \cdot \vec{n} = a_i \cos \alpha_i$ et $\vec{a}_i \cdot \vec{n}' = a_i \cos \alpha'_i$ et les équations de Laue peuvent être réécrites:

$$a_1(\cos \alpha'_1 - \cos \alpha_1) = g_1 \lambda \quad (2.16)$$

$$a_2(\cos \alpha'_2 - \cos \alpha_2) = g_2 \lambda \quad (2.17)$$

$$a_3(\cos \alpha'_3 - \cos \alpha_3) = g_3 \lambda \quad (2.18)$$

La figure qui s'obtient suite à la diffraction du faisceau est représentée par une série de taches sur une pellicule photosensible, en fonction de la nature du cristal et du montage expérimental. Il faut remarquer le fait que toute incidence d'un faisceau monochromatique ne génère pas toujours des maximums d'interférence. Dans les équations de Laue, les angles α_i et la longueur d'onde λ sont constants, tandis que les α'_i ($i=1,2,3$) sont variables mais liés entre eux par des relations d'interdépendance. Il existe donc un système de quatre équations à trois inconnues, qui ne sont pas toujours compatibles. Il en résulte qu'afin d'obtenir toujours des maximums d'interférence, il faudrait soit faire varier λ (c'est à dire en utilisant un spectre X continu au lieu d'une radiation monochromatique), soit tourner le cristal (en variant α_i). Les conditions de Laue peuvent être re-écrites par rapport au vecteur d'onde $\vec{k}$ ($|\vec{k}| = 2\pi/\lambda$):

$$\vec{a}_1(\vec{k}' - \vec{k}) = 2\pi \vec{g}_1 \quad (2.19)$$

$$\vec{a}_2(\vec{k}' - \vec{k}) = 2\pi \vec{g}_2 \quad (2.20)$$

$$\vec{a}_3(\vec{k}' - \vec{k}) = 2\pi \vec{g}_3, \quad (2.21)$$

ou, de façon plus compacte:

$$\vec{a}_i(\vec{k}' - \vec{k}) = 2\pi \vec{g}_i, \quad i = 1, 2, 3. \quad (2.22)$$

D'autre part, le même résultat s'obtient en effectuant le produit scalaire entre $\vec{a}_i$ et le vecteur $\vec{K}^*$ du réseau réciproque:

$$\vec{a}_i \vec{K}^* = \sum_{j=1,2,3} g_j \vec{a}_i \vec{a}_j^* = 2\pi \sum_{j=1,2,3} g_j \delta_{ji} = 2\pi g_i \quad (2.23)$$

En comparant les relations (2.22) et (2.23), il résulte que les équations de Laue sont satisfaites si:

$$\vec{K}^* = \vec{k}' - \vec{k} \quad (2.24)$$

C'est la condition de diffraction. Elle exprime le fait que la différence entre les vecteurs d'onde de l'onde diffractée et de l'onde incidente est un vecteur du réseau réciproque.

On peut démontrer que la condition de diffraction exprime la loi de conservation de la quantité de mouvement du photon, lors de l'interaction de celui-ci avec le réseau. Si $\hbar\vec{k}$ est la quantité de mouvement du photon incident et $\hbar\vec{k}'$ est la quantité de mouvement du photon diffracté, alors:

$$\hbar\vec{k}' = \hbar\vec{k} + \hbar\vec{K}^* \quad (2.25)$$

où $\vec{K}^*$ est un vecteur du réseau réciproque, $\vec{k}$ et $\vec{k}'$ sont les vecteurs d'onde des radiations incidente et diffractée.

La condition de diffraction conduit à la relation de Bragg bien connue. Si l'angle entre les vecteurs $\vec{k}$ et $\vec{k}'$ est 2θ , et comme $k' = k$, à partir de la condition (2.24) on obtient que:

$$2k^2(1 - \cos 2\theta) = K^{*2} \quad (2.26)$$

D'autre part, le plan où la réflexion des rayons X a lieu sous l'angle θ est caractérisé par les indices de Miller (hkl). La diffraction sur ce plan a lieu si la condition de diffraction est satisfaite.

Comme $\vec{K}^*$ (défini par (7)) et $\vec{K}_{hkl}^*$ sont des vecteurs du réseau réciproque, il faut que:

$$\vec{K}^* = n \vec{K}_{hkl}^*, \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.27)$$

Ainsi, la condition de diffraction se réécrit à partir de la distance inter-planaire d_{hkl} qui est liée au vecteur d'onde $\vec{K}_{hkl}^*$ par l'expression (2.8):

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda, \quad n \in \{1, 2, 3, \dots\} \quad (2.28)$$

Cette relation est connue sous le nom de loi de Bragg et exprime la condition de diffraction des rayons X incidents sous l'angle θ sur une famille de plans réticulaires, caractérisé à l'aide des indices de Miller (hkl). Les plans qui correspondent à la réflexion de Bragg s'appellent des plans Bragg. Les indices $n = 1, 2, 3, \dots$ donnent l'ordre de diffraction (premier, deuxième, troisième ordre etc.). Le nombre de réflexions possibles sur la même famille de plans de Bragg est limitée par la condition $\sin \theta \leq 1$, c'est à dire que:

$$\sin \theta = \frac{n \cdot \lambda}{2d_{hkl}} \leq 1 \quad \Rightarrow \quad n \leq \frac{2d_{hkl}}{\lambda} \quad (2.29, 2.30)$$

Pour qu'une réflexion sélective de premier ordre ait lieu, il faut satisfaire la condition minimale (appelée parfois « de résolution ») de la famille de plans (hkl):

$$\frac{2d_{hkl}}{\lambda} \geq 1, \text{ ou } d_{hkl} \geq \frac{\lambda}{2} \quad (2.31, 2.32)$$

qui établit la dépendance entre la distance et la longueur d'onde.

II.3.2 Construction d'Ewald. Application au quartz

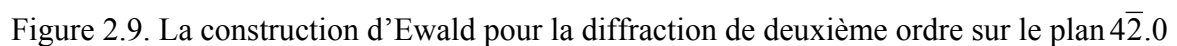
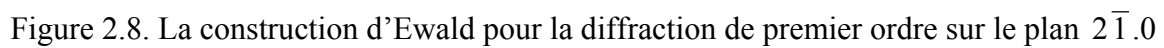
La construction d'Ewald donne la possibilité graphique de trouver les directions de maximum de diffraction. C'est une construction géométrique dans l'espace réciproque, basée sur la condition de diffraction (2.24) et (2.28).

Dans l'espace du réseau réciproque de la figure 2.8, l'onde incidente λ est représentée par le vecteur $\vec{k}_0$, de module $|\vec{k}_0| = 2\pi/\lambda$, qui passe par le nœud A. L'origine de ce vecteur (qui n'est pas forcément un atome) est notée O. De ce point de l'espace, une sphère de rayon $k = 2\pi/\lambda$ est tracée. Cette sphère qui passe par un ou différents nœuds du réseau s'appelle la sphère d'Ewald. Considérons, par exemple, que la sphère passe par le nœud B du réseau. Le vecteur $\vec{OB} = \vec{k}_1$ de module $|\vec{k}_0| = |\vec{k}_1| = k$ donne une direction d'amplitude maximale pour les ondes diffractées. Dans la figure, $\vec{AB} = \vec{k}_1 - \vec{k}_0$ est un vecteur du réseau réciproque, qui satisfait à la condition de diffraction. Par conséquent, les points qui se trouvent sur la sphère d'Ewald et qui en même temps représentent des nœuds du réseau réciproque caractérisent des directions d'amplitude maximale des ondes diffractées.

Dans le réseau direct correspondant, le plan correspondant à la droite AB reste parallèle au plan cristallin où a lieu la réflexion de Bragg. L'orientation de ce plan du réseau est déterminé à l'aide des indices de Miller (hkl). Puis, par l'expression (2.28) il peut se trouver la valeur de l'angle de Bragg.

Le générateur de rayons X utilisé a une anticathode de molybdène (Mo), dont la raie $k_{\alpha 1}$ ($\lambda = 0.709 \text{ \AA}$), a été utilisée pour la diffraction par le quartz. Pour cette longueur d'onde, une sphère d'Ewald présente un rayon $k = 8,86 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$

Dans les figures ci-dessous, le plan du quartz qui a été utilisé pour la plupart des topographies présentées dans ce rapport a été pris comme exemple.



44

d'Ewald pour la diffraction du premier ordre sur le plan $2\bar{1}.0$. La figure 2.9 garde les mêmes conditions mais considère le cas de la diffraction de deuxième ordre $n = 2$. Ainsi, les angles de Bragg correspondantes sont $\theta_1 = 8,28^\circ$ et $\theta_2 = 16,73^\circ$ respectivement. Comme la diffraction de premier ordre est toujours plus intense que celles d'ordre supérieur, nous avons choisis le plan $2\bar{1}.0$ avec l'angle de diffraction $\theta_1 = 8,28^\circ$ ($2\theta_1 = 16,56^\circ$).

II.4 Méthodes de topographie par diffraction de rayons X

Parmi toutes les méthodes expérimentales d'investigation des cristaux piézo-électriques, la topographie par diffraction de rayons X est une méthode non-invasive qui donne des informations qualitatives (et quantitatives), aussi bien en surface que dans le volume du résonateur. C'est la structure périodique cristalline qui permet la diffraction des ondes électromagnétiques, selon la loi de Bragg. Il existe la diffraction en transmission (figure 2.10) et en réflexion.

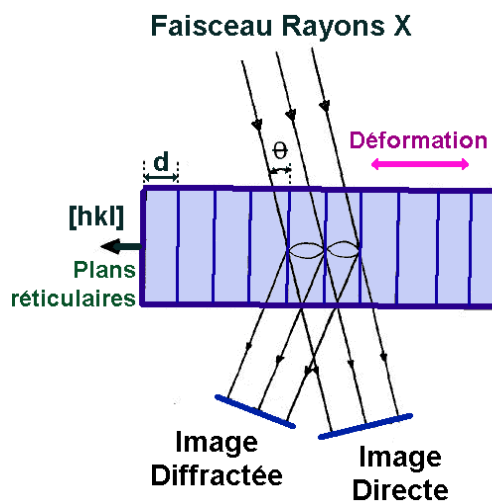


Figure 2.10. Diffraction de rayons X par transmission.

Il est très important de bien choisir le plan réticulaire; le plan de diffraction doit être le plus perpendiculaire possible à la direction de vibration. En effet la surintensité du faisceau diffracté est due à la courbure des plans réticulaires. Toute déformation du cristal qui garde leur planéité aux plans réticulaires ne donne pratiquement pas lieu à surintensité. En l'absence de toute déformation du cristal, et en particulier lorsque celui-ci ne vibre pas, l'intensité du faisceau

diffraqué est plus intense pour un quartz mince que pour un quartz épais. Il en résulte que le contraste obtenu en vibration est meilleur pour un résonateur épais que pour un résonateur mince.

La méthode de topographie la plus simple à l'aide d'un générateur à anticathode porte le nom de Berg-Barett (figure 2.11). Cette méthode qui permet de visualiser directement toute la surface du résonateur suppose que la totalité de celle-ci soit exposée au faisceau X. Les images des modes de vibration du résonateur peuvent être obtenues directement et rapidement, à condition d'un bon choix du plan de diffraction. Comme détecteur, on utilise soit des pellicules photosensibles, soit des caméras vidéo spécialement faites pour être sensibles aux rayons X.

Les limitations de cette méthode viennent de la divergence du faisceau et de l'étendue de la source (tube de fluorescence) qui doit être au moins égale à celle de la surface à observer. De plus, l'anticathode du tube générateur ne produit pas des rayons X parfaitement monochromatiques, mais présente une série de raies (comme par exemple $k_{\alpha 1}$, $k_{\alpha 2}$, k_{β}).

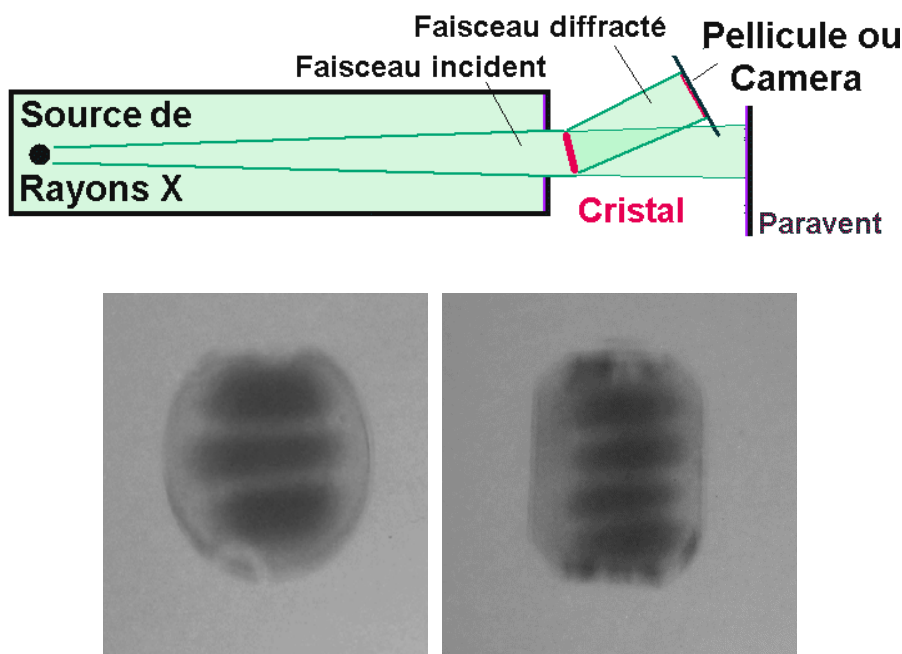


Figure 2.11. Topographie aux rayons X en transmission par la méthode de Berg-Barett.

Figures 2.12, 2.13. Images obtenues.

La méthode SID (distorsion source- image) présentée sur la figure 2.14 est une variante de la méthode de Berg-Barett, la différence tient dans un système de fentes utilisé comme collimateur du faisceau X. Les lignes de diffraction ainsi obtenues offrent des informations sur l'amplitude de vibration ou sur les déformations internes.

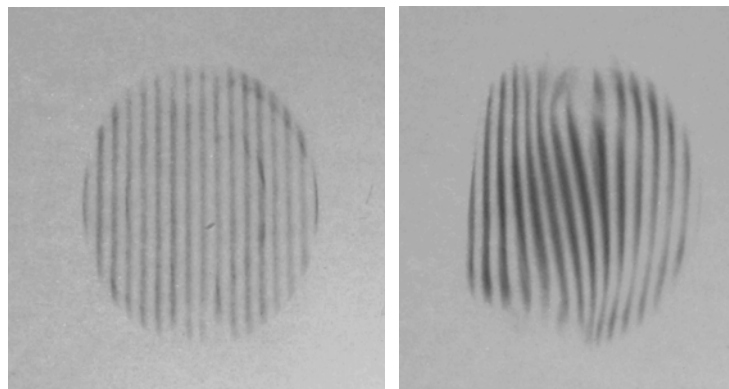
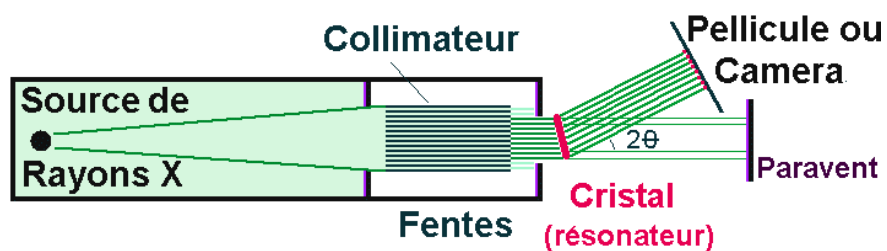


Figure 2.14. La méthode S.I.D. de topographie par rayons X.

Figures 2.15, 2.16. Images obtenues.

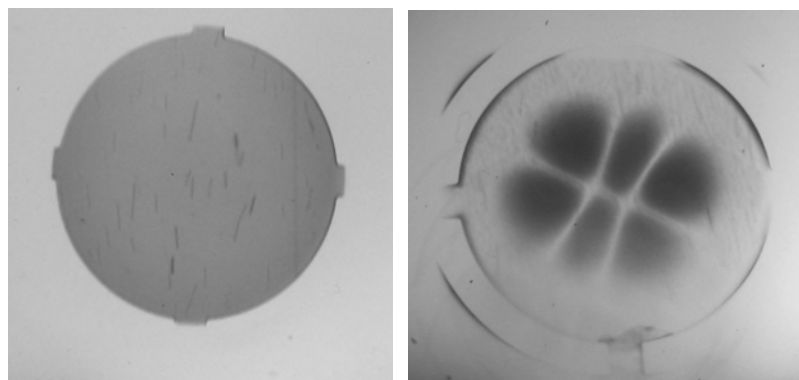
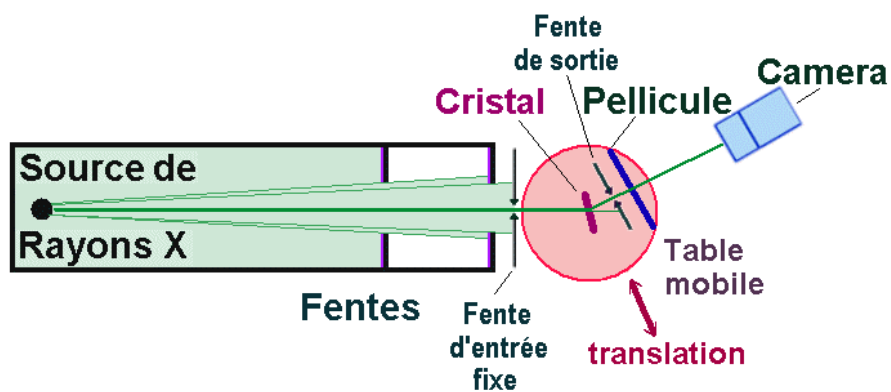


Figure 2.17. La méthode de Lang de topographie par rayons X.

Figures 2.18, 2.19. Images obtenues.

Une des méthodes de topographie les plus précises a été inventée par Sir Lang. Le faisceau de rayons X est limité par une fente d'ouverture très petite. Après diffraction, le faisceau passe au travers d'une fente de sortie - qui a pour rôle d'arrêter le faisceau principal et d'éviter de voiler le film par exemple. Le film peut être remplacé par une caméra sensible aux rayons X ou un compteur à scintillations, nécessaires pendant la première étape de recherche et d'alignement correct du plan de diffraction, puis visualisation de l'intensité de diffraction. L'ensemble du résonateur et de la pellicule sensible est positionné sur une petite table qui permet des mouvements de rotation (pour le réglage initial de la diffraction) et aussi de translation aller-retour pour le balayage de la totalité de la surface du résonateur. Cette méthode permet des résolutions de quelques micromètres mais présente le désavantage d'un grand temps d'exposition, surtout quand une topographie de grande résolution est nécessaire. Le montage expérimental est schématisé dans la figure 2.17. Les figure 2.18 et 2.19 montrent des images de résonateurs où nous avons cherché les défauts cristallins (figure 2.18) ou l'amplitudes de vibration d'un mode anharmonique (figure 2.19).

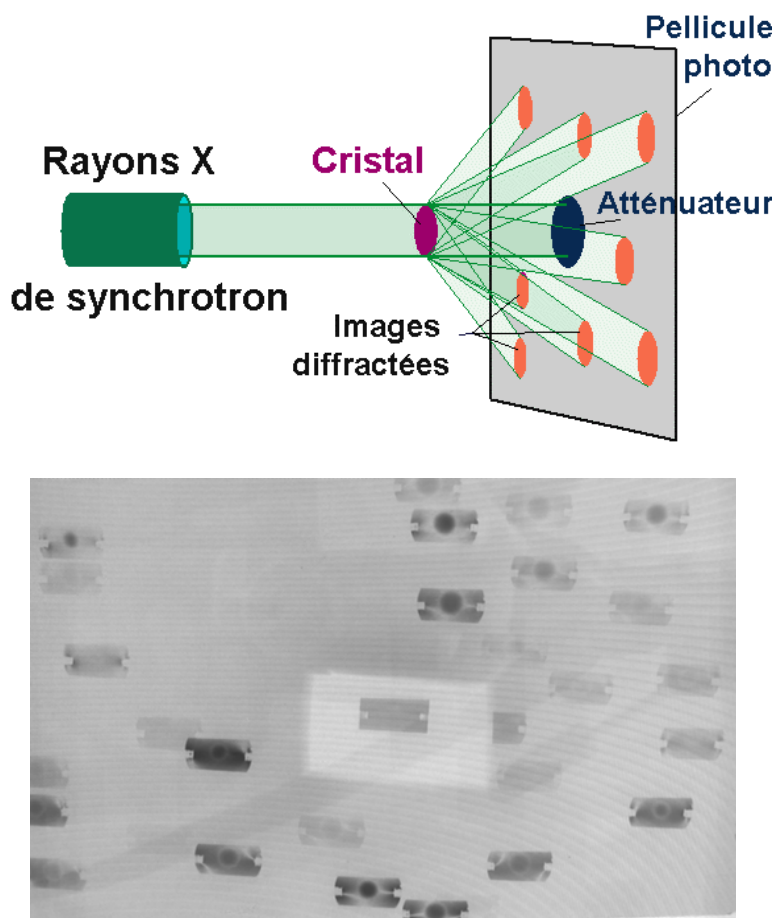


Figure 2.20. La méthode de Laue de topographie par rayons X.

Figure 2.20a. Image obtenue par B. Capelle au LURE Orsay.

La méthode de Laue de topographie par diffraction utilise un spectre continu de radiation provenant d'une source de rayonnement synchrotron par exemple. La méthode ne nécessite pas un positionnement précis du résonateur car il existe toujours une longueur d'onde λ pour laquelle la condition de Bragg est satisfaite. Par l'utilisation d'algorithmes de calcul, les plans de vibration peuvent être identifiés et l'image de vibration du résonateur peut être obtenue. Cette méthode d'investigation est très puissante mais est aussi très coûteuse.

II.5 Schéma équivalent du résonateur et le réseau en PI de mesure

Les résonateurs piézo-électriques à ondes de volume sont modélisés du point de vue électrique par le schéma électrique comportant un circuit RLC série en parallèle avec une capacité statique C_0 . Les grandeurs L_I , C_I et R_I sont l'inductance dynamique, la capacité dynamique et la résistance motionnelle respectivement. La capacité C_0 représente la capacité électrique statique entre les électrodes. Du point de vue équivalence mécanique, la masse vibrante est représentée par l'inductance L_I , l'élasticité par la résistance dynamique C_I et l'amortissement par la capacité motionnelle R_I . Les valeurs typiques de la capacité C_I sont très petites, de l'ordre de dizaines de femtoFarads, les inductances dynamiques L_I sont très grandes - de l'ordre de un Henri, tandis que la résistance motionnelle R_I varie selon le résonateur entre quelques Ohms et plusieurs kiloOhms (typiquement 100 Ohms). La capacité statique C_0 est de l'ordre du picoFarad. En pratique il est impossible de réaliser un tel schéma équivalent du résonateur à partir de composants passifs discrets. Plus le facteur de qualité Q est élevé, plus l'oscillateur électronique aura une meilleure stabilité; le facteur de qualité Q arrive à avoir des valeurs de quelques 10^6 pour les résonateurs de très haute stabilité utilisés en métrologie temps-fréquence.

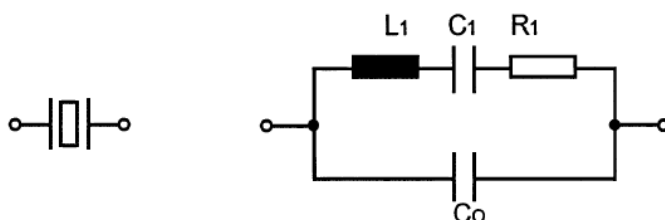


Figure 2.21. Le symbole et le schéma équivalent du résonateur piézoélectrique

L'admittance électrique du circuit de la figure 2.21 est donnée par les expressions:

$$Y(\omega) = \frac{1}{Z(\omega)} = \frac{1}{Z_e(\omega)} + \frac{1}{Z_0(\omega)} \quad (2.33)$$

ou Z_e est l'impédance équivalente de la branche série et Z_0 est l'impédance de la capacité statique C_0 .

$$Z_e(\omega) = R_1 + j \left(\omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1} \right) \quad (2.34)$$

$$Z_0(\omega) = jX_0(\omega) \quad \text{ou} \quad X_0(\omega) = \frac{-1}{\omega C_0}. \quad (2.35) \quad (2.36)$$

La réactance de la branche dynamique série du résonateur est donnée par:

$$X_1(\omega) = \left(\omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1} \right) \quad (2.37)$$

Par calcul on obtient l'expression de l'impédance équivalente:

$$Z(\omega) = \frac{\omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1} - jR_1}{\omega C_0 R_1 + j \left[\omega C_0 \left(\omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1} \right) - 1 \right]} \quad (2.38)$$

Le partie réelle et la partie imaginaire de Z sont:

$$R_e(\omega) = \frac{R_1 \frac{C_1^2}{C_0^2}}{(\omega C_1 R_1)^2 + \left(1 + \frac{C_1}{C_0} - \omega C_1 L_1 \right)^2} \quad (2.39)$$

$$X_e(\omega) = \frac{-1}{\omega C_0} \frac{(\omega C_1 R_1)^2 (1 - \omega^2 C_1 L_1) \left(\frac{C_1}{C_0} + 1 - \omega^2 C_1 L_1 \right)}{(\omega C_1 R_1)^2 + \left(\frac{C_1}{C_0} + 1 - \omega^2 C_1 L_1 \right)^2} \quad (2.40)$$

La pulsation de résonance ω_s , se déduit par la condition $\omega_s L_1 = \frac{1}{\omega_s C_1}$: $\omega_s = \frac{1}{\sqrt{L_1 C_1}}$, (2.41)

et le facteur de qualité Q est par définition: $Q = \frac{\omega_s L_1}{R_1} = \frac{1}{\omega_s R_1 C_1}$ (2.42)

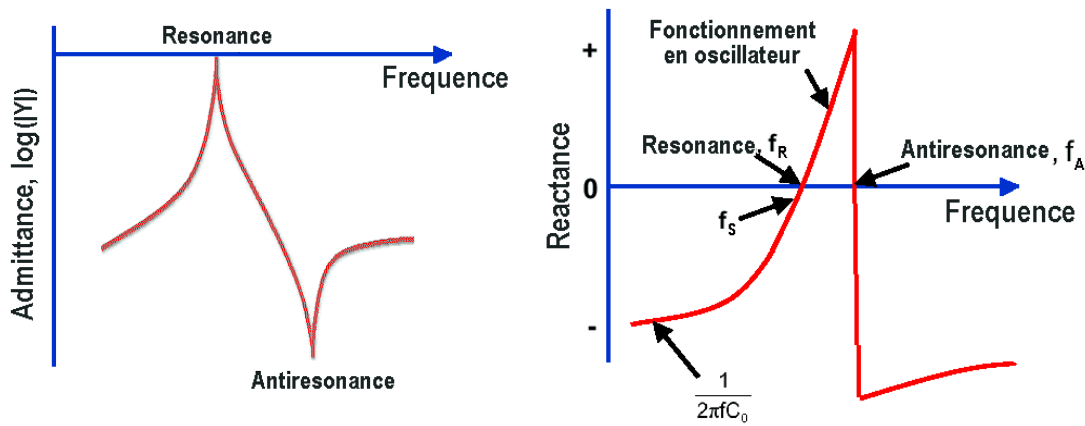
La fréquence de résonance série est: $f_s = \frac{1}{2\pi \sqrt{L_1 C_1}}$ (2.43)

Dans ces conditions l'impédance Z devient:

$$Z(\omega_s) = \frac{R_1 \cdot jX_0}{R_1 + jX_0} = \frac{R_1 X_0^2}{R_1^2 + X_0^2} + j \cdot \frac{R_1^2 X_0}{R_1^2 + X_0^2} \quad (2.44)$$

Au voisinage de la fréquence de résonance, le déphasage entre courant et tension peut être mis sous la forme simplifiée:

$$\varphi(\omega_s) = \arctan\left(\frac{R_1}{X_0}\right) = -\arctan(R_1 \omega_s C_0) \quad (2.45)$$



Figures 2.22 et 2.23. Admittance $|Y|$ (en dB) et réactance X au voisinage de la résonance en fonction de la fréquence.

La réponse électrique du résonateur présente un maximum correspondant au maximum de l'admittance à une fréquence de résonance f_M très proche de la valeur de la fréquence série f_s , selon les expressions (2.83, 2.84). La réactance du circuit équivalent est nulle à la fréquence f_R .

Ensuite, nous introduisons la pulsation et la fréquence de résonance parallèle qui dépendent de la valeur C_0 :

$$\omega_p = \frac{1}{\sqrt{L_1 \frac{C_0 C_1}{C_0 + C_1}}} = \omega_s \sqrt{1 + \frac{C_1}{C_0}} \quad (2.46)$$

$$f_p = f_s \sqrt{1 + \frac{C_1}{C_0}} \quad (2.47)$$

$$\frac{f_p - f_s}{f_s} \approx \frac{C_1}{2C_0} \quad (2.48)$$

Le facteur de mérite M représente une indication de la dispersion des fréquences énoncées ci-dessus, et est défini par la formule:

$$M = \frac{Q}{r} = \frac{1}{\omega_s C_0 R_1} \quad (2.49)$$

$$\text{où } r = C_0 / C_1. \quad (2.50)$$

La fréquence de résonance parallèle f_P est très proche en valeur de la fréquence f_A correspondant au zéro de la réactance. La fréquence f_P est située entre f_A et la fréquence correspondante du maximum de l'impédance, appelée f_N . La figure ci-dessous montre la variation des parties réelle et imaginaire de l'impédance en fonction de la fréquence du circuit équivalent.

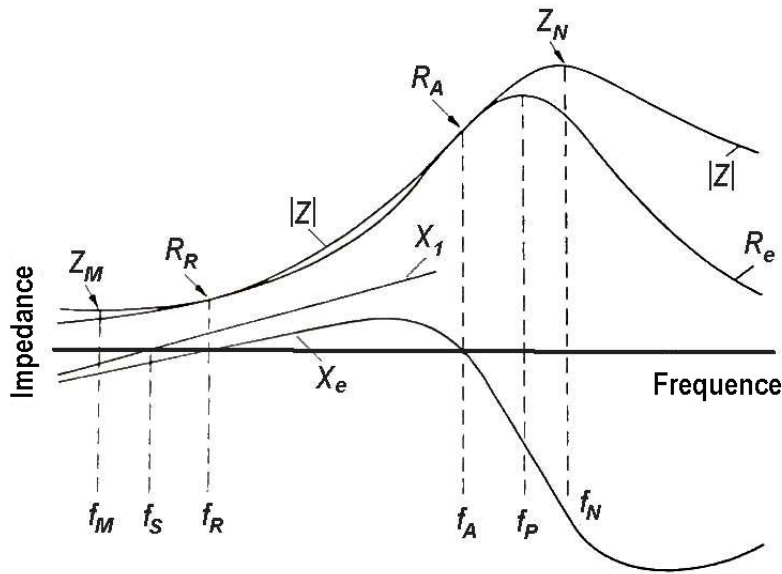


Figure 2.24. Variation de Z , X_L , R_e et X_e au voisinage de la résonance [39]

Les égalités suivantes peuvent être considérées comme satisfaites dans une approche de premier ordre:

$$f_S \approx f_M \approx f_R \quad \text{et} \quad (2.51)$$

$$f_P \approx f_A \approx f_N. \quad (2.52)$$

Le standard IEC-302 [39] donne les approximations suivantes:

$$f_M = f_S \sqrt{1 + \frac{1}{2r} \left(1 - \sqrt{1 + \frac{4}{M^2}} \right)} \quad (2.53)$$

$$f_R = f_S \sqrt{1 + \frac{1}{2r} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{4}{M^2}} \right)} \quad (2.54)$$

$$f_A = f_S \sqrt{1 + \frac{1}{2r} \left(1 + \sqrt{1 - \frac{4}{M^2}} \right)} \quad (2.55)$$

$$f_N = f_S \sqrt{1 + \frac{1}{2r} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4}{M^2}} \right)} \quad (2.56)$$

Certains auteurs (Zelenka [11]) ont développés les relations entre f_M , f_S et f_R :

$$f_M = f_S \left[1 - \frac{r}{Q^2} + \frac{1}{2} \left(r^3 + \frac{3r^2}{4} \right) \frac{1}{Q^4} + \dots \right] \quad (2.57)$$

$$f_R = f_S \left[1 + \frac{r}{Q^2} + \frac{1}{2} \left(r^3 + \frac{3r^2}{4} \right) \frac{1}{Q^4} + \dots \right] \quad (2.58)$$

Si on met en série une capacité C_L avec le résonateur, la fréquence de résonance de l'ensemble devient f_L selon l'expression:

$$f_L \approx f_S \left(1 + \frac{C_1}{2(C_0 + C_L)} \right) \quad (2.59)$$

Cette capacité C_L possède le rôle d'ajustage de la fréquence d'oscillation à la valeur souhaitée (dans la limite de quelques dizaines de ppm); aussi, en remplaçant le condensateur C_L par une diode varicap, on peut concevoir, par exemple, un oscillateur compensé en température ou un oscillateur paramétrique.

Il est bien connu que les résonateurs piézo-électriques ne présentent pas seulement un mode principal de vibration, mais une variété de modes secondaires, harmoniques ou anharmoniques. Il est évident qu'un modèle équivalent complet ne peut pas être entièrement analytique, mais un schéma approché peut être réalisé, en ajoutant au circuit équivalent de la figure 2.21 un nombre supplémentaire de branches série R_h, L_h, C_h connectées ensembles en parallèle.

Le réseau π de mesure des paramètres électriques

Il existe deux catégories de caractérisation d'un point de vue électrique des résonateurs piézo-électriques: la méthode active et la méthode passive. La méthode active emploie le résonateur dans un circuit oscillant accordé afin de l'exciter à la fréquence de résonance, puis par le

remplacement du résonateur avec une résistance réglable qui donne la même amplitude, il est possible de déterminer la résistance motionnelle du résonateur.

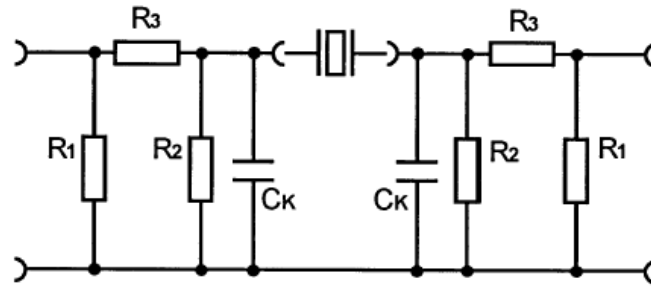


Figure 2.25. Réseau en double π , conformément au Standard IEC 444- 1 et 2 [40].

La méthode passive consiste à placer le résonateur dans un réseau π . Elle offre une meilleure exactitude de mesure des paramètres motionnels. D'autres équipements utilisés pour la caractérisation en passif des résonateurs sont les analyseurs de réseau. Le standard IEC 444 [40] décrit les moyens de détermination de la fréquence série et des paramètres motionnels des résonateurs à l'aide des réseaux en π . Un générateur de signal est branché à l'entrée du réseau et les tensions d'entrée et de sortie sont appliquées aux entrées d'un voltmètre vectoriel qui donne aussi le déphasage entre les deux signaux.

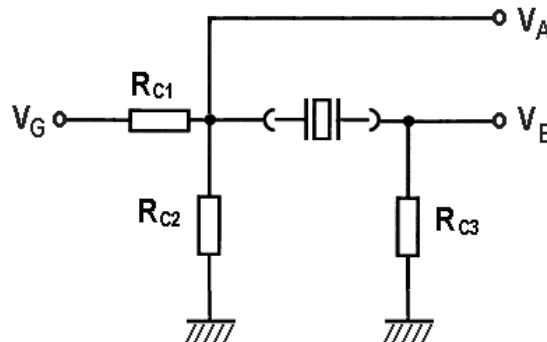


Figure 2.26. Réseau π simple utilisé couramment pour la caractérisation des résonateurs présentés dans ce rapport.

La fréquence de résonance considérée est soit f_M - où l'impédance a son minimum - , soit f_R où la phase est nulle. Toutefois, par l'approximation (2.51) on considère que $f_S \approx f_M \approx f_R$. A la résonance, la réactance est nulle et la résistance motionnelle du résonateur monté dans le réseau π de la figure 2.26 est:

$$R_1 = R_{C3} \frac{V_A - V_B}{V_B} \quad (2.60)$$

ou V_A et V_B représentent les tensions d'entrée et de sortie du résonateur.

Le facteur de qualité Q défini par l'expression (2.42) se réécrit sous la forme:

$$Q = \frac{\omega_s}{2} \frac{d\varphi}{dx} \quad (2.61)$$

ou x est la différence entre la pulsation ω et la pulsation de résonance ω_s

$$x = \omega - \omega_s, \text{ où } x \ll 1. \quad (2.62)$$

$$\text{Par un calcul simple et en utilisant l'approximation } \frac{1}{1+x} \approx 1-x, \quad (2.63)$$

$$\text{on démontre que } \frac{\omega_s^2}{\omega^2} = 1 - \frac{2x}{\omega_s}. \quad (2.64)$$

$$\text{Alors, le déphasage est } \operatorname{tg} \varphi = \frac{L_1 \omega_s \cdot 2x / \omega_s}{R_1} = \frac{2x L_1}{R_1} \cong \varphi. \quad (2.65)$$

$$\text{Il en résulte que: } \frac{L_1 \omega_s}{R_1} = \frac{\omega_s}{2} \frac{d\varphi}{dx} = Q \quad (2.66)$$

Si on passe de la pulsation ω_s à la fréquence f_s alors:

$$Q = \frac{f_s}{2} \frac{d\varphi}{df} \quad (2.67)$$

Cet expression de Q peut être en pratique calculée en considérant un petit intervalle de fréquence Δf au voisinage du f_s ,

$$Q \cong \frac{f_s}{2} \frac{\Delta \varphi}{\Delta f} \quad (2.68)$$

Si on connaît les fréquences correspondantes à un déphasage de $\pm 45^\circ$ autour f_s on peut alors utiliser l'expression:

$$Q \cong \frac{4}{\pi} \frac{f_s}{(\Delta f|_{\pm 45^\circ})} \quad (2.69)$$

A partir du facteur de qualité Q et de la résistance motionnelle, de l'inductance et de la capacité dynamique sont déduites simplement:

$$L_1 = \frac{Q R_1}{\omega_s} = \frac{Q R_1}{2\pi f_s} \quad (2.70)$$

$$C_1 = \frac{1}{\omega_s Q R_1} = \frac{1}{2\pi f_s Q R_1} \quad (2.71)$$

En pratique, comme nous avons vu au cours de ce sous-chapitre, la méthode expérimentale consiste premièrement à déterminer la valeur de la fréquence f_S , puis de la résistance dynamique R_I d'où on extrait, par calcul à l'aide du déphasage, le facteur de qualité Q et finalement, les valeurs de L_I et C_I .

II.6 Equipements de caractérisation des résonateurs

Au long de ce sous-chapitre les moyens expérimentaux et les outils de caractérisation des résonateurs seront présentés. Il s'agit premièrement de la topographie par diffraction des rayons X – surtout la méthode de Lang - qui nous a fourni une grande quantité de données expérimentales. Puis les chaînes électriques d'investigation utilisées au sein du Département L.C.E.P. – FEMTO-ST, E.N.S.M.M. Besançon pour tracer les spectres, les courbes fréquence-température etc. seront traitées brièvement.

II.6.1 La table de Lang et les étapes d'une topographie

La méthode de Lang est plus fine que la méthode de Berg-Barett, elle permet d'effectuer des topographies de haute résolution. L'image présentée ci-dessous montre l'installation expérimentale du laboratoire LCEP, qui a été utilisée pour une partie des expériences présentées dans le ce rapport de thèse.

Le générateur de rayons X utilisé a une puissance nominale de 2,5 kW et son anti-cathode est fait en molybdène. Il émet en particulier les longueurs d'ondes suivantes.

$$\lambda_{K\alpha_2} = 0,7135 \text{ \AA}, \quad \lambda_{K\alpha_1} = 0,7093 \text{ \AA}, \quad \lambda_{K\beta_1} = 0,6323 \text{ \AA} \text{ etc.}$$

On utilise $\lambda_{K\alpha_1}$ comme longueur d'onde, car elle offre une intensité supérieure que les autres. L'efficacité d'émission de ce genre de générateur est très faible, et c'est ça qui demande des puissances élevées et un refroidissement par eau. Pour allonger la durée de vie du tube, nous n'avons pas dépassé la tension de 50 kV et le courant de 35 mA, c'est à dire 1,65 kW.

La hauteur de la fente de la chambre de Lang est approximativement 25 mm, et la largeur est ajustable jusqu'à 0,01 mm. Plus la fente est fine, plus la résolution est meilleure, mais au détriment du temps d'exposition, qui peut atteindre à 12 heures dans des cas spéciaux. Le résonateur est monté sur une tête goniométrique qui permet son orientation selon tous les degrés de liberté.

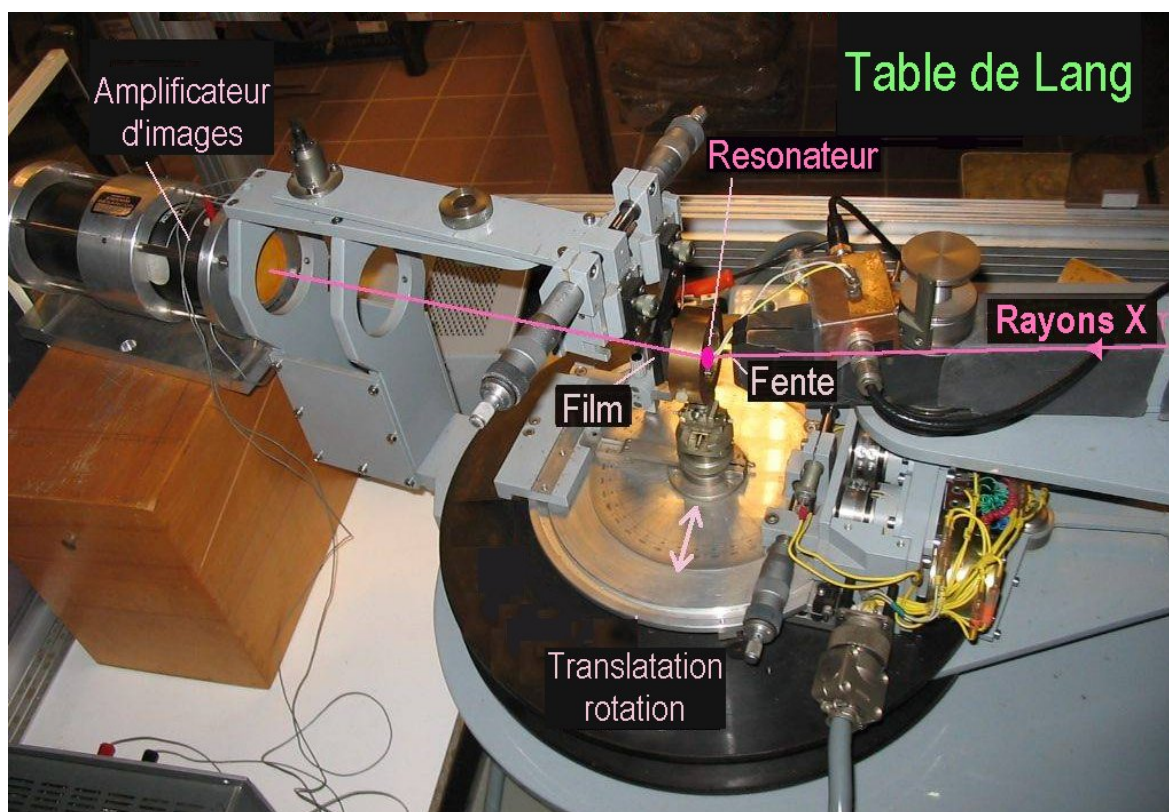


Figure 2.27. Topographies par la méthode de Lang. La source est située à droite (hors image). On peut observer la table tournante, le résonateur, les fentes, la pellicule et l'amplificateur d'intensité d'image.

La table tourne autour de l'axe vertical. La précision du positionnement est meilleure qu'une minute d'arc, ce qui est nécessaire pour régler la diffraction. La même table possède un mouvement de translation aller-retour perpendiculaire au faisceau X. La vitesse de translation (balayage) n'est pratiquement pas critique, mais pour des raisons de temps de pose, il est préférable d'avoir une course guère supérieure à la largeur du résonateur, pour que le faisceau soit pratiquement toujours en diffraction. Le système des deux fentes est ajustable en ouverture et en position pour la fente de sortie.

La pellicule photographique utilisée est du type Kodak Industriex 100 ou AA400, de granulation intermédiaire. La révélation et la fixation des pellicules ont été effectuées par les méthodes chimiques classiques.

La caméra avec amplificateur d'image offre une résolution nettement inférieure à celle du film photosensible mais elle est très utile pendant l'étape de réglage pour obtenir la diffraction. En fait pour cela on pourrait aussi utiliser un détecteur de radiation à scintillateur, mais la caméra offre des informations supplémentaires par la visualisation directe de la forme du faisceau diffracté et possède un temps de réponse beaucoup plus court.

Les étapes d'une topographie de Lang.

La recherche des bons plans de diffraction qui donnent le plus d'information sur le mode de vibration est une étape assez laborieuse, surtout quand on ne connaît pas l'orientation des axes du résonateur. Le cas le plus délicat est celui des résonateurs en double rotation. En bref, les étapes d'une topographie de Lang sont présentées dans ce qui suit :

1. Positionnement du résonateur dans une position la plus proche possible de celle de la diffraction (si les axes sont identifiées). Positionnement de la caméra à l'angle 2θ correspondant. Ouverture de la fente d'entrée à une valeur grande en largeur.
2. Démarrage progressif du générateur X jusqu'à la tension nominale en gardant un courant modéré.
3. Mise en route des équipements électroniques. Asservissement sur la fréquence de résonance du synthétiseur et augmentation du niveau de tension d'excitation.
4. Ouverture de la fenêtre du générateur X.
5. Recherche de l'apparition de la diffraction en faisant tourner le résonateur.
6. Si la diffraction n'apparaît pas, cela signifie que la normale au plan de diffraction ne se trouve pas dans le plan générateur – détecteur. Dans ce cas, on coupe les rayons X et on tourne légèrement le résonateur autour de l'axe de rotation horizontal de son support, puis on répète les opérations à partir du pas numéro 4.
7. Une fois qu'une diffraction est obtenue, on vérifie si le plan diffractant convient; cela se vérifie si, par l'arrêt de l'excitation électrique, l'intensité de diffraction diminue

significativement. Ensuite, on fait un réglage fin de la table pour que la diffraction de la raie $\lambda_{K\alpha_1}$ ait le maximum d'intensité.

8. Ajustage de la course de translation de la table et le réglage de la fente de sortie. Vérification sur l'écran de l'intensification si toute la surface du résonateur est balayée. Ajustage du niveau d'excitation du résonateur.
9. On peut alors mettre en place la pellicule photographique entre le résonateur et la camera puis réduire l'ouverture de la fente d'entrée et augmenter le courant du générateur à la valeur voulue pendant l'exposition.
10. Mise en route de la translation de la table et l'ouverture de la fenêtre du générateur X. A cet instant l'exposition a commencé.
11. Après l'exposition, la pellicule photo est développée. Si l'image n'est pas bien contrastée (sous-exposée ou surexposée) alors il faut augmenter/diminuer le temps de pause ou le courant du générateur de rayons X, et parfois il faut rajuster le niveau d'excitation du résonateur et répéter les étapes à partir du pas numéro 8.

Comme on peut le constater, la réussite d'une topographie dépend de plusieurs facteurs et est le résultat d'une série d'essais où l'expérience compte. Toutefois, après une première image bien exposée, les topographies suivantes sont plus simples à réaliser.

II.6.2 Le cryostat

Un des objectifs du contrat QxSens a été d'effectuer des topographies sur les résonateurs QT et GT aux températures différentes de celle du milieu environnant, surtout vers les températures cryogéniques. Un cryostat particulier a été réalisé, avec des fenêtres de mylar transparentes aux rayons X disposées dans sa partie inférieure. L'intérieur est isolé par une chambre à vide et l'agent de réfrigération est de l'azote liquide. L'asservissement de la température se fait par la variation du débit d'azote par une valve multi-tours et à l'aide d'une résistance électrique de chauffage pilotée par un régulateur PID piloté par ordinateur, qui permet l'asservissement avec une précision d'un dixième de degré. L'enceinte dans laquelle est placé l'échantillon est remplie à d'hélium gazeux, pour éviter la condensation de la vapeur d'eau, et avoir un bon échange thermique. Le cryostat sert principalement pour la réalisation des topographies mais il peut aussi

être utilisé pour tracer des caractéristiques fréquence- température où des spectres électriques à basse température.

Le cryostat est posé sur une table tournante de micro-positionnement, indispensable pour la recherche et le réglage de la diffraction. Le cryostat permet les topographies de type Berg-Barett et SID. Les étapes de réalisation d'une topographie sont similaires en grande partie à celles décrites dans le sous-chapitre antérieur.



Figure 2.28.
Le cryostat

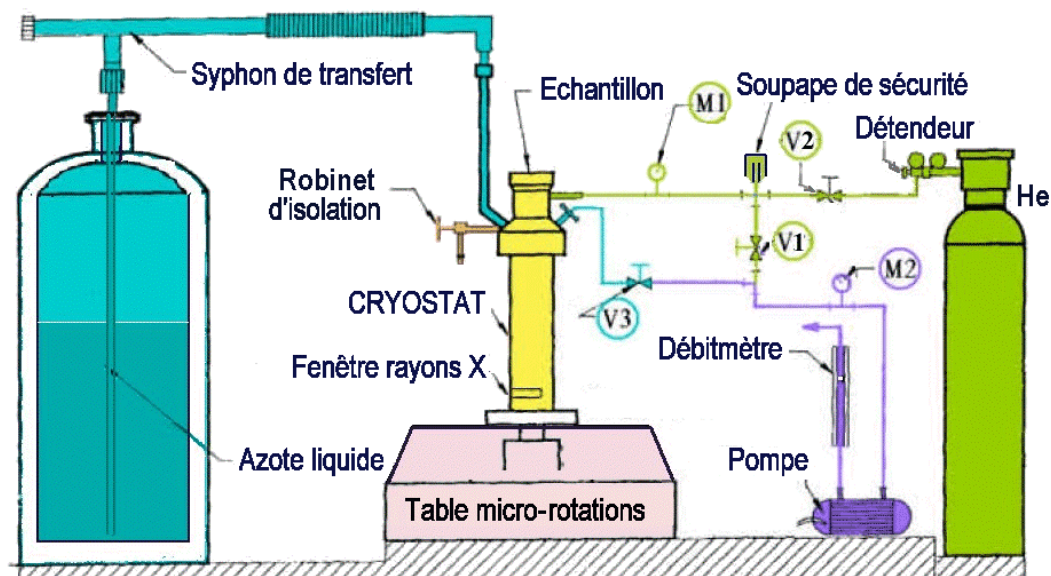


Figure 2.29. Le principe de fonctionnement du cryostat

II.6.3 La partie électronique et les logiciels de caractérisation

Sur la figure 2.30 sont illustrés schématiquement les principaux équipements électroniques du dispositif expérimental pour le test des résonateurs piézo-électriques thermosensibles (voir le Chapitre IV).

Le système est piloté par un ordinateur PC, les logiciels ont été conçus sous Borland C et LabView. La fréquence du synthétiseur Adret 730A est commandée par un bus HP-IB (IEEE 488) avec une résolution de 1 Hz. Le voltmètre vectoriel HP8508 mesure les tensions d'entrée (voie A) et de sortie (voie B) du réseau en π , ainsi qu le déphasage φ entre les deux signaux. Ce voltmètre vectoriel est également connecté au bus HP-IB.

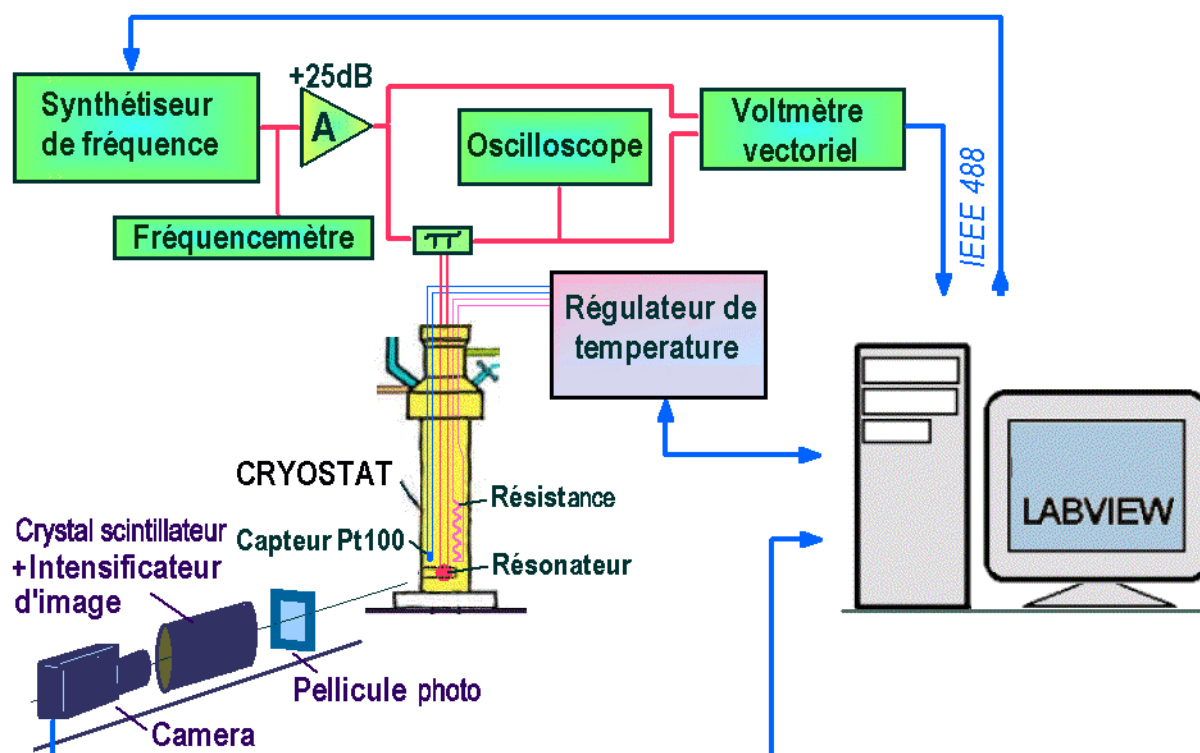


Figure 2.30. Schéma de principe des équipements utilisés pour l'étude des résonateurs thermosensibles.

Dans le montage, un amplificateur de tension (noté par **A**) à large bande est utilisé. Un compteur et un oscilloscope digital servent à la recherche rapide des fréquences de résonance. Les câbles

(dessinées en rouge), et les équipements représentés en vert sont adaptés à l'impédance de 50 ohms, comme le réseau en π .

En pratique, le résonateur est introduit dans la partie inférieure du cryostat. La température est contrôlée par un régulateur PID doté d'une résistance de platine comme capteur et d'une résistance de chauffage. Le régulateur est connecté au PC par une interface séparée de type parallèle, connectée à une carte PCI. L'azote liquide sert comme agent de refroidissement, et la résistance électrique permet la régulation. Le logiciel utilisé permet le contrôle en rampe de température – utile pour le tracé des caractéristiques fréquence-température.

Dans la partie inférieure du schéma 2.30, les équipements de visualisation de l'image de diffraction sont présentés en bleu. Ils sont nécessaires pour la recherche de la diffraction sur les plans réticulaires et pour une évaluation rapide des images topographiques de surface. La caméra vidéo analogique est placée derrière un amplificateur d'image précédé d'un cristal scintillateur. Entre le cryostat et l'amplificateur d'images, il existe un support pour la pellicule photographique. L'ensemble tourne autour du cryostat et est protégé par un blindage en plomb.

Exemple de logiciel LabView qui assure l'asservissement de phase.

LabView est l'un des plus puissants outils de programmation graphique pour les applications d'acquisition de données et de contrôle. Ce système de développement permet de créer des VI (instruments virtuels) qui permettent de concevoir ou de simuler des équipements de mesure et de contrôle.

Les bibliothèques de VIs contiennent des fonction-blocs puissants, axés sur les domaines suivants: acquisition de données, contrôle des dispositifs (sur GPIB, VXI, RS-232, CAMAC etc), analyse de données (algèbre linéaire, calcul statistique, fonctions dans le domaine temps-fréquence, filtres numériques etc.) , télé-surveillance et contrôle.

L'application « Mev4.vi » réalisée sous LabVIEW v6.1 cherche et garde la résonance série (du mode métrologique ou d'un mode anharmonique) par la méthode d'asservissement de la phase à zéro. En pratique, surtout à cause des manques d'adaptation des impédances aux fréquences élevées et à cause des capacités parasites, la phase correspondante au maximum de l'amplitude peut être différente de zéro. Le programme demande comme valeurs d'entrée une fréquence de départ (proche de celle de résonance), une consigne de phase (qui peut être différente de zéro) et une constante de phase qui entre dans l'algorithme de calcul comme paramètre du régulateur de type proportionnel.

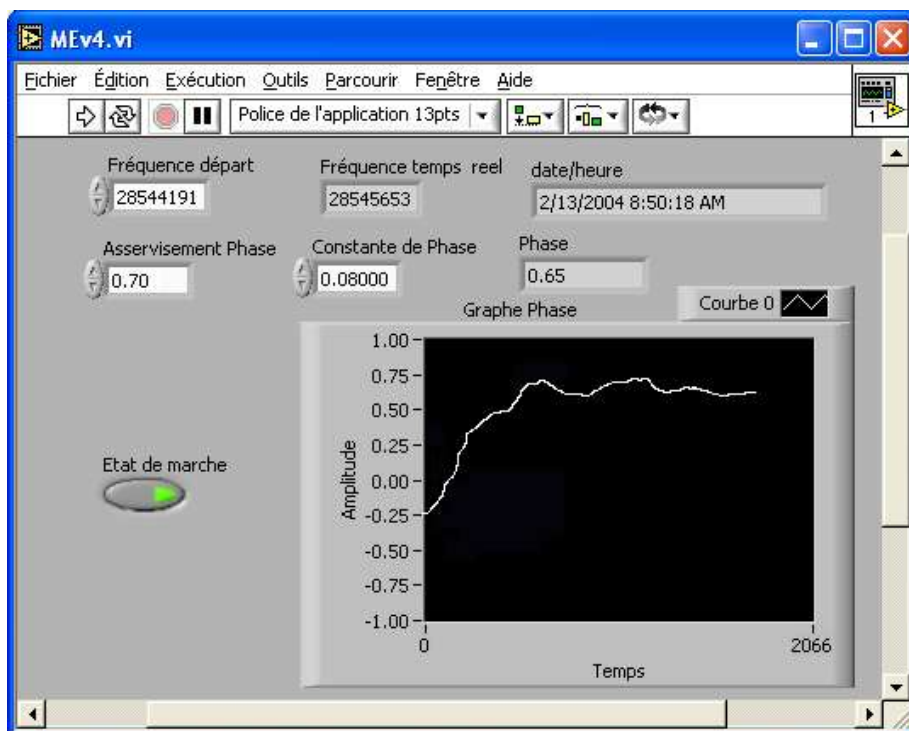


Figure 31. Application LabView pour l'asservissement de phase

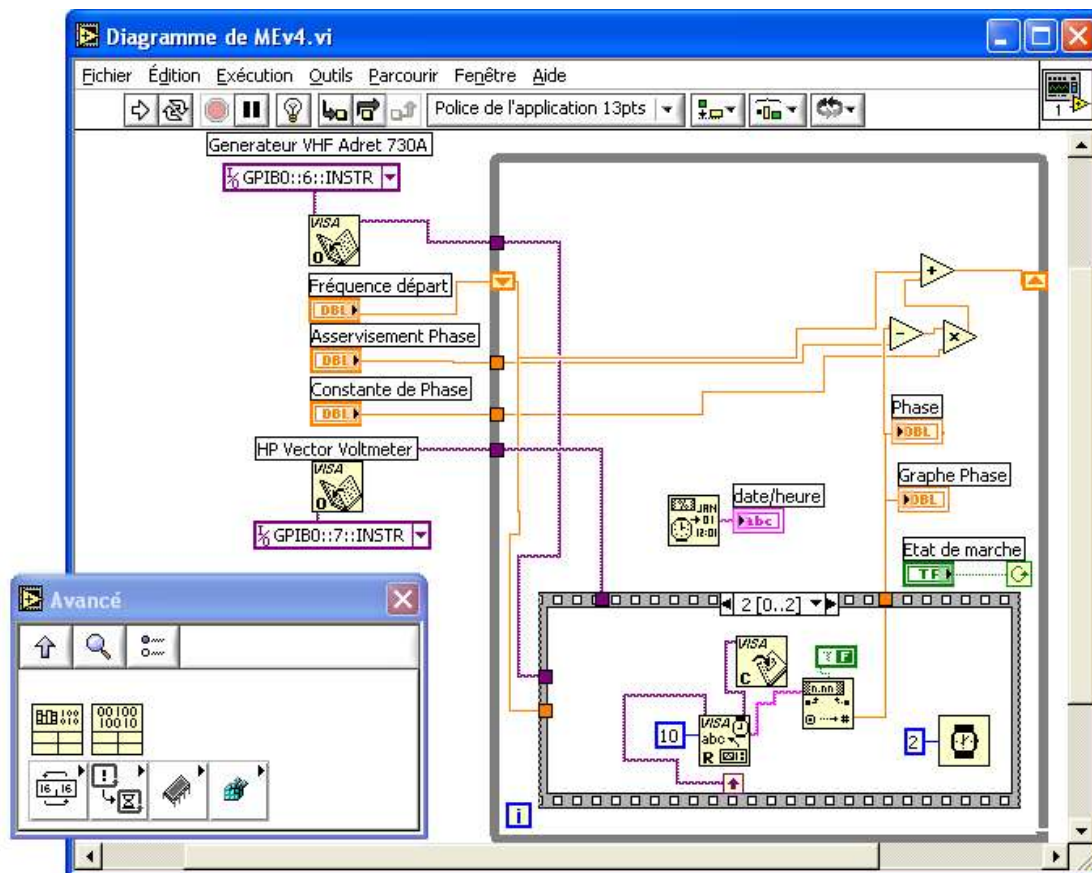


Figure 32. La diagramme associée à l'application LabView

Il faut remarquer le fait que la constante de phase doit être choisie suivant le type de résonateur et le facteur de qualité du résonateur, car, si elle est trop petite il y a une erreur d'asservissement trop grande, et si elle est trop grande alors l'asservissement devient instable, la phase oscillant autour de la valeur de consigne.

Au lancement de l'exécution, le logiciel communique avec le voltmètre vectoriel et commande la fréquence pour compenser l'écart de phase et une fois l'asservissement réalisé maintient la phase dans les limites des fluctuations liées à la température ou à d'autres grandeurs d'influence.

Exemple de logiciel LabView qui calcule les paramètres motionnels

L'application qui suit est nécessaire au calcul des paramètres motionnels R_l , L_l et C_l des résonateurs, selon la méthode décrite dans le sous-chapitre II.2, formule (112). Ce programme contrôle le synthétiseur et le voltmètre vectoriel.

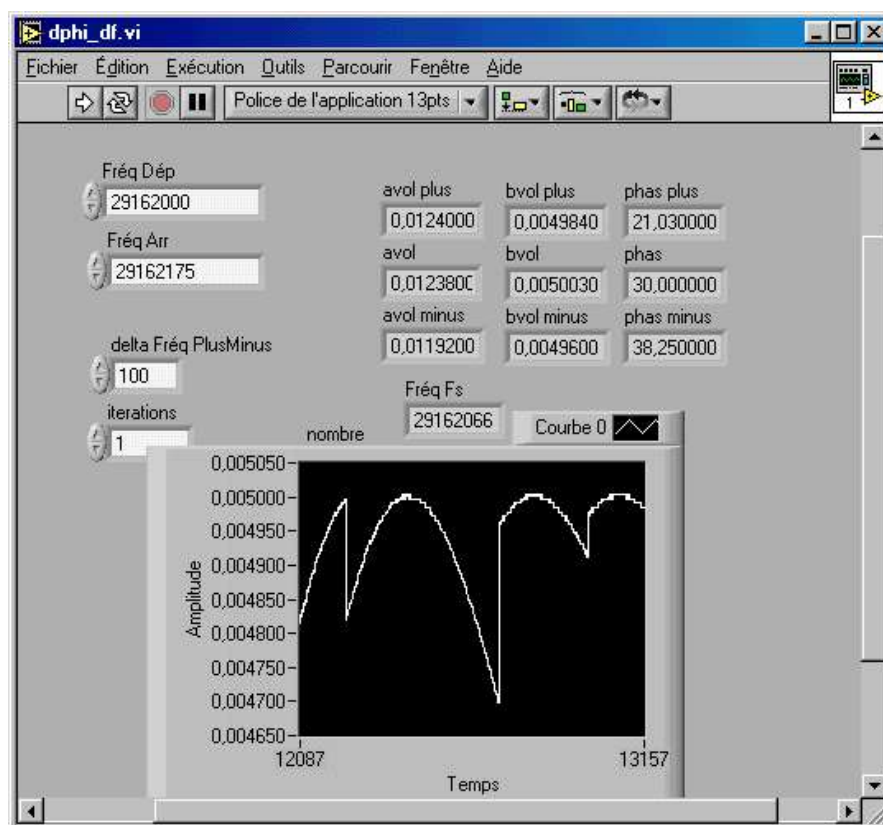
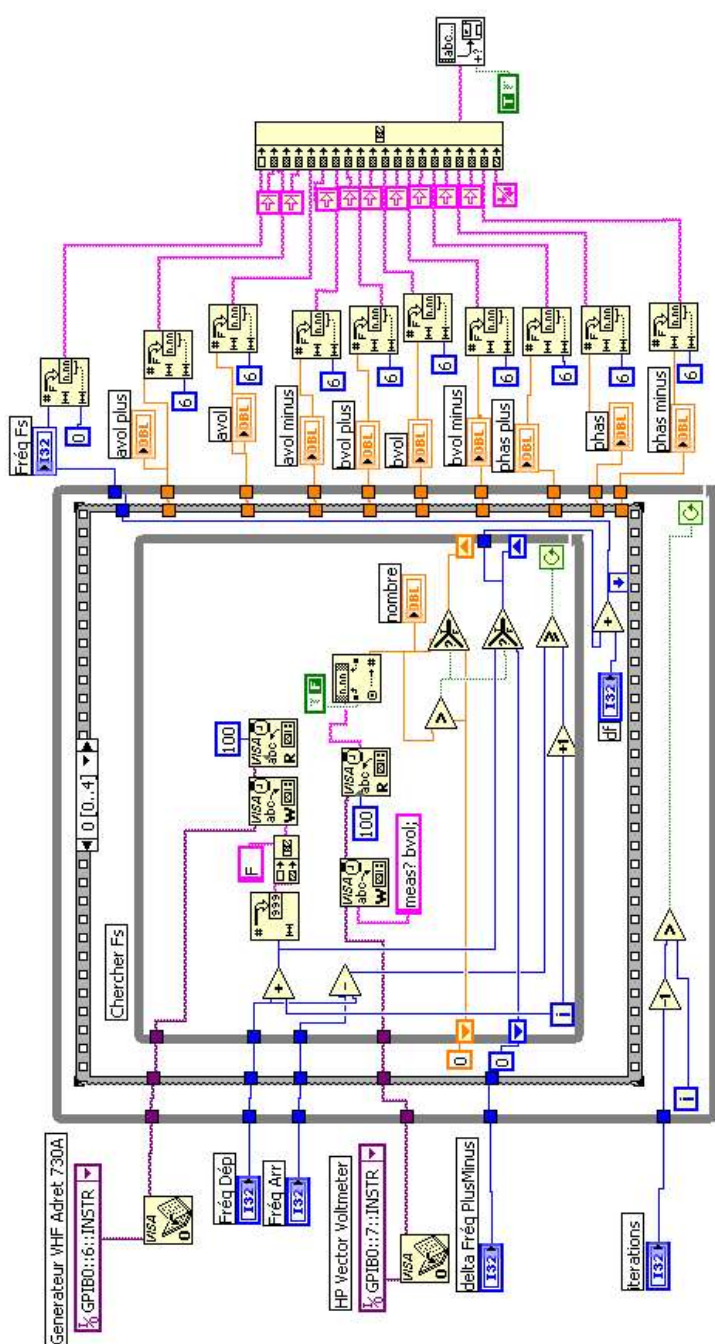


Figure 33. Application LabView pour la détermination des paramètres motionnels.

Le programme possède comme paramètres d'entrée l'intervalle de fréquence de recherche et le pas $\pm \Delta f$ (exprime en Hz) pour lequel il va calculer $\pm \Delta \phi$. Le programme est capable d'exécuter plusieurs itérations. L'algorithme incrémente la fréquence de départ Hz par Hz et suit le

maximum de l'amplitude de sortie. Si ce maximum se trouve à l'intérieur de l'intervalle, alors il affiche : la fréquence de résonance f_s , la valeur de l'amplitude (en Vrms) d'entrée, de sortie, et la phase (en degrés). Ensuite, il lit l'amplitude et la phase correspondant aux valeurs $f_s - \Delta f$ et $f_s + \Delta f$. Une fois ces valeurs obtenues, il applique la relation de calcul (2.68).



Microsoft Excel - dphi-df1.xls

E8 = 0.01227

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1	Capteur	Conditions	Fs	AVol+100	Avol-100	Bvol+100	Bvol-100	Phas+100	Phas-100				
2	sb-04	-25°C; 1atm; 3dBm	28950151	0.01188	0.01186	0.01122	0.005222	13.79	29.34	42.57			
3	sb-04	-25°C; 1atm; 3dBm	28950322	0.0118	0.01182	0.0112	0.005296	12.52	28.14	41.64			
4	sb-04	-25°C; 1atm; 3dBm	28950434	0.01215	0.01138	0.005228	0.005271	17.84	32.86	45.36			
5	sb-04	+35°C; 1atm; 3dBm	29017742	0.01232	0.01232	0.01167	0.004972	16.11	30.67	43.1			
6	sb-04	+35°C; 1atm; 3dBm	29017741	0.0123	0.0123	0.01165	0.004972	15.65	30.2	42.7			
7	sb-04	+35°C; 1atm; 3dBm	29017759	0.01217	0.01213	0.01157	0.00496	13.39	28.08	41.04			
8	sb-04	+35°C; 1atm; 3dBm	29017742	0.01228	0.01227	0.01163	0.004978	15.38	29.94	42.57			
9	sb-04	+35°C; 1atm; 3dBm	29017752	0.01219	0.01219	0.01159	0.00496	13.79	28.48	41.3			
10	sb-04	+35°C; 0.2atm; 3dBm	29017852	0.01178	0.01174	0.01103	0.005381	14.25	30.87	44.69			
11	sb-04	+35°C; 0.2atm; 3dBm	29017868	0.01161	0.01159	0.01095	0.005363	11.46	28.34	42.7			
12	sb-04	+35°C; 0.2atm; 3dBm	29017864	0.01097	0.01167	0.01097	0.005375	12.46	29.27	43.56			
13	sb-04	+35°C; 0.2atm; 3dBm	29017860	0.01160	0.01160	0.01097	0.005375	13.02	29.01	44.02			

Gata

Figure 2.34. Diagramme de l'application LabView Figure 2.35. Format du fichier Excel sauvegardé

Il faut préciser que cette méthode de détermination des paramètres motionnels peut être faite manuellement mais comme la fréquence de résonance peut varier beaucoup (en particulier dans

le cas des résonateurs thermosensibles), l'avantage de la méthode automatique reside dans sa rapidité : la fréquence de résonance est trouvée en quelques secondes et puis les valeurs f_s , $f_s - \Delta f$ și $f_s + \Delta f$ sont déterminées dans des fractions de seconde, en minimisant pratiquement tout variation aléatoire.

Les données peuvent ultérieurement être traitées dans le fichier Excel de sauvegarde. La figure 2.33 montre l'application. On voit quatre séries de tests, dont les trois derniers ont eu leur maximum d'amplitude dans l'intervalle. Les figures 2.34 et 2.35 montrent le diagramme et le format du fichier Excel.

Exemple de macro VBA pour Excel qui trace des séquences de spectres

La partie traitement de données et l'affichage des résultats a été réalisée sous Microsoft Excel et Microcal Origin. Dans la figure 2.36 on voit une macro VBA contenue dans le cadre d'une feuille Excel, qui montre le graphe des spectres à différentes températures.

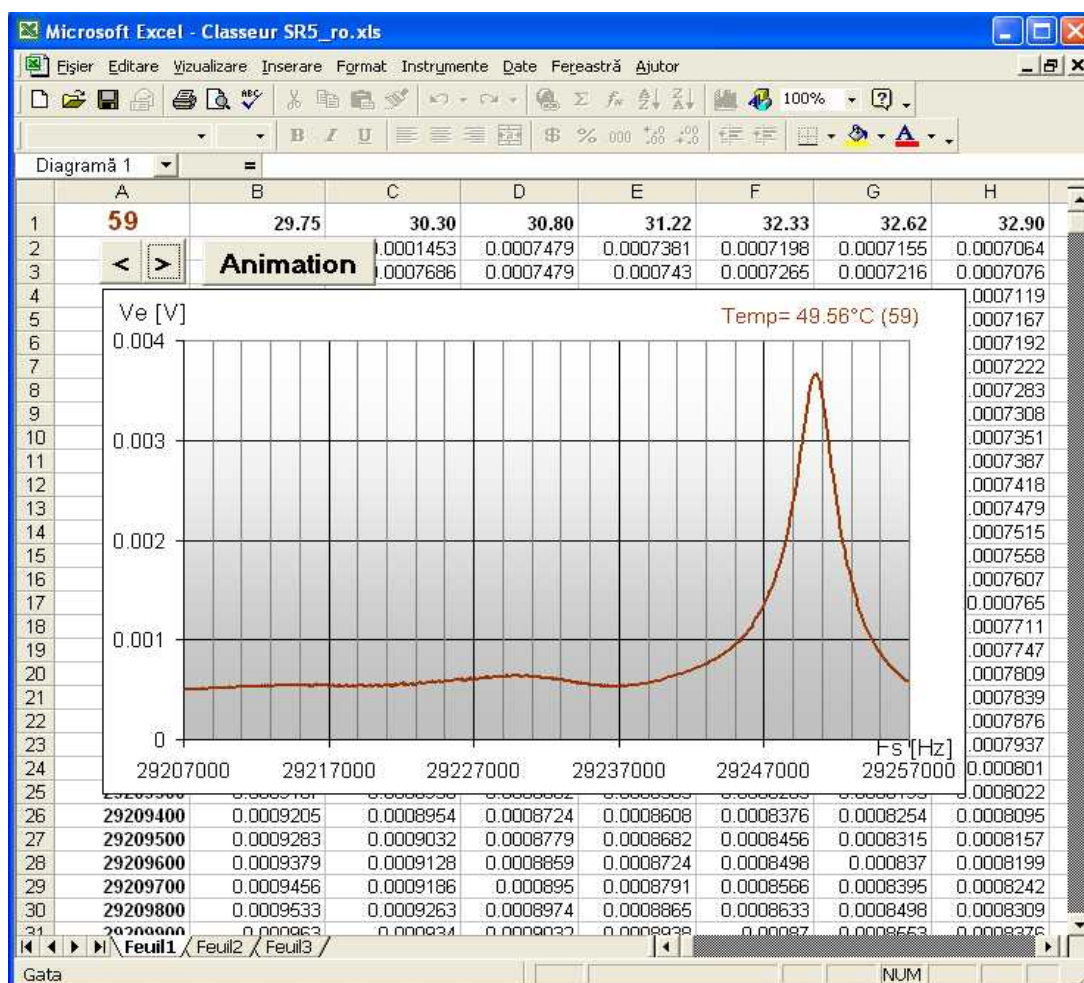


Figure 2.36. Fichier de données Excel avec macro Visual Basic

Comme on voit sur la figure, dans la colonne A est enregistrée la fréquence, et sur le reste des colonnes sont enregistrées les valeurs de la tension de sortie du réseau. Les températures correspondantes aux spectres sont mises en entête, sur la première ligne. La cellule A1 montre le numéro de la colonne correspondante au spectre présenté dans le graphe. L'application permet de visualiser une séquence de spectres dans l'ordre croissante de la température, sous la forme d'une animation, utile par exemple pour suivre des défauts genre *activity-dip*, phénomène qui sera présenté dans le chapitre IV.7.

Le lien pour télécharger le listing de cette macro VisualBasic est donné dans l'Annexe A.1.

II.7 Conclusion

Ce chapitre a décrit les moyens expérimentaux d'investigation des résonateurs qui ont été développés et/ou testés dans les chapitres III et IV.

Des références utiles pour aider à mieux comprendre la théorie et les aspects pratiques de la topographie par rayons X sont présentées dans [6], [19], [27] et [33]. Des informations supplémentaires sur les paramètres électriques équivalents des résonateurs peuvent être trouvées dans [11], [15], [39] et [40].

Les expérimentations ont été en partie pilotées par ordinateurs. L'acquisition des spectres électriques, des caractéristiques de fréquence-température, d'amplitude - température, la détermination des paramètres dynamiques des résonateurs et d'autres opérations spécifiques du travail ont été réalisées par des moyens de programmation à l'aide de divers langages de programmation comme Borland C, LabView [63] ou VisualBasic.

Les liens de téléchargement des logiciels d'acquisition et de traitement utilisés dans ce travail sont présentées dans l'Annexe A1.

CHAPITRE III.

Conception, réalisation et tests d'une structure résonante multi-électrodes (ME) fonctionnant en double-mode

CHAPITRE III.

Conception, réalisation et tests d'une structure résonante multi-électrodes (ME) fonctionnant en double-mode

III.1 Introduction

Le but du projet est de réaliser une application de mesure de la force à base des résonateurs piézo-électriques, qui devrait combiner les trois caractéristiques suivantes: structure de base classique, auto-compensation et complexité réduite de l'électronique associée.

Comme structure de base du résonateur, on a utilisé la coupe SC en double rotation (voir sous-chapitre I.1 - figure 1.1.b) ; les plaquettes ont été coupées sous la forme classique de disque plano-convexe (voir figure 3.1), empruntée aux résonateurs de haute stabilité, pour lesquels la technologie d'usinage est bien maîtrisée au LCEP. Ce genre de résonateurs fonctionne en cisaillement d'épaisseur (*thickness shear*) dont la théorie est bien connue.

A la différence des résonateurs classiques où une seule paire d'électrodes circulaires est déposée pour exciter le mode principal, ce chapitre présentera une méthode de dessin de deux jeux d'électrodes afin d'exciter séparément deux modes anharmoniques de familles différentes. Dans un premier temps, on a procédé à l'évaluation de l'amplitude de vibration des modes anharmoniques à l'aide de la théorie de Stevens et Tiersten [10] et de la théorie de Lewis [7]. Il existe trois familles de modes notées: C (cisaillement lent – *slow shear*), B (cisaillement rapide – *fast shear*), et A (extension en épaisseur – *thickness extensional*). Ces modes dépendent des constantes élastiques et piézo-électriques et des angles de coupe du quartz.

Dans le cas de la coupe SC, les modes C et les modes B présentent un intérêt ; les modes C sont quasi- compensés en température tandis que les modes B présentent une dépendance en température presque linéaire et beaucoup plus grande que les modes C. Les deux modes C et B sont également sensibles aux compressions ou tractions diamétrales, mais selon des directions différentes. On utilise une direction d'application de la force pour laquelle le mode B aura une

sensibilité quasi-nulle à la force, tout en gardant sa grande sensibilité à la température, tandis que le mode C sera plus sensible à la force qu'à la température. A partir de ces particularités, et en rentrant les caractéristiques de transfert dans l'algorithme d'un circuit électronique de traitement, un capteur complet de force compensé en température et à sortie digitale pourra être réalisé.

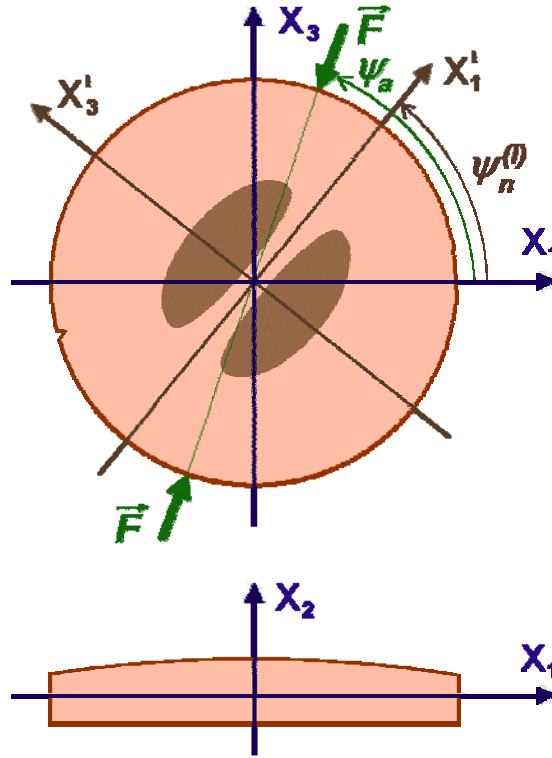


Figure 3.1. Résonateur plano-convexe soumis à une compression diamétrale F suivant l'angle ψ_a

Pour éviter de réaliser un montage électronique complexe avec deux oscillateurs couplés utilisant une seule paire d'électrodes, on a choisi la solution d'utiliser des jeux d'électrodes différents pour chacun des modes. Comme les modes principaux B et C sont localisés dans la région centrale du disque, la séparation spatiale n'est possible que pour des paires de modes anharmoniques orthogonaux. Une étape importante a été la conception de la forme des électrodes afin d'obtenir un optimum d'amplitude (résistance motionnelle R_1 faible, capacité statique C_0 limitée) pour les modes sélectionnés, en limitant le plus possible les autres modes. De plus, pour éviter des capacités de couplage entre les différentes électrodes, un critère de séparation électrique a été imposé.

Les premiers résonateurs ME d'un diamètre de 13,2 mm fonctionnant à 7,2 et 7,9 MHz ont été réalisés et testés. Pour éviter l'oxydation, des électrodes en or ont été déposées sur une sous-couche superficielle de chrome, puis gravées par photolithographie.

Le sous-chapitre préliminaire présente des séries de topographies par diffraction de rayons X sur deux types de structures initiales. Ces topographies et spectres permettent d'évaluer les valeurs des fréquences, des amplitudes et la forme des modes anharmoniques de vibration. Ensuite, les sous-chapitres III.3 et III.4 traitent de l'étape de conception de la structure multi-électrodes résonante. Les derniers sous-chapitres présentent des mesures électriques et des topographies de la structure multi-électrodes optimisée et donnent les équations de transfert. Finalement, les perspectives de réalisation d'un capteur complet à électronique embarquée sont discutées

III.2 Etudes topographiques préliminaires sur des modes de vibration des résonateurs en coupe SC

Dans ce sous-chapitre nous sommes surtout intéressé d'avoir des informations sur les valeurs des fréquences et les allures des modes B et C de vibration en cisaillement d'épaisseur. Sur les quatre paires d'électrodes, différentes combinaisons de connexions en parallèle et en antiparallèle ont été réalisées. Puis, les spectres électriques et des topographies associées pour les modes les plus significatifs ont été effectués.

Les spectres ont été réalisés à l'aide d'un pont en PI de mesure – voir le sous-chapitre II.5.

La méthode de topographie choisie a été celle de Lang, compte tenu de sa résolution supérieure. Une approche théorique de la topographie par diffraction de rayons X a été présentée dans les sous-chapitres II.3 et II.4 et des aspects pratiques relatifs à la méthode de Lang sont discutés dans le paragraphe II.6.1.

Les topographies de Lang, qui seront présentées dans ce qui suit, ont été effectuées sur deux plans réticulaires, afin de visualiser les deux modes différents de vibration impliqués : B et C. Ces deux plans arbitrairement appelés *Plan I* et *Plan II* possèdent les indices de Miller suivants:

- o Plan II – pour visualiser le mode C – composante $u1$ – l'orientation est 10.0 (ou $1\bar{1}.0$ lorsque l'angle de coupe φ est négatif) ;
- o Plan I – pour visualiser le mode B – composante $u3$ – l'orientation est 12.2 (ou $11.\bar{2}$ respectivement).

Les angles de diffraction (de Bragg) de ces deux plan ont les valeurs suivantes :

- o Plan II : $2\theta = 19,1^0$, $n=2$ (diffraction de deuxième ordre) ;
- o Plan I : $2\theta = 22,4^0$, $n=1$.

Il est à remarquer que les deux plans sont les plus perpendiculaires possible aux composantes visualisées, mais ils ne sont pas exactement perpendiculaires à celles-ci , il y aura donc toujours des projections de la composante $u1$ sur le plan I et aussi de la composante $u3$ sur le plan II.

III.2.1 Spectres électriques et topographies sur une structure multi-électrodes conçue pour opérer sur les modes anharmoniques (3,0,1) et (3,1,0)

Afin d'évaluer expérimentalement l'amplitude de vibration des modes, une série de topographies a initialement été effectuée sur un résonateur à coupe SC de 15 mm diamètre, oscillant à 5 MHz en partiel 3. Sur les faces plan-convexes de ce résonateur, quatre paires d'électrodes ont été déposées, pour exciter en antiparallèle les modes anharmoniques (3,0,1) et (3,1,0).

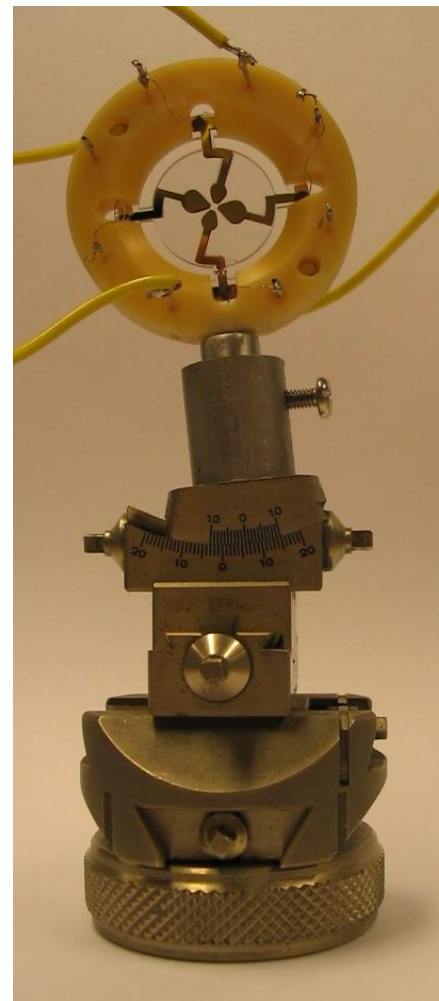


Figure 3.2. Résonateur multi-électrodes positionné sur la tête de la table de Lang et orienté pour topographier les modes C

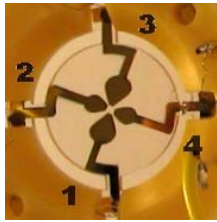


Fig. 3.3. Plan I : u_3 (pour mode B)

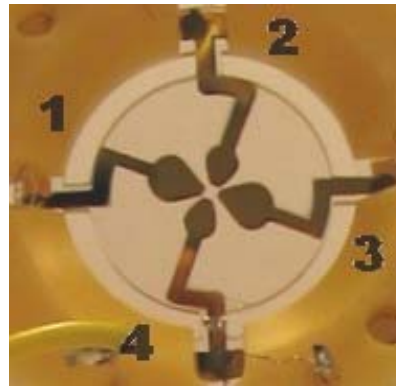
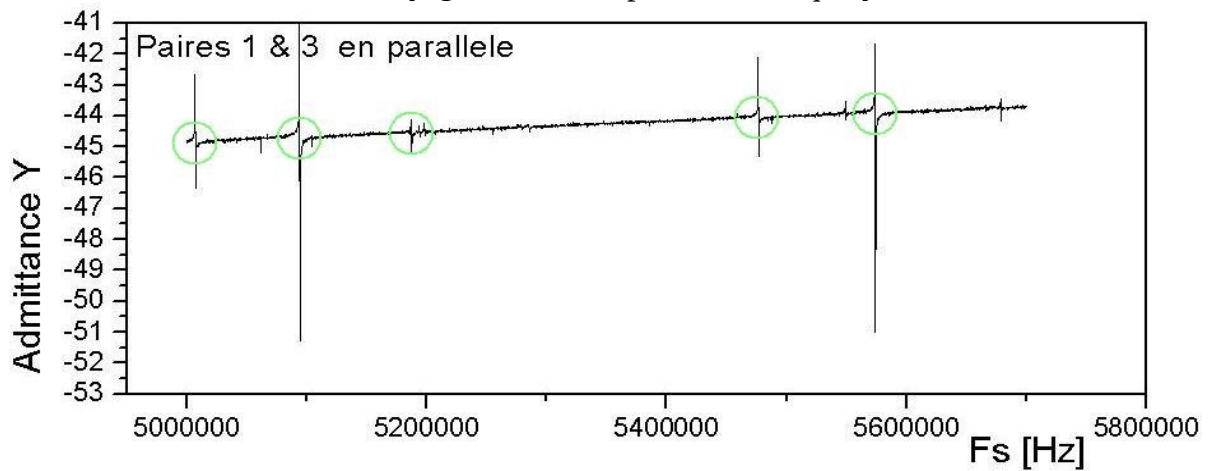


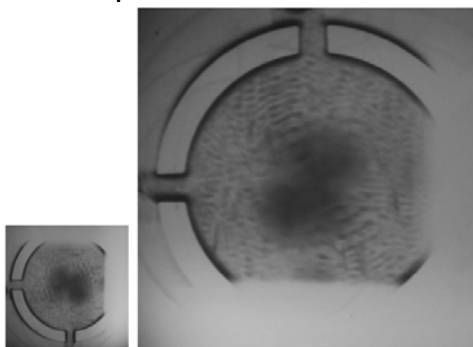
Fig. 3.4. Plan II : u_1 (pour mode C)

Les topographies effectuées sur le Plan I ont été ultérieurement tournées de 90° pour se superposer au système de coordonnées X_1X_3 du Plan II. Les images originales non tournées sont également reproduites – mais en dimensions réduites. La notation des paires 1 à 4 est arbitraire. Sur la figure 3.4 est présenté le système d'axes local X_1X_3 du résonateur tourné pour la visualisation du Plan II. Les images topographiques suivantes respectent ce système d'axes.

Paires 1&3 en Parallèle (figure 3.5. Réponse électrique.)

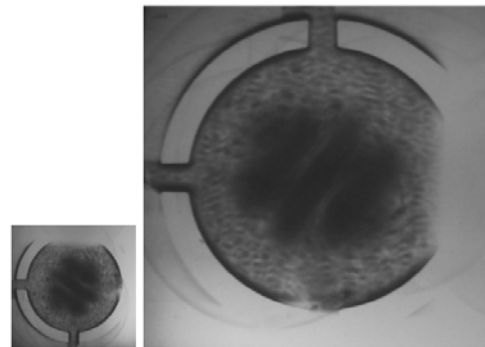


Plan I – pour mode C

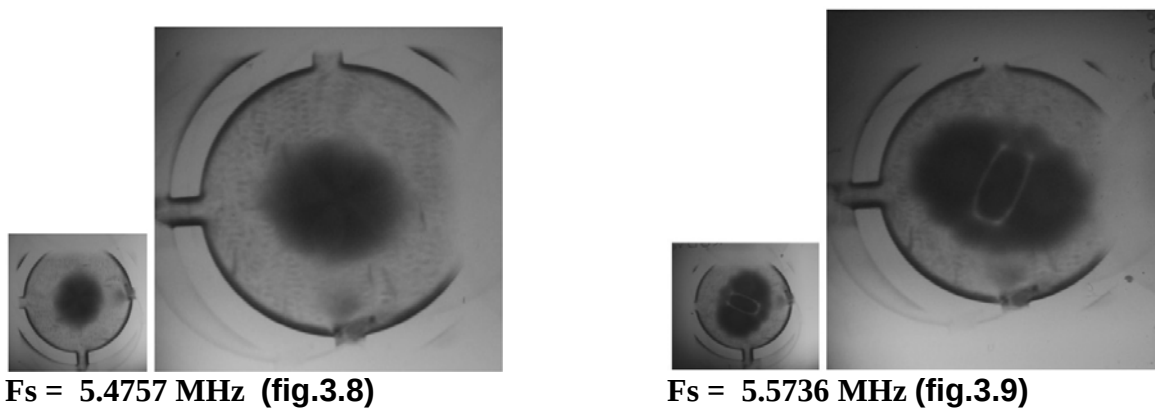


$F_s = 5.0068 \text{ MHz}$ (fig. 3.6)

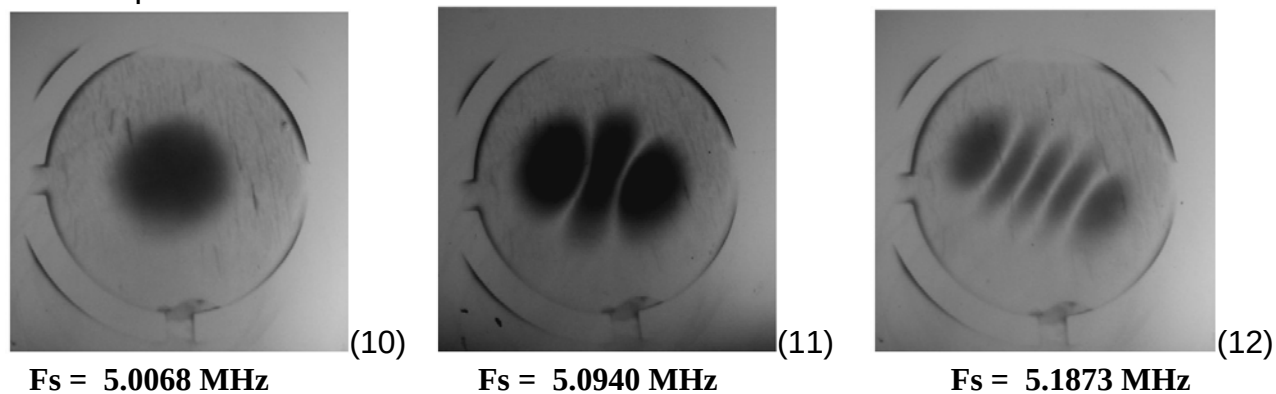
Plan I - pour mode B



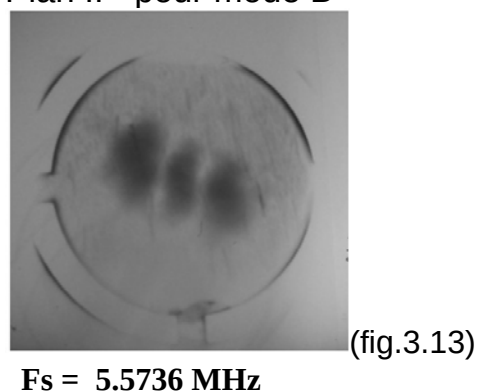
$F_s = 5.0940 \text{ MHz}$ (fig. 3.7)



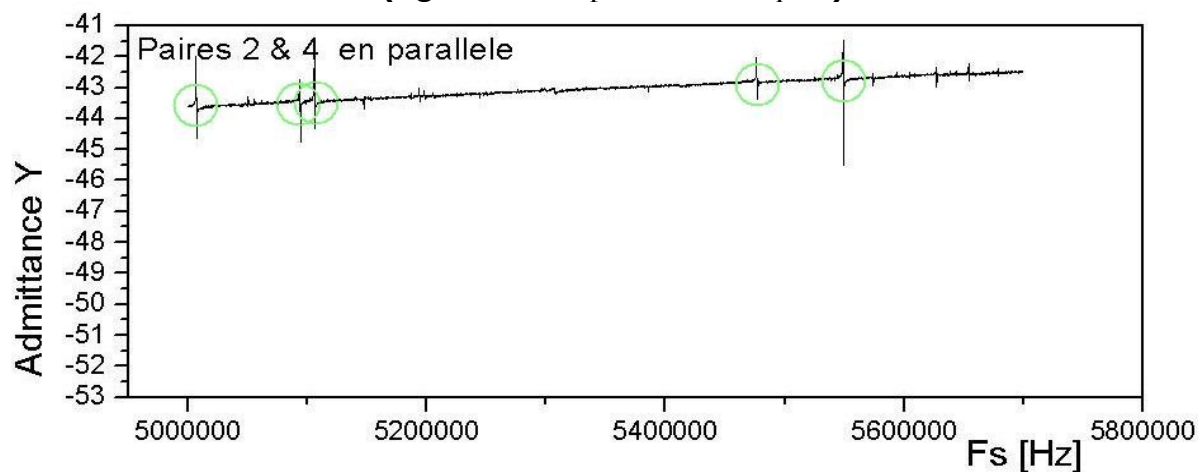
Plan II - pour mode C



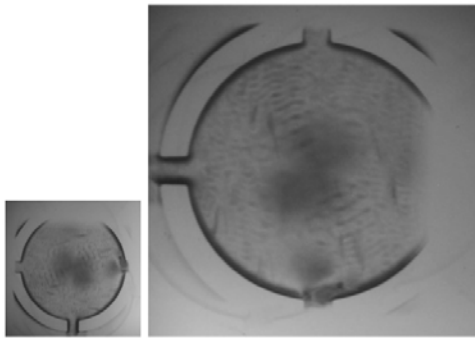
Plan II - pour mode B



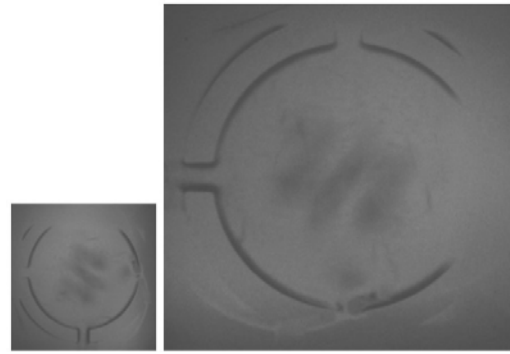
Paires 2&4 en Parallèle (fig. 3.14 . Réponse électrique.)



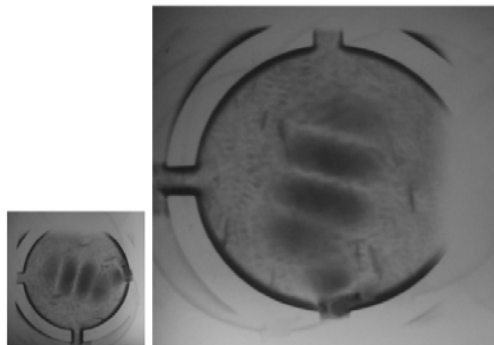
Plan I - pour mode C



$F_s = 5.0068 \text{ MHz}$ (fig.3.15)

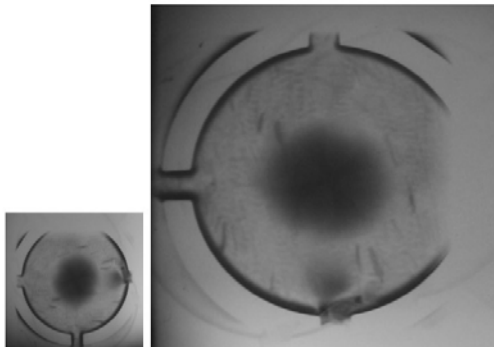


$F_s = 5.09406 \text{ MHz}$ (fig.3.16)

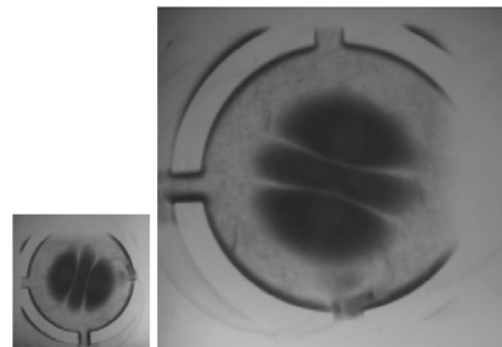


$F_s = 5.10384 \text{ MHz}$ (fig.3.17)

Plan I - pour mode B

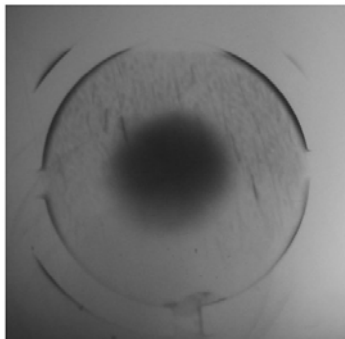


$F_s = 5.4763 \text{ MHz}$ (fig.3.18)

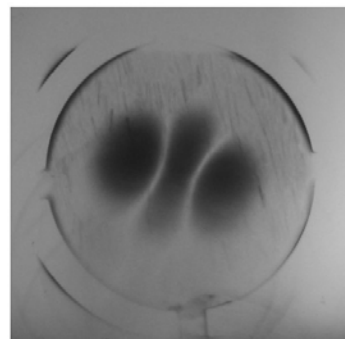


$F_s = 5.5481 \text{ MHz}$ (fig.3.19)

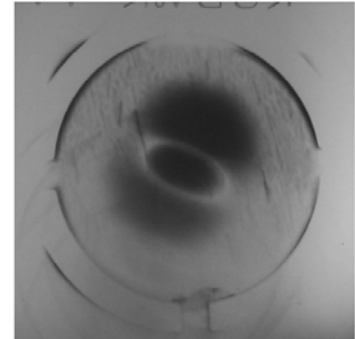
Plan II - pour mode C



$F_s = 5.0068 \text{ MHz}$ (f.3.20)

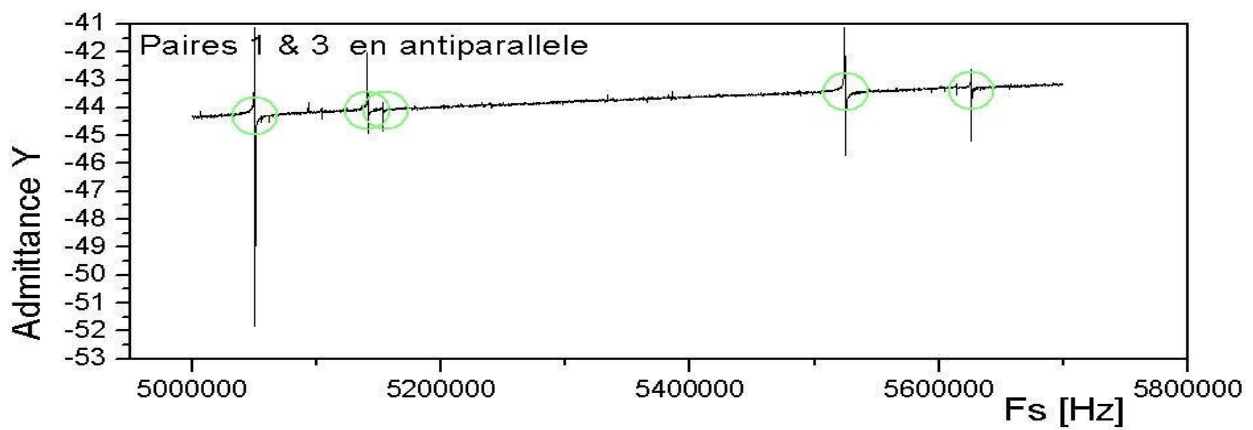


$F_s = 5.09406 \text{ MHz}$ (f.3.21)

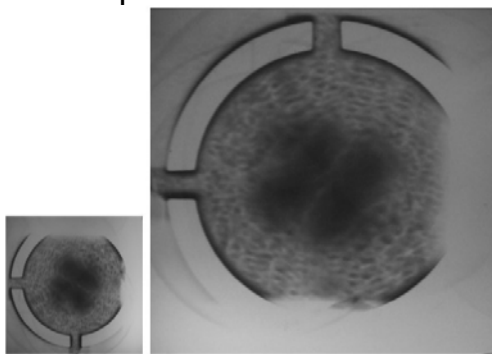


$F_s = 5.10384 \text{ MHz}$ (f.3.22)

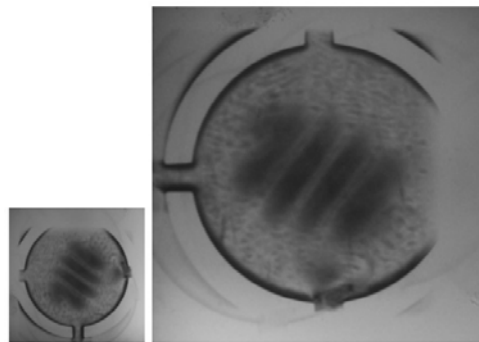
Paires 1&3 en Antiparallèle (fig. 3.23. Réponse électrique.)



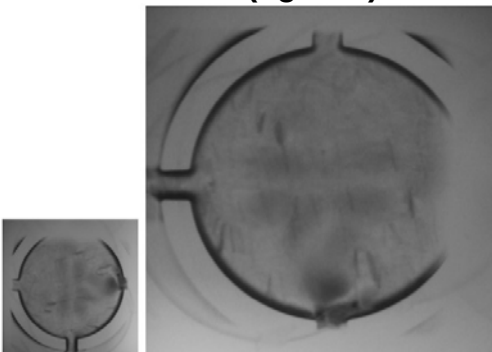
Plan I - pour mode C



$F_s = 5.0503$ MHz (fig.3.24)

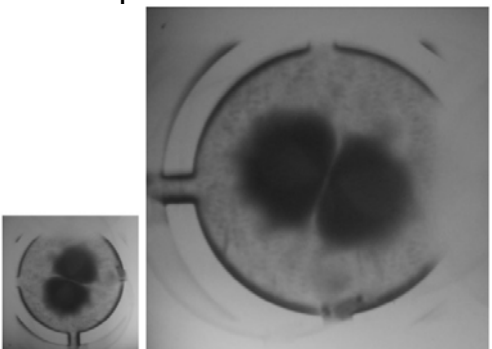


$F_s = 5.1409$ MHz (fig.3.25)

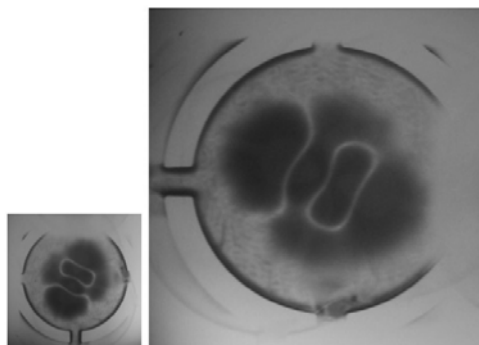


$F_s = 5.1474$ MHz (fig.3.26)

Plan I - pour mode B

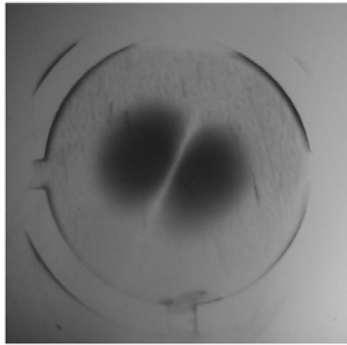


$F_s = 5.5249$ MHz (fig.3.27)

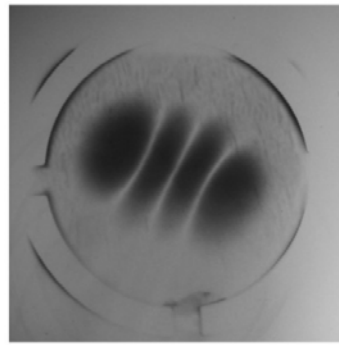


$F_s = 5.65256$ MHz (fig.3.28)

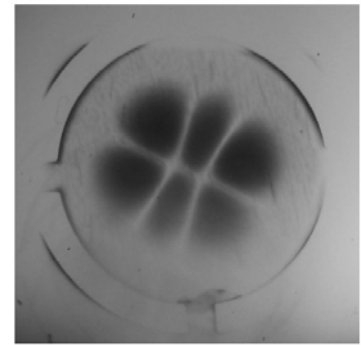
Plan II - pour mode C



$F_s = 5.0503 \text{ MHz}$ (f.3.29)

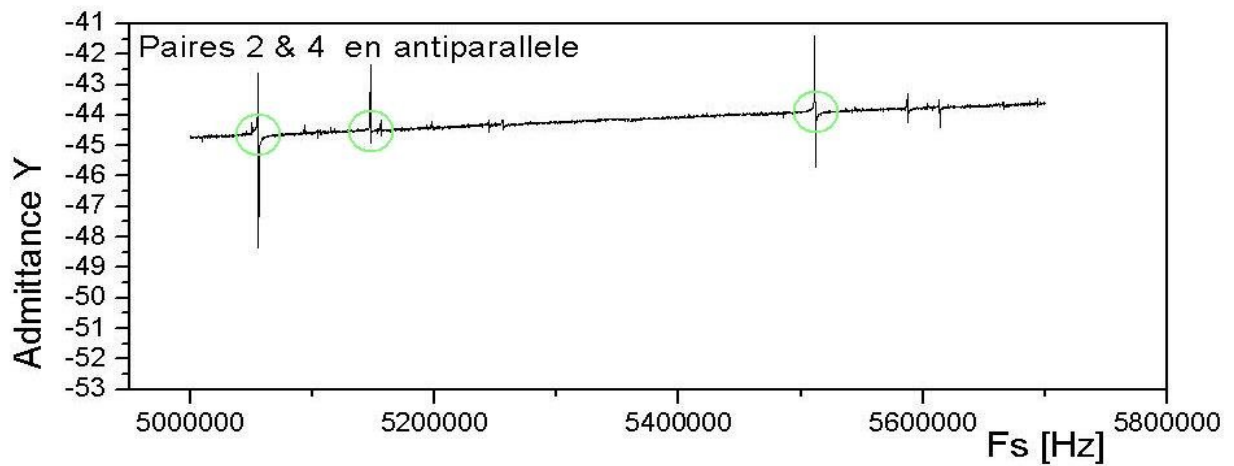


$F_s = 5.1409 \text{ MHz}$ (f.3.30)

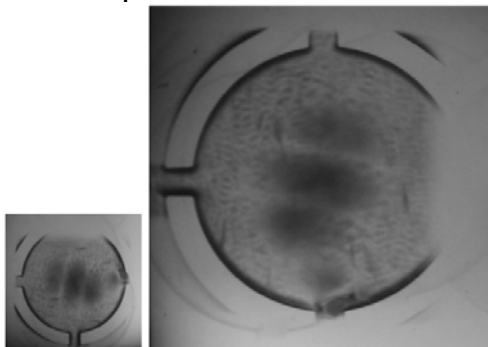


$F_s = 5.1474 \text{ MHz}$ (f.3.31)

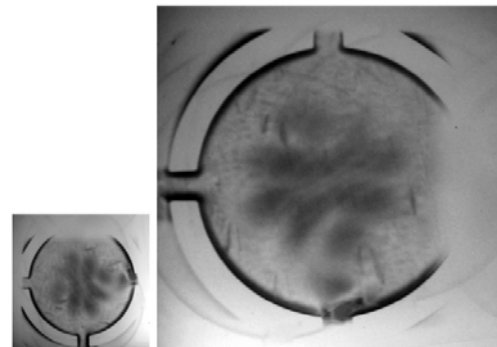
Paires 2&4 en Antiparallèle (fig. 3.32. Réponse électrique.)



Plan I - pour mode C

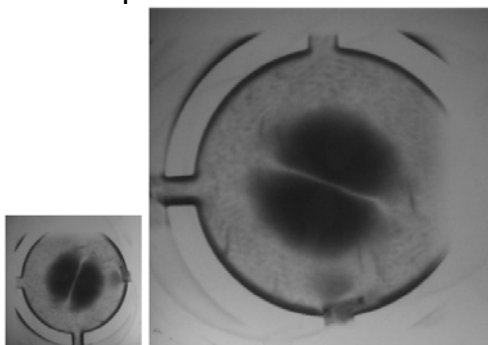


$F_s = 5.0557 \text{ MHz}$ (fig.3.33)



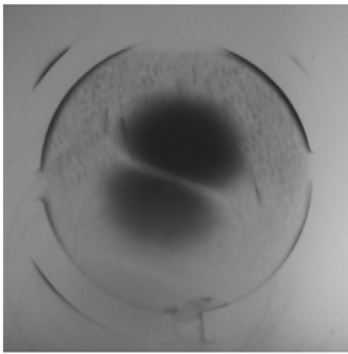
$F_s = 5.1474 \text{ MHz}$ (fig.3.34)

Plan I - pour mode B



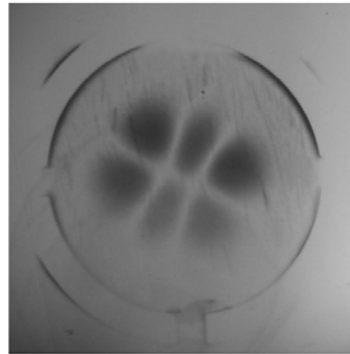
$F_s = 5.5115 \text{ MHz}$ (fig.3.35)

Plan II - pour mode C



$F_s = 5.0557 \text{ MHz}$

(fig.3.36)



$F_s = 5.1474 \text{ MHz}$

(fig.3.37)

III.2.1 Spectres électriques et topographies sur une structure multi-électrodes conçue pour opérer sur les modes anharmoniques (3,0,2) et (3,2,0)

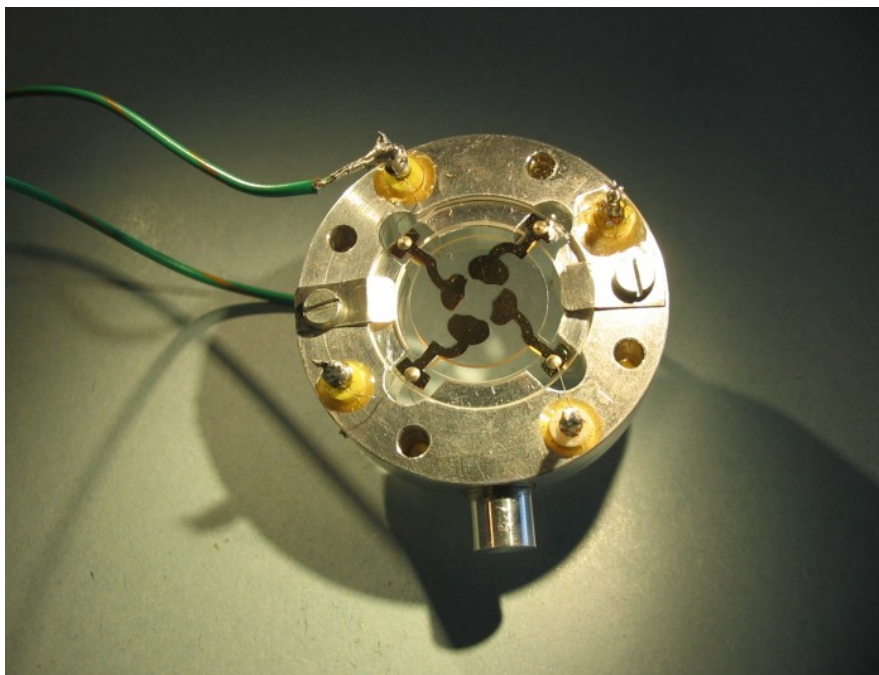
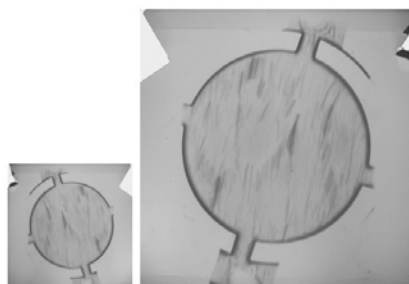


Figure 3.38. Résonateur multi-électrodes conçu pour opérer sur les modes anharmoniques (3,0,2) et (3,2,0)



Plan II – résonateur non-excité électriquement

(figure 3.39)

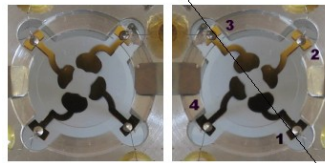


Figure 3.40. Plan I u3 (pour mode B)

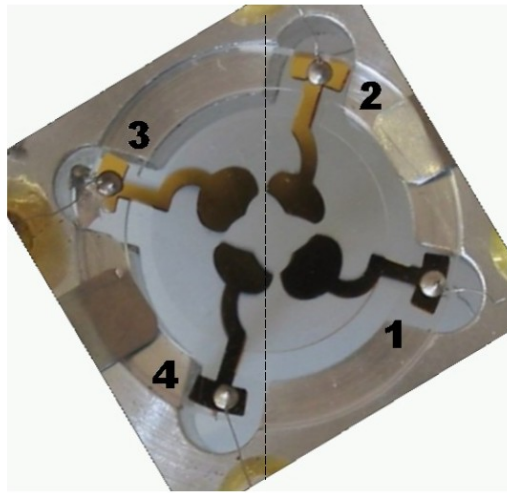
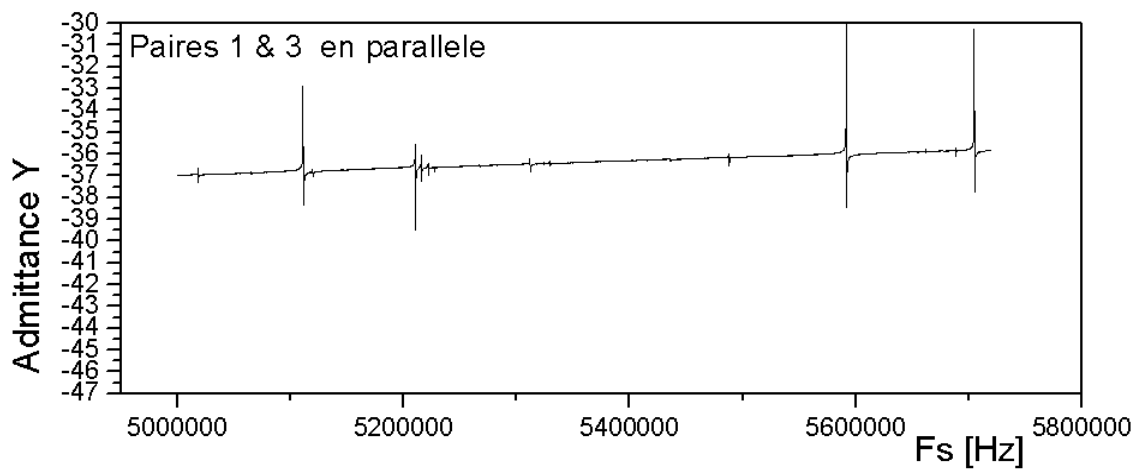
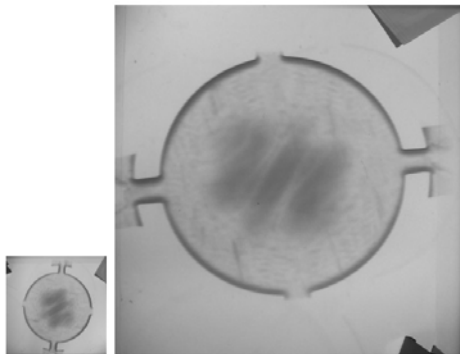


Figure 3.41. Plan II u1 (pour mode C)

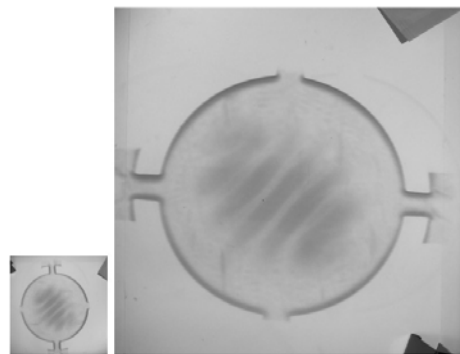
Paires 1&3 en Parallèle (fig.3.42. Réponse électrique.)



Plan I - pour mode C

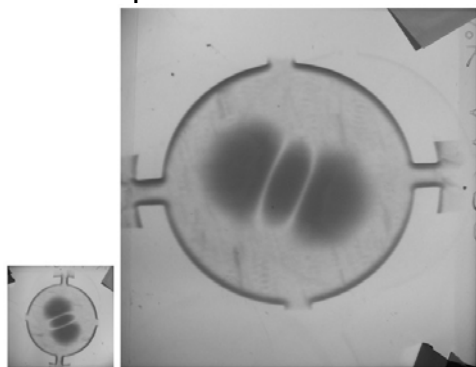


$F_s = 5.11115 \text{ MHz}$ (fig.3.43)

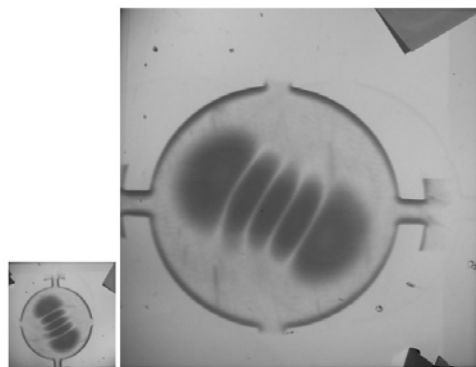


$F_s = 5.2105 \text{ MHz}$ (fig.3.44)

Plan I - pour mode B

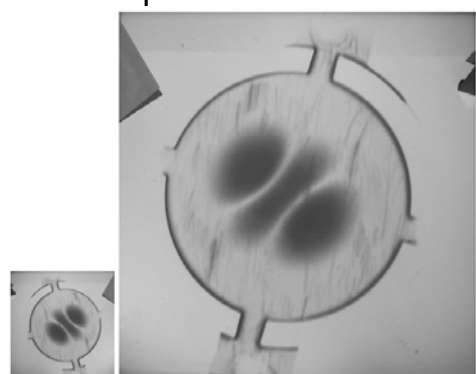


$F_s = 5.5913 \text{ MHz}$ (fig.3.45)

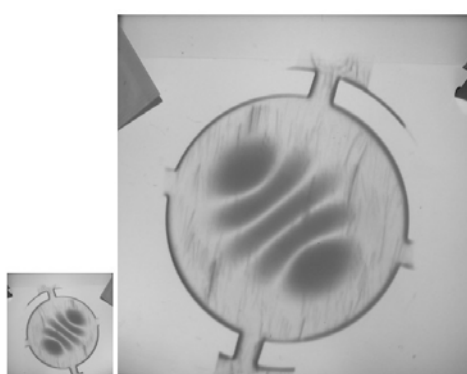


$F_s = 5.7043 \text{ MHz}$ (fig.3.46)

Plan II - pour mode C

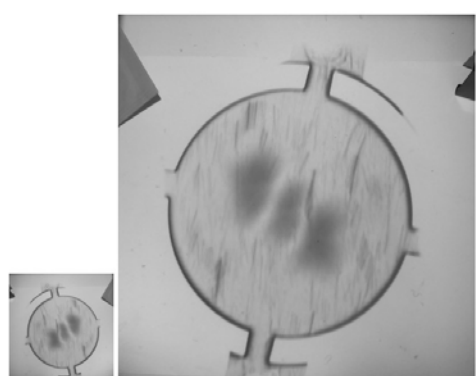


$F_s = 5.1111 \text{ MHz}$ (fig.3.47)

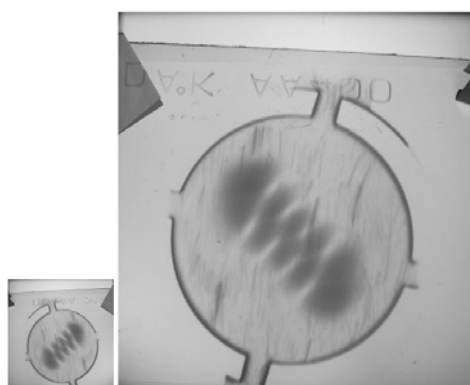


$F_s = 5.2104 \text{ MHz}$ (fig.3.48)

Plan II - pour mode B

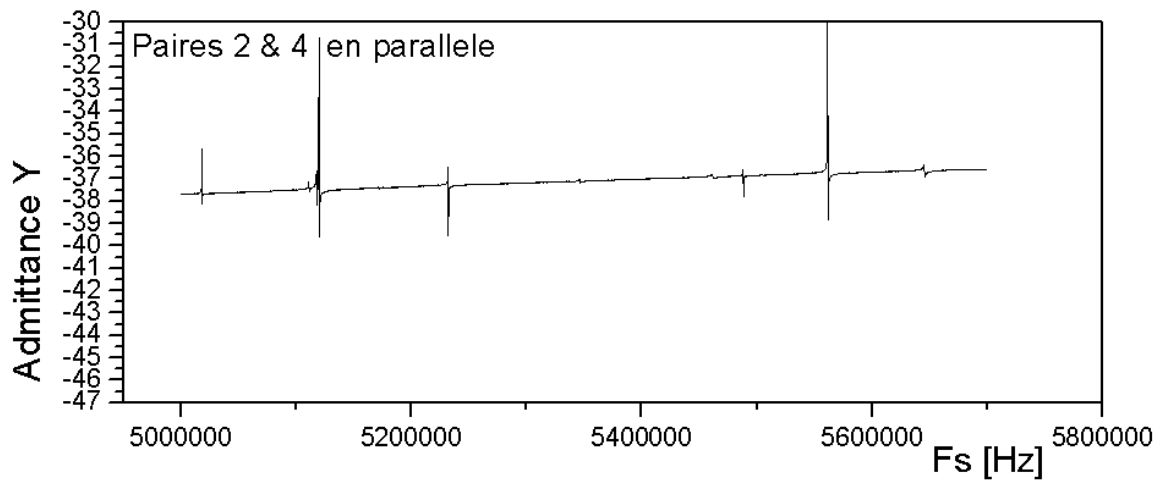


$F_s = 5.5913 \text{ MHz}$ (fig.3.49)

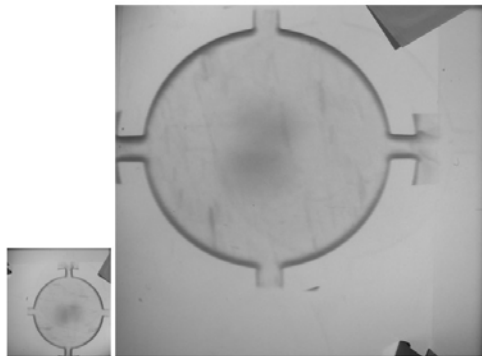


$F_s = 5.7043 \text{ MHz}$ (fig.3.50)

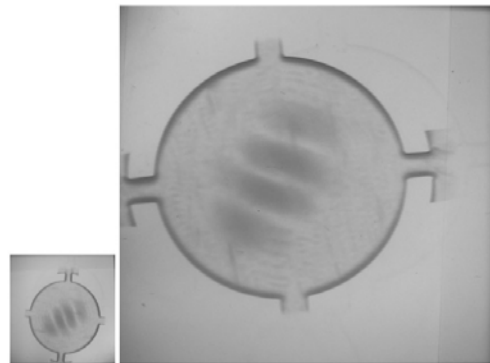
Paires 2&4 en Parallèle (fig.3.51. Réponse électrique.)



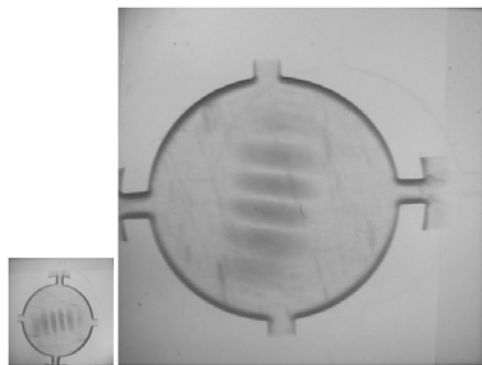
Plan I - pour mode C



$F_s = 5.018$ MHz (fig.3.52)

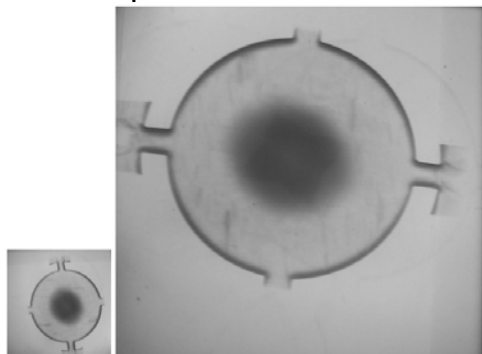


$F_s = 5.1198$ MHz (fig.3.53)

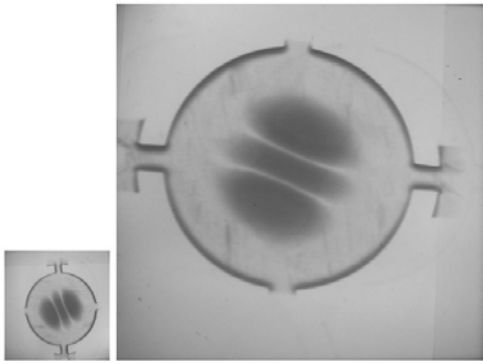


$F_s = 5.2319$ MHz (fig.3.54)

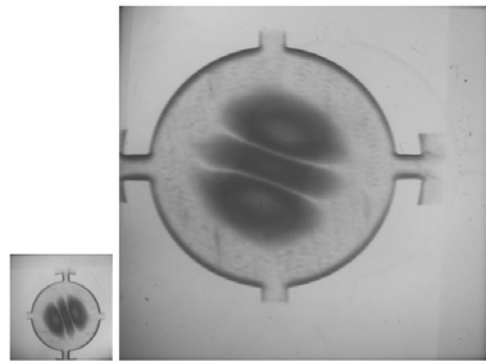
Plan I - pour mode B



$F_s = 5.4875$ MHz (fig.3.55)

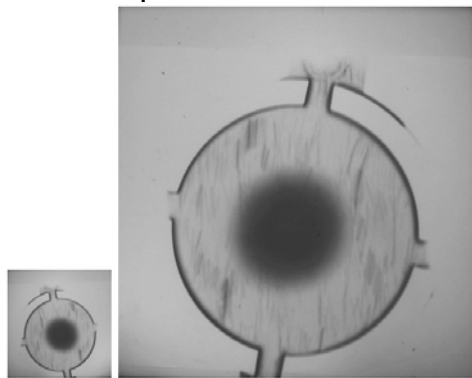


$F_s = 5.561 \text{ MHz}$ (fig.3.56)

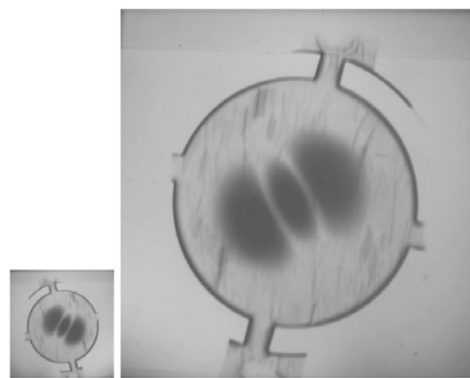


$F_s = 5.561 \text{ MHz}$ (surexcité) (fig.3.57)

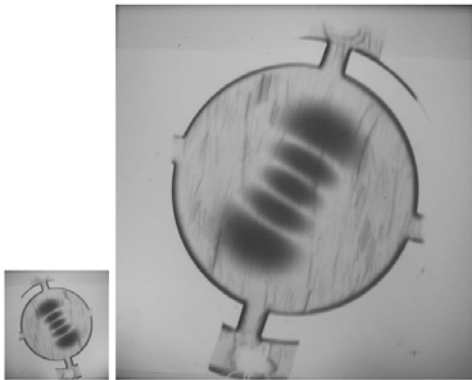
Plan II - pour mode C



$F_s = 5.018 \text{ MHz}$ (fig.3.58)

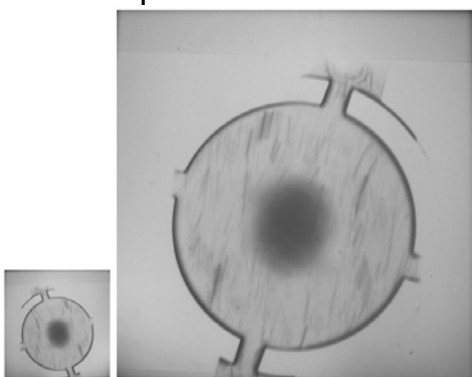


$F_s = 5.1198 \text{ MHz}$ (fig.3.59)

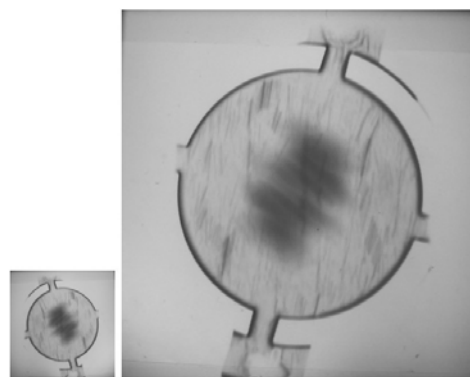


$F_s = 5.2319 \text{ MHz}$ (fig.3.60)

Plan II - pour mode B

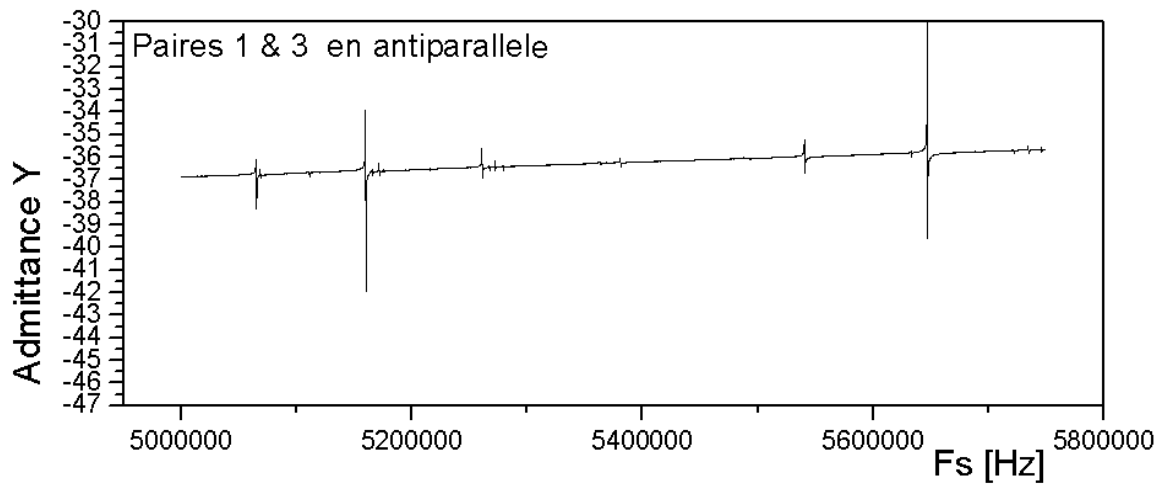


$F_s = 5.487 \text{ MHz}$ (fig.3.61)

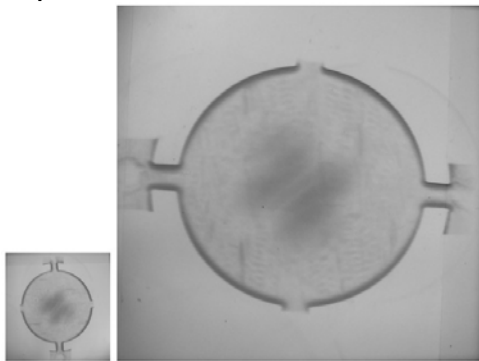


$F_s = 5.5608 \text{ MHz}$ (fig.3.62)

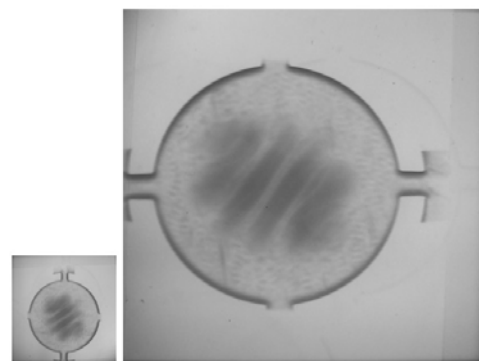
Paires 1&3 en Antiparallèle (fig. 3.63. Réponse électrique.)



Plan I - pour mode C

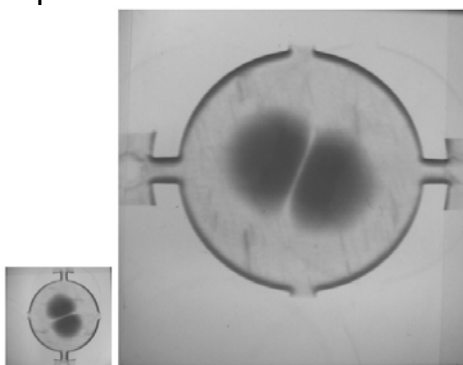


$F_s = 5.06519$ MHz (fig.3.64)

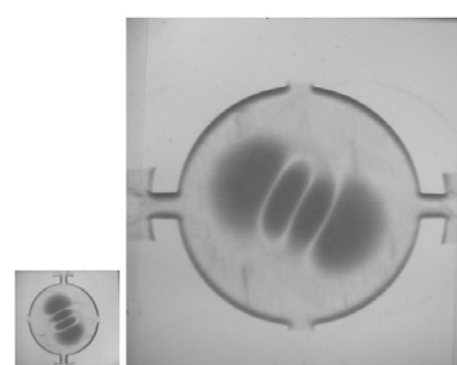


$F_s = 5.1600$ MHz (fig.3.65)

Plan I - pour mode B

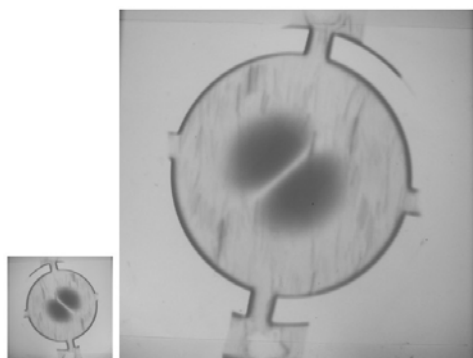


$F_s = 5.54046$ MHz (fig.3.66)

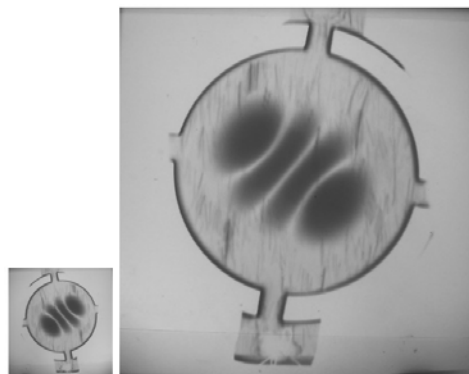


$F_s = 5.6462$ MHz (fig.3.67)

Plan II - pour mode C

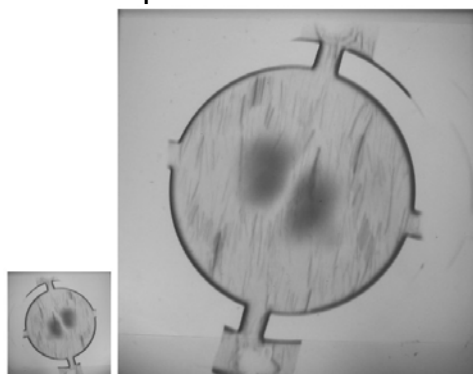


$F_s = 5.0652 \text{ MHz}$ (fig.3.68)



$F_s = 5.1600 \text{ MHz}$ (fig.3.69)

Plan II - pour mode B

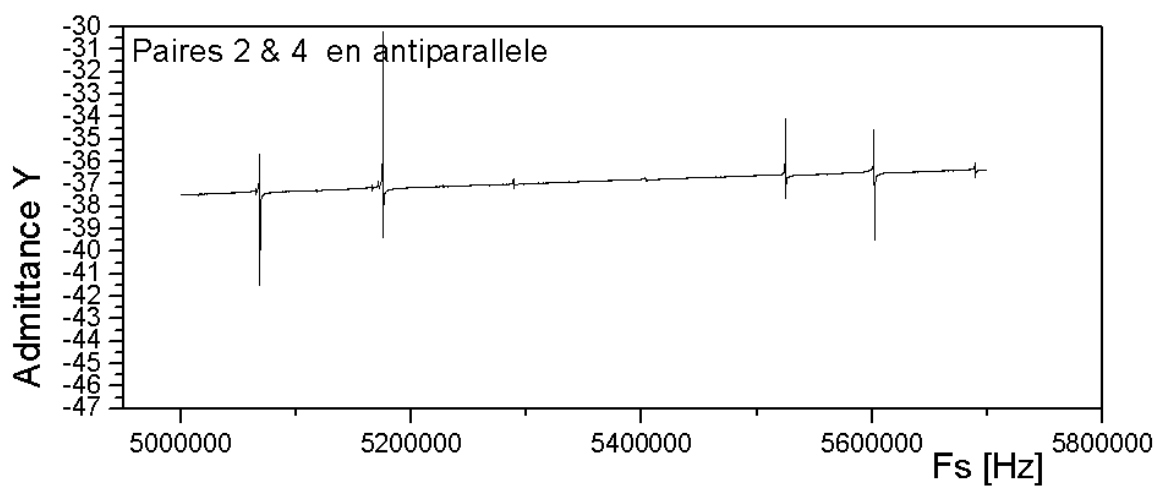


$F_s = 5.54046 \text{ MHz}$ (fig.3.70)

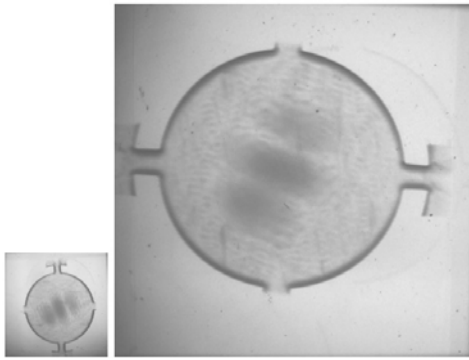


$F_s = 5.6462 \text{ MHz}$ (fig.3.71)

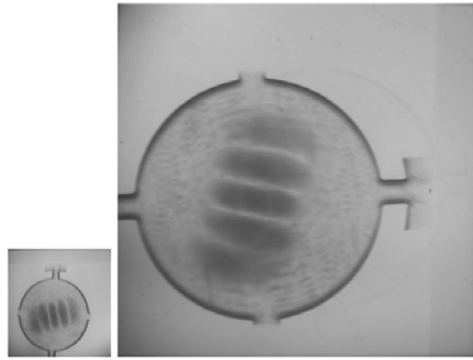
Paires 2&4 en Antiparallèle (fig. 3.72. Réponse électrique.)



Plan I - pour mode C

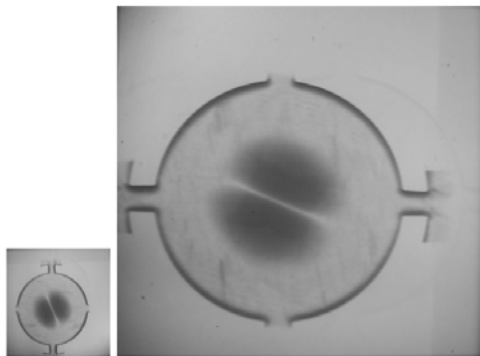


$F_s = 5.0683$ MHz (fig.3.73)

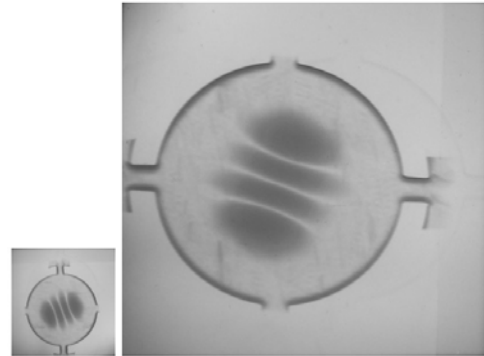


$F_s = 5.17520$ MHz (fig.3.74)

Plan I - pour mode B

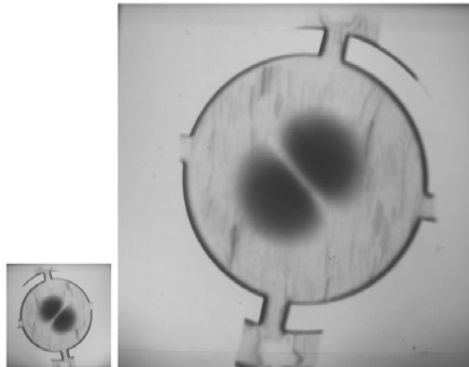


$F_s = 5.5241$ MHz (fig.3.75)

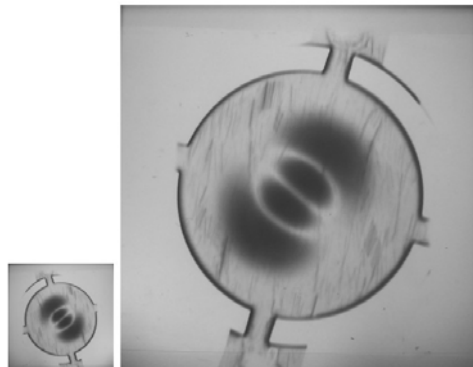


$F_s = 5.6012$ MHz (fig.3.76)

Plan II - pour mode C

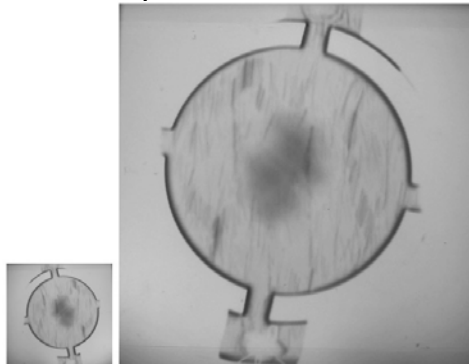


$F_s = 5.0683$ MHz (fig.3.77)

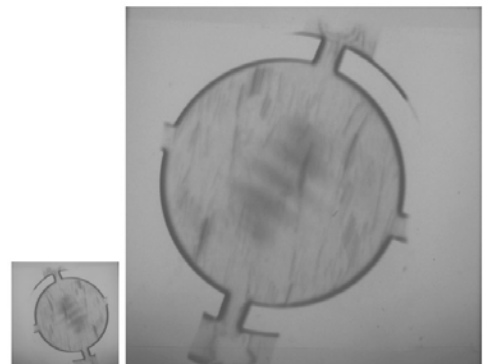


$F_s = 5.1752$ MHz (fig.3.78)

Plan II - pour mode B



$F_s = 5.5242$ MHz (fig.3.79)



$F_s = 5.6012$ MHz (fig.3.80)

III.3 Calcul numérique de l'amplitude des modes à l'aide de la théorie de Lewis

La théorie de Lewis [7] donne l'amplitude a_n du n -ième mode à partir du rapport d'intégrales:

$$a_n = \frac{\iiint_V e_{kij} E_k^S S_{ij}^n dV}{\iiint_V c_{ijkl} S_{ij}^n S_{kl}^n dV} \quad (3.1)$$

où :

E_k^S – champ électrique créé par les électrodes en absence des déformations piézoélectriques.

S_{ij}^n – déformation associée au n -ième mode de vibration

V – volume du résonateur

e_{kij}, c_{ijkl} – coefficients piézoélectriques et élastiques de raideur.

La résistance motionnelle R_l est donnée par l'expression:

$$R_l = \frac{1}{Q\omega_{nmp}} \cdot \frac{\iiint_V c_{ijkl} S_{ij}^{nmp} S_{kl}^{nmp} dV}{\left(\iiint_V e_{kij} E_k^S S_{ij}^{nmp} dV \right)^2} \quad (3.2)$$

Dans le cas du résonateur à quartz sous forme de plaque vibrant en mode d'épaisseur et excité par un champ électrique normal à la plaque, la formule (3.1) devient:

$$a_n = \frac{\iiint_V e_{26}^{(i)} E_2 \frac{\partial u}{\partial x_2} dV}{\iiint_V c_{66}^{(i)} \left(\frac{\partial u}{\partial x_2} \right)^2 dV} \quad (3.3)$$

où u est le déplacement mécanique.

En considérant que le champ $E_2 \cong \frac{U}{2h}$ est constant l'intérieur de la région entre les électrodes

(puisque $R \gg h$ et les dimensions des électrodes sont plus grands que h) et qu'il est nul $E_2 \cong 0$ à l'extérieur de la région des électrodes. En dérivant la formule du déplacement (1.43) obtenue par la théorie de Stevens et Tiersten présentée dans le sous-chapitre I.4 on obtient:

$$\frac{\partial u_{nmp}^i}{\partial x_2} = \frac{n\pi}{2h} \cdot \cos \frac{n\pi x_2}{2h} \cdot H_m \left(\sqrt{\alpha_n^{(i)}} x_1' \right) \cdot H_p \left(\sqrt{\beta_n^{(i)}} x_3' \right) \cdot e^{-\frac{\alpha_n^{(i)} x_1'^2 + \beta_n^{(i)} x_3'^2}{2}} \quad (3.4)$$

où : $x_2 \in [-h, h]$. Pour simplifier les formules, nous allons noter

$$F_{nmp} = H_m \left(\sqrt{\alpha_n^{(i)}} x'_1 \right) \cdot H_p \left(\sqrt{\beta_n^{(i)}} x'_3 \right) \cdot e^{\frac{\alpha_n^{(i)} x'^2_1 + \beta_n^{(i)} x'^2_3}{2}} ; \quad (3.5)$$

L'amplitude s'exprime en fonction du déplacement normalisé u_{nmp}^i par :

$$u_i = a_n u_{nmp}^i. \quad (3.6)$$

a_n étant donné par :

$$a_n \cong \frac{e_{26}^{(i)} E_2 \cdot \int_{-h \dots +h} \cos \frac{n\pi x_2}{2h} dx_2 \cdot \iint_S F_{nmp} dx'_1 dx'_3}{c_{66}^{(i)} \frac{n\pi}{2h} \cdot \int_{-h \dots +h} \left(\cos \frac{n\pi x_2}{2h} \right)^2 dx_2 \cdot \iint_{S^*} (F_{nmp})^2 dx'_1 dx'_3}, \quad (3.7)$$

mais comme :

$$\int_{-h \dots +h} \cos \frac{n\pi x_2}{2h} dx_2 = \frac{2h}{n\pi} \cdot \sin \frac{n\pi x_2}{2h} \Big|_{-h \dots +h} = \frac{4h}{n\pi} \quad (3.8)$$

$$\int_{-h \dots +h} \left(\cos \frac{n\pi x_2}{2h} \right)^2 dx_2 = \left(\frac{x_2}{2} + \frac{\sin \frac{n\pi x_2}{2h} \cdot \cos \frac{n\pi x_2}{2h}}{\frac{n\pi x_2}{h}} \right) \Big|_{-h \dots +h} = h. \quad (3.9)$$

Il en résulte que :

$$a_n \cong \frac{e_{26}^{(i)} E_2 \cdot \frac{4h}{n\pi} \cdot \iint_S F_{nmp} dx'_1 dx'_3}{c_{66}^{(i)} \frac{n\pi}{2h} \cdot h \cdot \iint_{S^*} (F_{nmp})^2 dx'_1 dx'_3} \quad (3.10)$$

où: S est la surface des électrodes et

S^* la surface du résonateur.

$$a_n \cong \frac{e_{26}^{(i)} E_2 \cdot 2h \cdot \iint_S F_{nmp} dx'_1 dx'_3}{c_{66}^{(i)} \cdot \iint_{S^*} (F_{nmp})^2 dx'_1 dx'_3} \quad (3.11)$$

Si on considère N et respectivement N^* comme nombre de paires de points (i,j) régulièrement espacés et suffisamment grands pour éviter des erreurs trop élevées, on peut alors discrétiser les intégrales :

$$\frac{\sum_{i,j} F_{nmp}(x'_{1i}, x'_{3j})}{N} \cong \frac{\iint_S F_{nmp}(x'_1, x'_3) dx'_1 dx'_3}{S} \quad (3.12)$$

$$\frac{\sum_{i,j} F_{nmp}^2(x'_{1i}, x'_{3j})}{N^*} \cong \frac{\iint_{S^*} F_{nmp}^2(x'_1, x'_3) dx'_1 dx'_3}{S^*} \quad (3.13)$$

$$\Rightarrow a_n \cong \frac{S}{N} \frac{N^*}{S^*} \cdot \frac{e_{26}^{(i)} E_2 \cdot 2h \cdot \sum_{i,j \in S} F_{nmp}(x'_{1i}, x'_{3j})}{c_{66}^{(i)} \cdot \sum_{i,j \in S^*} F_{nmp}^2(x'_{1i}, x'_{3j})} \quad (3.14)$$

Lorsque les densités de points (x'_{1i}, x'_{3j}) des deux matrices sont égales sur les surfaces S et S^* , alors la relation présentée plus haut se réduit à une forme simple qui est aisée à implémenter dans un algorithme de calcul numérique:

$$a_n \cong \frac{e_{26}^{(i)} E_2 \cdot 2h \cdot \sum_{i,j \in S} F_{nmp}(x'_{1i}, x'_{3j})}{c_{66}^{(i)} \cdot \sum_{i,j \in S^*} F_{nmp}^2(x'_{1i}, x'_{3j})} \quad (3.15)$$

On a constaté qu'une densité de 30 points / mm est suffisante pour éviter toute erreur notable de calcul.

III.4 Critères de dessin des électrodes d'une structure multi-électrodes double-mode - (C,3,0,1) et (B,3,1,0).

A partir de la formule du déplacement (1.43) du sous-chapitre I.4 on peut modéliser théoriquement une infinité de distributions d'amplitude des modes. En pratique seules les paires de modes anharmoniques proches de leurs modes principaux présentent un intérêt ; ils doivent être les plus "orthogonaux" possibles et leur sensibilité maximale à une force radiale devrait se manifester suivant des directions différentes.

Les données numériques primaires de la distribution normalisée des amplitudes à partir desquelles on a extrait la forme des électrodes ont été générées à l'aide d'une *macro*-logiciel VBA implémenté sous Microsoft Excel. Ultérieurement les fichiers de données ont été transposés en graphiques de surface ou 3D en utilisant l'utilitaire *OriginLab*. Ces graphiques sont présentées au cours de ce paragraphe et la source du logiciel macro Excel est donnée dans l'Annexe A.2.

Le programme réalisé utilise comme paramètres une série de constantes relatives à la coupe SC (par exemple les constantes de dispersion, les angles de rotation des modes) et les variables d'entrée suivantes: diamètre, épaisseur et rayon de courbure du résonateur, harmonique du mode, dimension de la matrice de points et deux critères de dessin - la séparation k et le niveau niv – nécessaires pour le dessin des électrodes et qui seront définis dans les pages suivantes. Dans les calculs, la dimension de la matrice a été de 397 x 397 points, ce qui pour la plaquette de 13,2 mm de diamètre correspond à une résolution de 33 μm , qui est suffisante dans notre cas.

L'algorithme de la macro VBA contient trois routines principales: la première calcule les deux amplitudes normalisées de vibration pour les modes anharmoniques et, en fonction des critères de dessin, génère la surface des électrodes. Les matrices sont sauvegardées dans des fichiers de données. La deuxième routine calcule numériquement et présente les intégrales de Lewis à partir de la forme des électrodes déterminés antérieurement. La troisième routine prends le fichier de données contenant la matrice des électrodes (par exemple donTempPar.dat – voire l'Annexe A.2) et le convertit au niveau d'octet dans un fichier graphique de type *bitmap* monochrome, sauvegardant ainsi les données nécessaires ultérieurement pour la création des masques des électrodes.

Dans les figures qui suivent, une série de modélisations analytiques des modes anharmoniques (voir le sous-chapitre I.4) sont présentées.

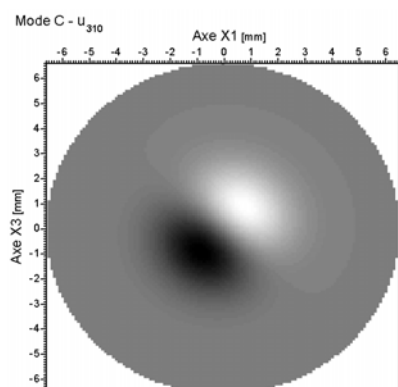


Figure 3.81 Distribution du mode (C,3,1,0)

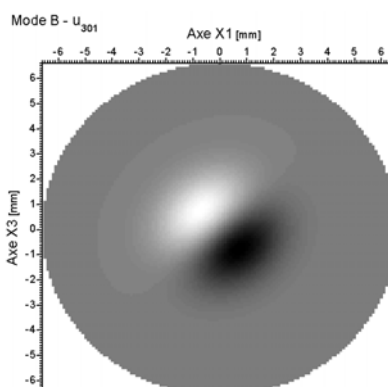


Figure 3.82. Mode (B,3,0,1)

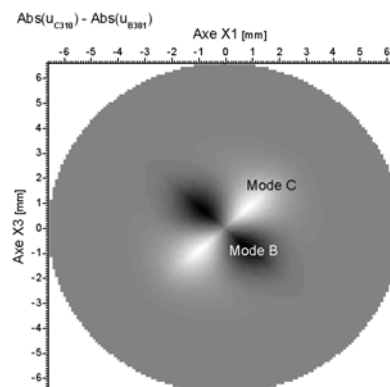


Figure 3.83

$$\text{Différence } \left| u_{301}^C \right| - \left| u_{310}^B \right|$$

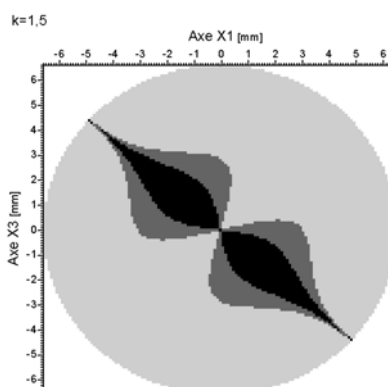


Figure 3.84. Représentation des zones dominantes. En gris clair zone où le mode C est prédominant et en noir zone où le mode B est prédominant; la zone intermédiaire entre les deux modes est représentée en gris foncé.

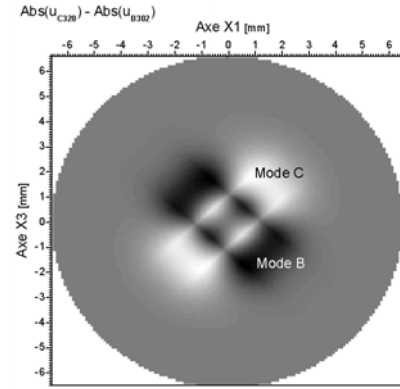
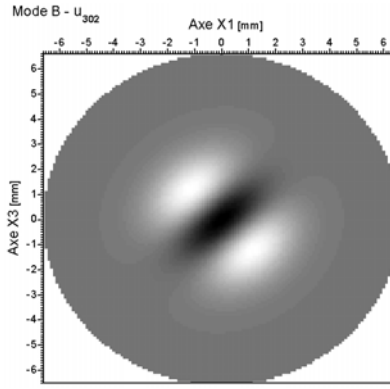
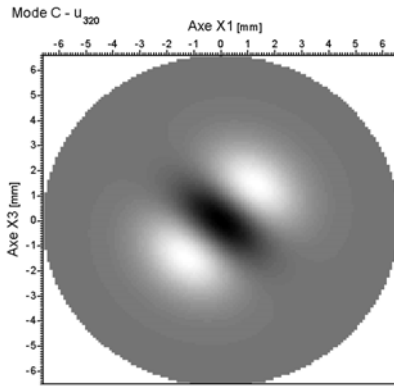


Figure 3.85. Mode (C,3,2,0) Figure 3.86. Mode (B,3,0,2) Figure 3.87. Differ. $|u_{302}^C| - |u_{320}^B|$

Plusieurs modes propres ont été modélisés et finalement, compte tenu des conditions requises discutées avant, les deux modes suivants ont été choisis comme étant appropriés à la conception du capteur de force compensé en température:

- le mode C compensé en température correspondant à $u_{n,m,p} = u_{3,0,1}^C$;
- le mode B thermométrique correspondant à $u_{n,m,p} = u_{3,1,0}^B$.

Les figures correspondantes des distributions d'amplitudes normalisées sur la surface du résonateur sont présentées plus bas. Les valeurs positives sont en blanc, et les valeurs négatives sont en noir. Pour exciter de tels modes, les paires d'électrodes opposées doivent être connectées en anti-parallèle.

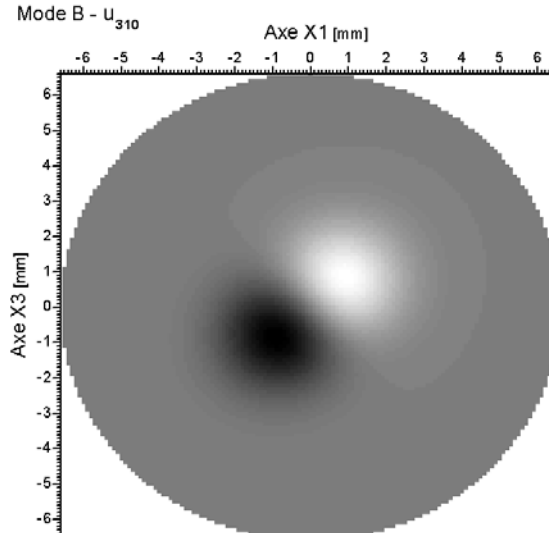
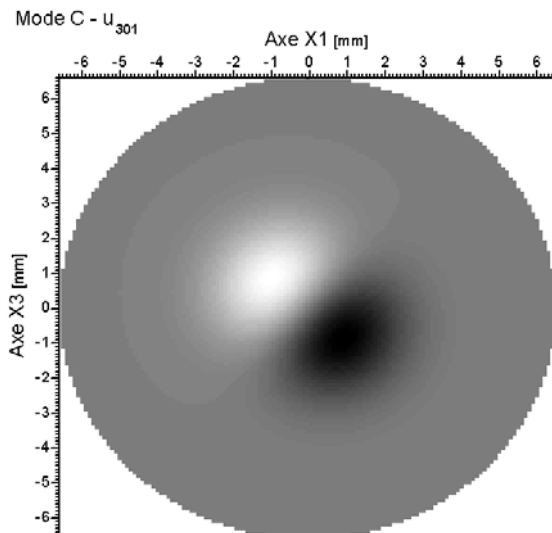


Figure 3.88. Distribution du mode (C,3,0,1) Figure 3.89. Distribution du mode (B,3,1,0)

Sur la figure suivante, la différence entre les modules de ces deux amplitudes $|u_{301}^C| - |u_{310}^B|$ est indiquée. L'amplitude du mode C est prédominante dans les zones en blanches ou en gris clair, tandis que la distribution du mode B est plus élevée dans les zones en noir ou en gris foncé.

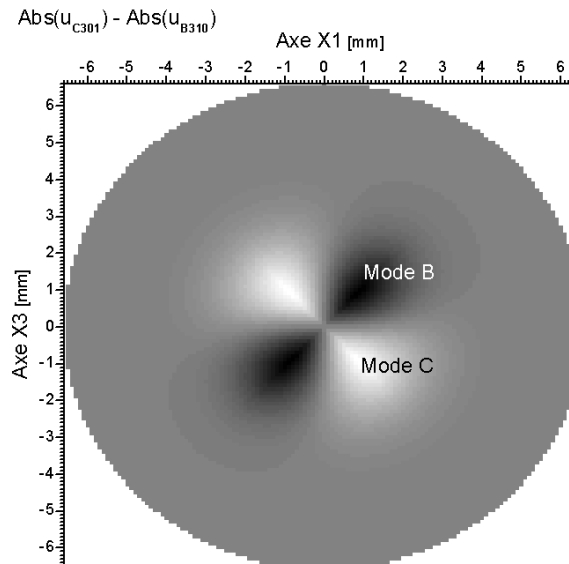


Figure 3.90. Distribution de la différence d'amplitudes $|u_{301}^C| - |u_{310}^B|$

La figure 3.91 a été obtenue en prenant un critère de séparation k . En gris clair est représentée l'aire où la distribution du mode C est prédominante $|u_{301}^C| > k \cdot |u_{310}^B|$ et en noir celle du mode B où $|u_{310}^B| > k \cdot |u_{301}^C|$. En gris foncé est une zone où les deux amplitudes sont comparables en valeurs et où les électrodes ne doivent pas exister. En pratique les électrodes ne doivent pas être trop rapprochées car il y aurait une capacité de couplage trop importante et la distribution du champ électrique sera perturbée.

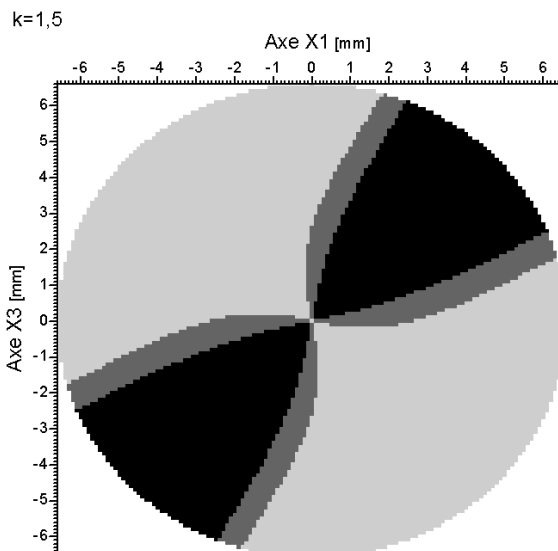


Figure 3.91. Plan avec la distribution prédominante du mode (C,3,0,1) – en gris clair– et du mode (B,3,1,0) – en noir.

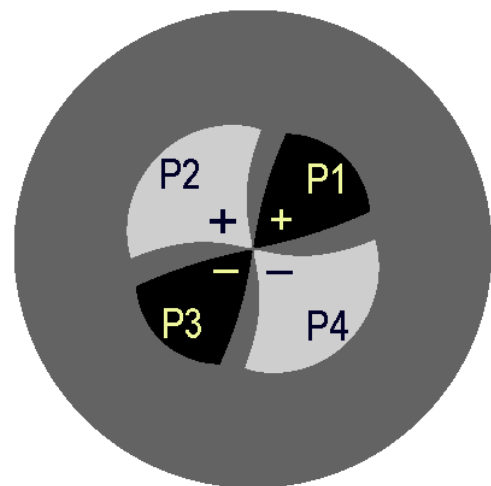


Figure 3.92. Les paires d'électrodes et leur convention de notation

Pour la figure 3.92 on a utilisé un critère de séparation $k = 1,5$ suffisant pour une bonne séparation électrique des paires d'électrodes. Dans ce cas, les aires en gris clair et en noir pourraient représenter par exemple les surfaces des électrodes. Mais comme vers le bord du résonateur, grâce au piégeage de l'énergie, l'amplitude de vibration diminue exponentiellement vers zéro, il n'est pas judicieux de laisser des électrodes s'étendre vers le bord. La seule conséquence serait l'augmentation de la capacité statique C_0 , qui pénalise la réponse électrique du résonateur. Un optimum de la surface des électrodes doit donc être trouvé, en limitant l'aires par un critère de niveau (amplitude) minimal.

Sur la figure 3.92 sont présentées les paires d'électrodes générées par le programme, avec le critère de niveau $niv = 10\%$. En résumé les électrodes ont été générées avec les conditions suivantes:

- 1) $|u_{310}^B| > 1,5 \cdot |u_{301}^C|$ et $|u_{310}^B| \geq 0,1$ pour les paires d'électrodes P1 et P3 correspondantes du mode (B,3,1,0);
- 2) $|u_{301}^C| > 1,5 \cdot |u_{310}^B|$ et $|u_{301}^C| \geq 0,1$ pour les paires d'électrodes P2 et P4 correspondantes du mode (C,3,0,1).

La notation des paires P1...P4 est arbitraire. Les paires opposés doivent exciter le résonateur en étant connectées en anti-parallèle, donc toutes les deux se connectent au même signal électrique mais en inversant sa polarité.

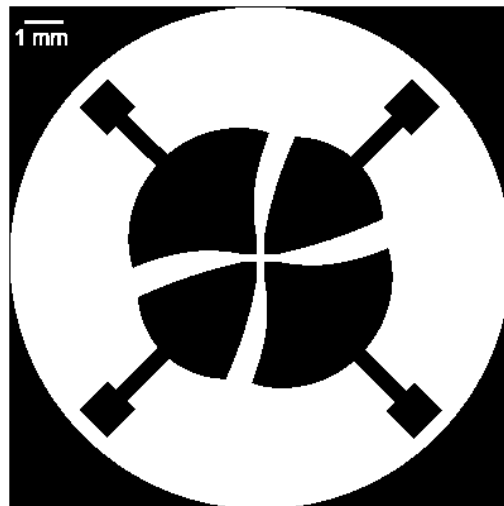


Figure 3.93. La forme finale des électrodes

Ultérieurement, des amenés de courant ont été ajoutées à chaque électrode, pour réaliser les connexions électriques en dehors de la zone vibrante, et le plus proche possible des bords du disque, car il est connu que le collage des contacts électriques produit des contraintes mécaniques dans le cristal et peut introduire un amortissement de la vibration (diminution du coefficient de qualité). La forme finale des électrodes est présentée sur la figure 3.93.

III.5 Aspects constructifs pour la réalisation des prototypes multi-électrodes

Si dans le paragraphe antérieur le dessin des électrodes a été présenté, dans ce qui suit les principales étapes de construction des prototypes de résonateur multi-électrodes seront décrites, à partir du bloc brut de quartz synthétique.

La plaquette (*blank*) piézoélectrique est d'abord coupée suivant les angles de rotation θ et φ de la coupe SC (voir figure 1.1.b, sous-chapitre I.1), ensuite la plaquette est usinée mécaniquement sous forme de disque plan-convexe en utilisant des équipements similaires aux installations de fabrication des lentilles optiques.

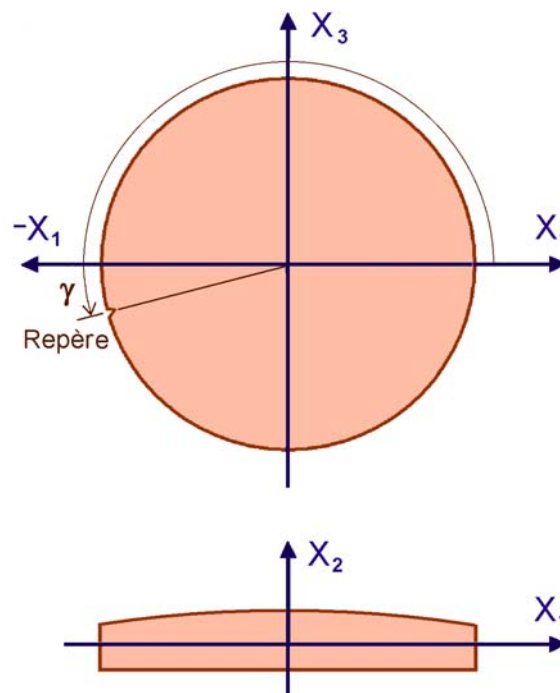


Figure 3.94. Les axes locaux du résonateur et repère constructif

Pour permettre l'identification ultérieure des axes cristallins, un petit repère d'environ 0,2 mm est fait sur le bord du disque qui correspond à la projection de l'axe +X ou -X sur le plan du résonateur. L'angle γ entre l'axe local +X₁ et le repère a pour la coupe SC la valeur de $\pm 13^\circ$, en fonction du signe de l'angle de rotation φ :

$$\gamma = \arctg\left(\frac{\sin \varphi \cdot \cos \theta}{\cos \varphi}\right) = \pm 13^\circ. \quad (3.16)$$

Ce repère est très important pour l'alignement correct des masques des électrodes. Dans le cas des prototypes de résonateur réalisés dans ce travail de thèse, l'angle de rotation φ a été choisi positif et le repère a été lié à la projection de l'axe -X. Ainsi l'angle γ devient $\gamma = 103^\circ$, comme indiqué sur la figure 3.94.

Tous les résonateurs ont été réalisés aux dimensions suivantes: diamètre $D = 13,2$ mm, épaisseur $2h = 0,7$ mm, rayon de courbure de la face convexe $R = 300$ mm.

Les opérations d'usinage du disque piézoélectrique ont été suivies par l'étape de déposition des électrodes, pour laquelle on a fait appel à des procédés spécifiques aux microtechniques. Sur la surface du résonateur des couches de chrome et puis d'or ont été déposées par évaporation sous vide. Dans une dernière étape, les électrodes ont été gravées par photolithographie.

Dans ce qui suit, les principales étapes de construction de ces résonateurs sont présentées brièvement.

A. Usinage de la plaquette piézoélectrique

- o Identification des axes cristallins principaux du bloc de quartz synthétique de départ
- o Coupe du lingot synthétique en blocs parallélépipédiques d'environ 15 x 15 mm et 100 mm longueur.
- o Collage du bloc sur un support mécanique réglable qui permet le réglage fin des angles de rotation θ et ϕ .
- o Sciage en plaquettes prismatiques obliques d'environ 1-2 mm d'épaisseur (les faces sont parallèles, sous forme de parallélogrammes)..

- o Vérification des angles de rotation θ et ϕ à l'aide d'un goniomètre aux rayons X et ajustement à une précision de quelques minutes de degré.

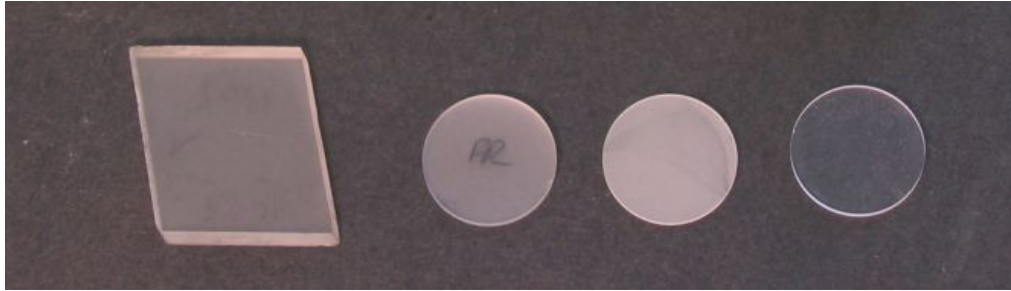


Figure 3.95 *a,b,c,d*. Différentes étapes d'usinage des plaquettes piézo-électriques:

- a) la forme parallélépipédique après le sciage du bloc;
 - b) rectification de la plaquette à une forme circulaire;
 - c) rodage mécanique à la forme plano-convexe finale;
 - d) l'aspect final après la dernière opération de polissage.
- o Sur la Figure 3.95 une telle plaquette est présentée à différentes étapes. Les deux faces principales (sous forme de parallélogramme) sont notées *FR* et *FO*. Sur la figure Figure 3.95.a) la face supérieure est *FO*. La bonne identification de ces faces est importante pour les opérations suivantes.
 - o Les plaquettes, en nombre de 10 à 50, sont ensuite empilées et collées avec une colle spéciale à base de paraffine, puis l'empilement est collé entre des pièces métalliques.
 - o L'empilement de plaquettes est rectifié pour obtenir des disques circulaires de 13,2 mm de diamètre.
 - o Le repère longitudinal est exécuté à l'aide d'une petite fraise sur la colonne de disques empilés. Ce repère représente la projection de l'axe cristallin $-OX$ sur la surface du résonateur X_1OX_3
 - o Décollage des disques et leur nettoyage (solvant).
 - o Opération de rodage mécanique des disques avec une poudre abrasive à l'aide d'une rôdeuse plane double faces. Vérification de l'épaisseur (0,72 mm dans ce cas); si la valeur est trop grande, l'opération est poursuivie.
 - o Les plaquettes passent ensuite dans une autre installation de rodage mécanique (touret d'opticien) avec une poudre plus fine, en utilisant un disque plan et un disque concave (d'un rayon de courbure de 300 mm dans ce cas). La face *FR* doit rester plane et la face convexe obtenue est notée par *FO*.

- o La détermination de la fréquence d'oscillation du disque est faite en utilisant une lame d'air et un oscillateur avec un fréquencesmètre. Si la fréquence du mode principal est trop basse on répète alors l'étape précédente jusqu'à l'obtention d'une fréquence d'oscillation dans la plage voulue (dans ce cas autour de 7250 kHz)
- o L'opération finale de polissage du disque. (polioptique – voir Figure 3.95.d).

B. Métallisation, photolithographie et collage des contacts électriques.

- o Nettoyage chimique avec agitation par ultrasons des ébauches en utilisant des bains à base d'acétone, alcool, et finalement, eau distillée.
- o Mise des plaquettes dans un cache sous forme d'anneau - voir Figure 3.96 - puis leur mise dans l'installation de déposition par évaporation sous vide avancé.
- o Dépôt d'une couche superficielle de chrome d'environ 300 nm.
- o Dépôt de la couche d'or sur la sous-couche de chrome (car l'or n'a pas une bonne adhésion lorsqu'il est directement déposé sur le quartz). Les disques seront entièrement recouverts par la couche d'or, sauf les bords. Après dépôt, les résonateurs seront déposées dans des cloches hors poussières, dans des cloches sous vide.



Figure 3.96. Plaquettes de quartz montées dans le cache de métallisation sous vide ; la plaquette gauche est entièrement métallisée suite à l'opération de métallisation et la deuxième plaquette est sous la forme finale après l'opération de photolithographie.

- o Préparation des masques et de leur support dans l'installation de photolithographie. Un éventuel nettoyage de particule de poussière par soufflage d'air filtré ou rinçage à l'eau distillée.
- o Dépôt d'une couche de résine photosensible sur les deux faces du résonateur à l'aide d'une tournette. Séchage de la résine par un chauffage à 100 °C durant une minute.

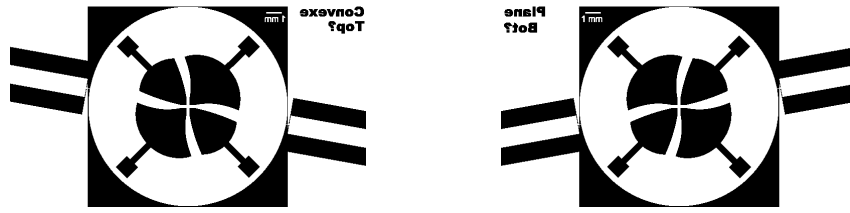


Figure 3.97 a,b. Le masque supérieur (pour la face *FO*) et le masque inférieur (face *FR*) des électrodes, représentés à l'échelle 2:1.

- o Alignement sous microscope du masque et de la face supérieure en ayant comme références les bords du disque et le repère d'orientation. Exposition contrôlée de la résine par une source UV à vapeurs de mercure. Cuisson de la résine (1 minute à 100 °C)
- o Développement de la résine. Celle-ci étant de type positif, la résine restera seulement sur les parties non exposées – celles des électrodes.
- o Rinçage à eau distillée. Gravure de la couche d'or par une solution de "*gold-etch*". Rinçage à l'eau distillée. Gravure de la couche de chrome par une solution "*chrome-etch*".
- o Rinçage à l'eau distillée. Elimination de la résine à l'aide d'un "*remover*" à base d'acétone. Dernier rinçage à l'eau distillée et séchage. Le résonateur se présentera comme sur la Figure 3.98.
- o L'opération suivante est celle du collage des contacts électriques des quatre paires d'électrodes, à l'aide d'une colle époxy conductrice et polymérisation de celle-ci à 120 °C.
- o Afin d'obtenir la relaxation des contraintes mécaniques et ainsi une meilleure stabilité de la fréquence, une succession d'opérations de chauffage et de refroidissement (*annealing*) entre +135 °C et -35 °C peut être envisagée.



Figure 3.98. La forme finale du résonateur avec les contacts électriques collés, dans le montage de tests électriques et de topographies par diffraction de rayons X.

- o Finalement, les fils métalliques sont soudés sur un support qui assure en externe la connexion en antiparallèle des paires opposées d'électrodes et permet d'effectuer les premiers tests fonctionnels.

La vérification du bon fonctionnement des résonateurs est réalisée par l'inspection sous microscope de la gravure correcte des électrodes et de l'absence des défauts sur la surface. Le tracé des spectres électriques pour les deux jeux d'électrodes permet d'identifier les fréquences de résonance et de calculer les facteurs de qualité correspondants. De plus, et surtout pour les premières séries de résonateurs, des topographies des modes de vibration par rayons X peuvent être effectuées pour vérifier le bon alignement des électrodes avec les modes.

III.6 Spectres électriques et paramètres motionnels expérimentaux

Les premières séries de tests fonctionnels sur les structures multi-électrodes ont été des tracés de spectres électriques (admittance en fonction de la fréquence). Ainsi, des spectres ont été effectués sur les jeux de paires opposées d'électrodes P1+P3 et P2+P4 (convention de notation de la figure 3.92, sous-chapitre III.4). Une description de la méthode du réseau de mesure en PI et des équipements utilisés se trouve dans les sous-chapitres II.5 et II.6.3.

La structure multi-électrodes a été conçue pour d'opérer avec les paires d'électrodes opposées connectées en antiparallèle, tenant compte du fait que les régions opposées des modes anharmoniques (3,0,1) et (3,1,0) sont en opposition de phase. Pour étudier plus complètement la réponse électrique en fréquence, nous avons tracé des spectres avec les électrodes connectées aussi bien en antiparallèle qu'en parallèle.

Les courbes des figures 3.99 – 3.102 ont été obtenues avec le même résonateur, en changeant les connexions électriques, dans la plage de fréquences comprise entre 7,2 MHz et 8,2 MHz. L'intérêt principal de ces courbes est de permettre d'identifier pratiquement les fréquences des modes (B,3,1,0) et (C,3,0,1), et aussi celles des modes dont la valeur de l'admittance est comparable comme valeur, mais qui ne sont pas désirés. Ensuite, et à l'aide de ces spectres, les paramètres motionnels des modes retenus sont calculés, ce qui est indispensable à la modélisation du résonateur et à la conception des oscillateurs.

Le spectre de la Figure 3.99 a été effectué avec les paires P1+P3 et la fréquence de 7,96558 MHz (marquée par un cercle) est celle correspondant au mode (B,3,1,0). Les autres modes de la Figure 3.99 d'amplitudes moins élevées sont localisés aux fréquences 7,28590 MHz – le mode (C,3,1,0)–, 7,38616 MHz –le mode (C,3,3,0)– et 8,07775 MHz –le mode (B,3,3,0)–. Ces modes, et spécialement le mode (C,3,1,0) nécessitent le plus d'attention pour la conception de l'oscillateur électronique. Sur la figure on peut aussi voir d'autres modes, mais très peu excitables du point de vue électrique, dont l'effet est négligeable.

Les paires d'électrodes P2+P4 connectées en anti-parallèle (voir figure 3.100) ont été conçues pour exciter le mode (C,3,0,1) à la fréquence de 7,28860 MHz. D'une amplitude approximativement égale le mode (B,3,0,1) est situé à 7,94858 MHz, mais ne présente pas d'intérêt pour cette paire d'électrodes. Il est à remarquer que les admittances de ces modes sont plus grandes que celles des modes de la Figure 3.99, fait dû à la surface plus grande des électrodes P2+P4 que celle des électrodes P1+P3.

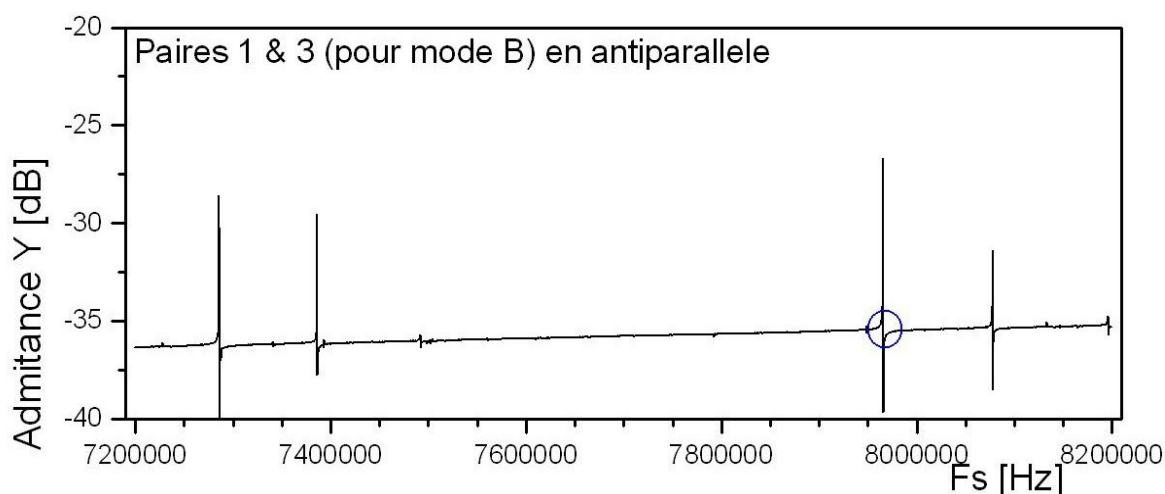


Figure 3.99. Résonateur N° 1. Spectre électrique. Paires P1+P3 connectées en antiparallèle.

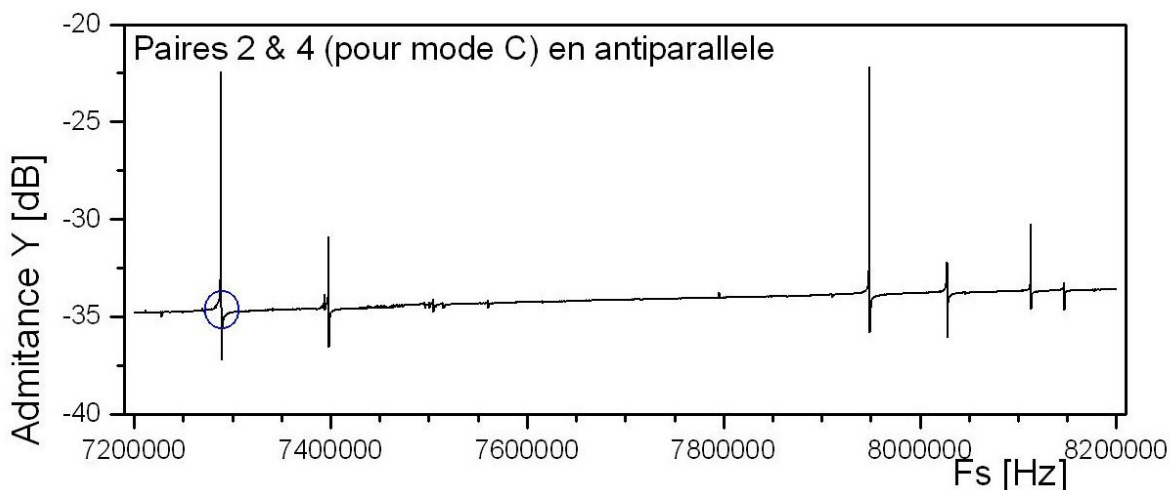


Figure 3.100. Résonateur N° 1. Spectre électrique. Paires P2+P4 connectées en antiparallèle.

Le spectre de la figure suivante effectué avec les paires P1+P3 connectées en parallèle est similaire avec celui de la Figure 3.5, paragraphe III.2.1– où des spectres et des topographies préliminaires ont été effectués. On identifie principalement les modes (C,3,2,0) et (B,3,2,0) aux fréquences de 7,33485 MHz et de 8,020755 MHz respectivement. Il apparaît aussi, mais moins excité, le mode métrologique (C,3,0,0) à 7,2363 MHz et les modes (C,3,4,0) à 7,4384 MHz, (B,3,0,0) à 7,9112 MHz, et (B,3,4,0) à 8,1359 MHz.

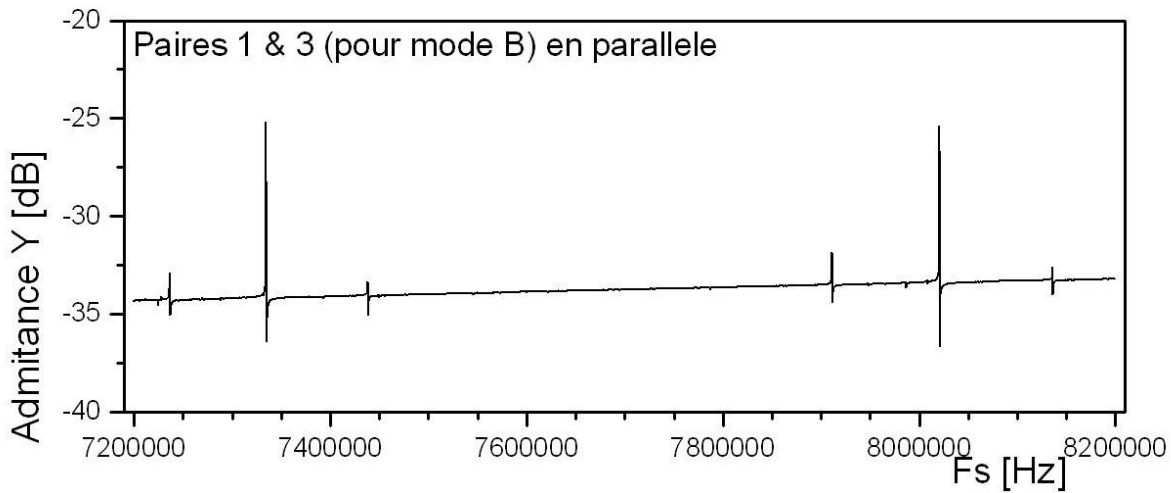


Figure 3.101. Résonateur N° 1. Spectre électrique. Paires P1+P3 connectées en parallèle.

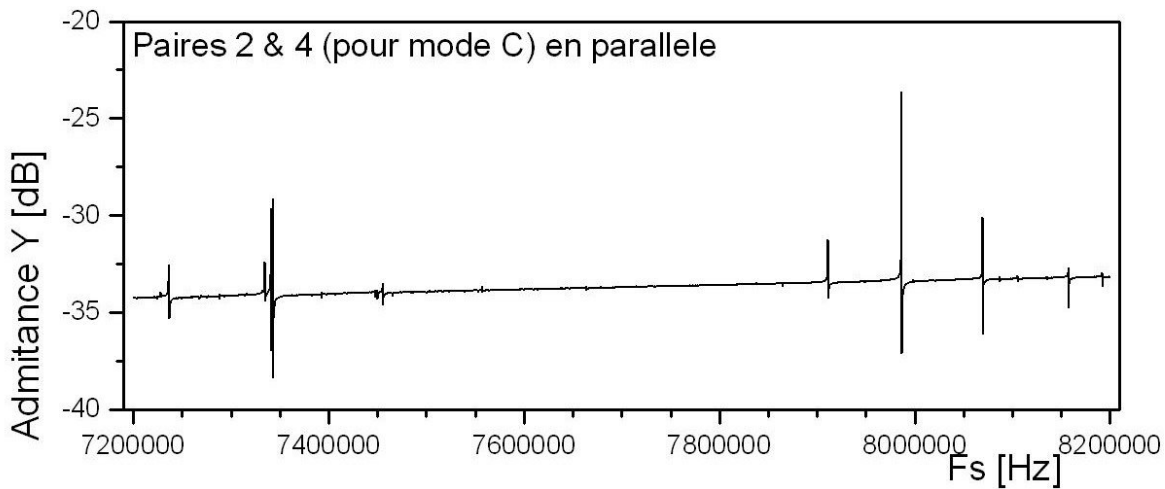


Figure 3.102. Résonateur N° 1. Spectre électrique. Paires P2+P4 connectées en parallèle.

Le graphique de la Figure 3.102 obtenu avec les électrodes P2+P4 connectées en parallèle est similaire au spectre de la Figure 3.14, paragraphe III.2.1. On identifie les modes (C,3,0,2) à 7,34328 MHz et (B,3,0,2) à 7,98670 MHz, puis de nouveau le mode métrologique (C,3,0,0) à 7,2363 MHz (qui est peu excitable par les deux paires d'électrodes lorsqu'elles sont connectées en parallèle), et les modes (B,3,0,0) à 7,9112 MHz et (B,3,0,4) à 8,0697 MHz.

Les spectres des figures 3.103 et 3.104 ont été obtenus avec un autre exemplaire de résonateur multi-électrodes. On peut constater qu'ils ressemblent aux spectres présentés dans les figures 3.99 et 3.100. Les modes intéressants (C,3,0,1) et (B,3,1,0) sont signalés par des cercles rouges sur les figures suivantes et localisés aux fréquences de 7,29479 MHz et de 7,97341 MHz respectivement. On constate des différences d'approximativement 7 kHz par rapport aux valeurs du résonateur présenté dans les figures 3.99 et 3.100. Ces écarts proviennent d'une faible différence d'épaisseur entre les deux résonateurs piézoélectriques. On peut identifier les mêmes modes anharmoniques secondaires mais on constate que leurs amplitudes ont des valeurs différentes, à cause des écarts de positionnement des électrodes.

Multi-électrodes 2

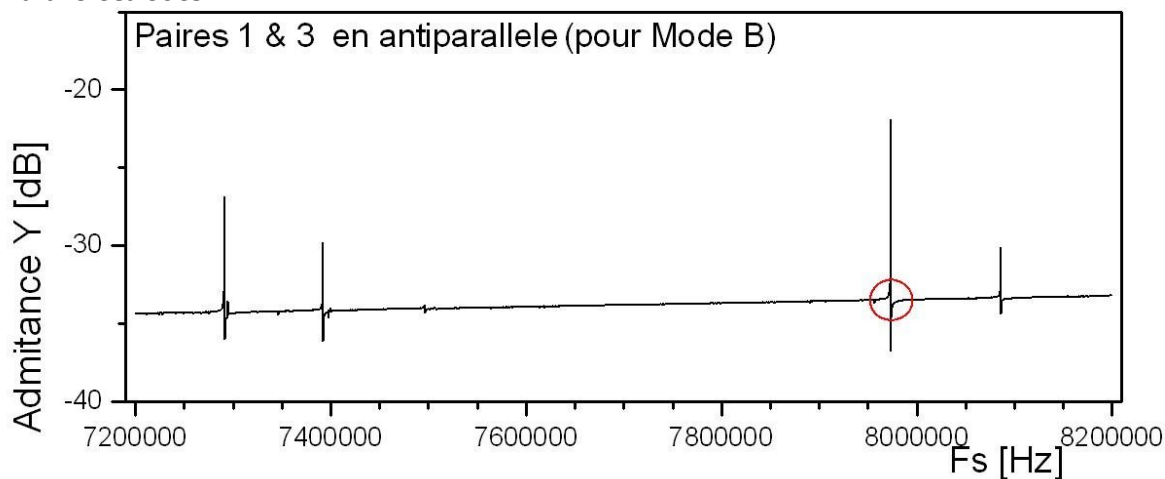


Figure 3.103. Résonateur N° 2. Spectre électrique. Paires P1+P3 connectées en antiparallèle.

Multi-électrodes 2

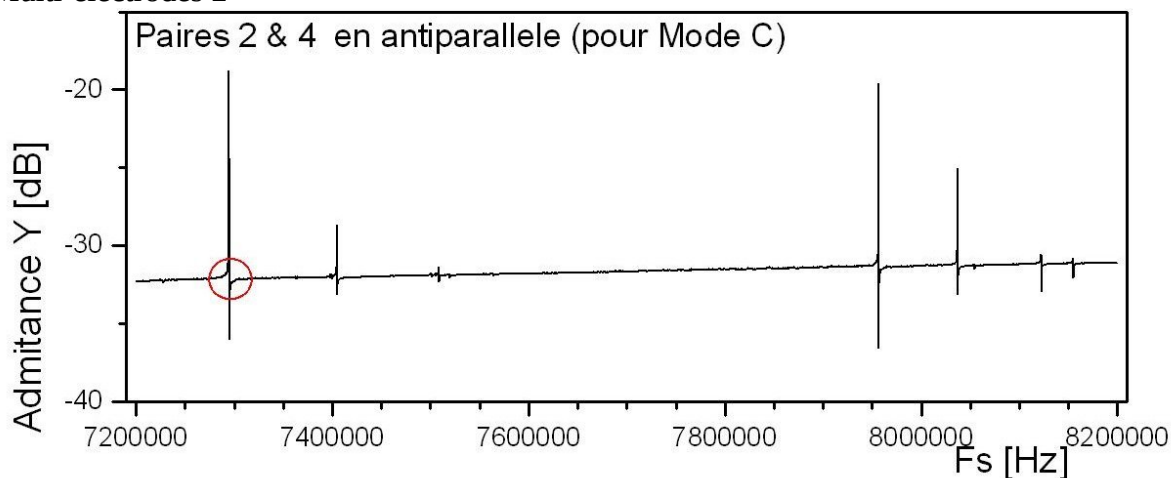


Figure 3.104. Résonateur N° 2. Spectre électrique. Paires P2+P4 connectées en antiparallèle.

Suite à l'analyse de ces spectres, on peut considérer que les objectifs de conception de la structure multi-électrodes sont atteints. Les modes sélectionnés (C,3,0,1) et (B,3,1,0) présentent des amplitudes au moins égales ou supérieures aux autres modes anharmoniques électriquement excitables. Il est critique de bien orienter les électrodes, pour maximiser la réponse électrique des modes voulus et pour diminuer au même temps l'admittance des modes indésirables. De plus, pour éviter le risque que l'oscillateur décroche du mode, il est recommandé d'envisager dans le schéma électrique des filtres passe bande à base de circuits accordés (voir sous-chapitre V.2).

Le tableau suivant présente les principales valeurs expérimentales des paramètres motionnels ou statiques pour les modes retenus. Les données ont été mesurées à l'aide d'un réseau de mesure en PI décrit antérieurement au paragraphe II.5.

Les deux facteurs de qualité Q obtenus sur un résonateur représentatif sont de 211000 et de 120800 respectivement. Les résistances dynamiques R_1 sont de l'ordre 20...30 k Ω , les inductances L_1 sont comprises entre 55... 90 H, et les capacités dynamiques C_1 sont situées autour la valeur de 0,005 fF

Obs.	f_s [Hz]	V_a [mV]	V_b [mV]	$f-45^\circ$ [Hz]	$f+45^\circ$ [Hz]	R_c [ohm]	R_1 [ohm]	Q^*	L_1 [H]	C_1 [F]	C_0 [pF]
Mod (C,3,0,1) Electr. P2+P4 en antiparallèle	7294798	22,7	1,04	7294824	7294759	990	20619	211037	87,1	4,6 E-18	3,1
Mod (B,3,0,1) Electr. P2+P4 en antiparallèle	7955660	22,8	0,96	7955680	7955632	990	22523	142897	70,2	6,8 E-18	3,1
Mod (C,3,1,0) Electr. P1+P3 en antiparallèle	7291262	22,8	0,568	7291302	7291167	990	38749	68769	58,2	8,2 E-18	2,7
Mod (B,3,1,0) Electr. P1+P3 en antiparallèle	7972292	22,8	0,77	7972322	7972238	990	28324	120844	68,3	5,8 E-18	2,7

La capacité statique C_0 de la paire P2+P4 est de 3,1 pF et celle de la paire P1+P3 est de 2,7 pF.

III.7 Topographies de Lang sur les modes anharmoniques

Quelques topographies par diffraction de rayons X ont été faites pour vérifier la concordance entre le modèle théorique de Tiersten (figures 3.88 et 3.89) et la distribution réelle d'amplitude de vibration et vérifier également le positionnement des électrodes par rapport aux modes.

Sur la figure suivante on voit que le résonateur multi-électrodes a été fixé dans une monture réglable qui permet de faire des rotations et des translations dans toutes les directions. Le plan réticulaire utile pour visualiser le mode C est 10.0 et le plan $1\bar{2}.2$ est retenu pour le mode B.

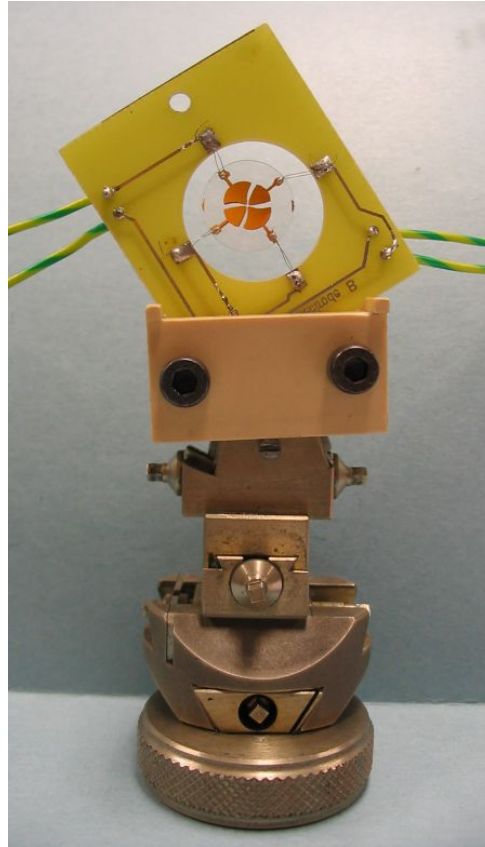


Figure 3.105. Résonateur positionné dans la monture de la table de Lang, en position de diffraction pour visualiser le mode C.

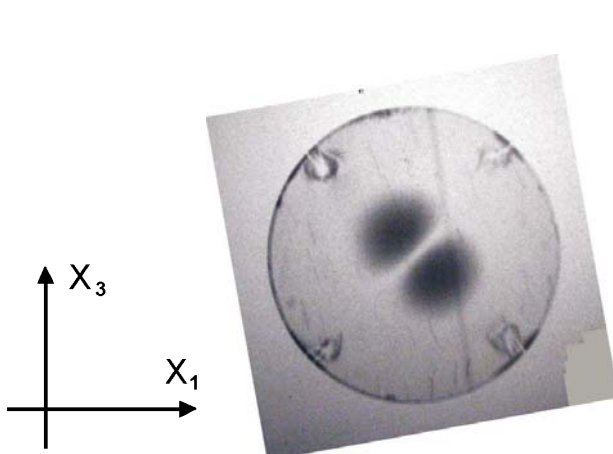


Figure 3.106. Topographie du mode (C,3,0,1),
 $f = 7.288$ MHz.

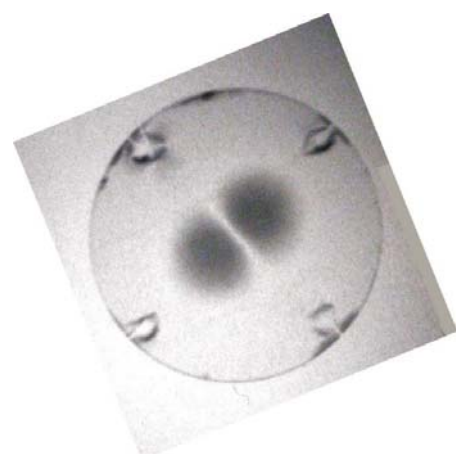


Figure 3.107. Topographie du mode (B,3,1,0),
 $f = 7.965$ MHz.

Les conditions pour l'obtention de ces topographies sont: tension électrique du générateur de rayons X de 45 kV, courant de filament de 25 mA, temps de pause de 60 minutes. Les images ont été tournées suivant le système d'axes X_1X_3 - indiqué à gauche des images.

III.8 Caractéristiques et fonctions de transfert de la structure multi-électrodes

La réponse à la force et à la température des résonateurs multi-électrodes fonctionnant sur les modes anharmoniques (C,3,0,1) et (B,3,1,0) a été mesurée expérimentalement. Il est connu dans la littérature [1]-[4], [8], [15]-[18] comment ces deux variables influencent la fréquence d'oscillation des résonateurs.

Pour la coupe SC, la famille des modes B présente une dépendance quasi linéaire de la fréquence avec la température, tandis que les modes C sont compensés en température au voisinage de la température ambiante, ayant une sensibilité au moins cent fois réduite. Les caractéristiques fréquence- température des modes de type C présentent une variation non-linéaire avec la température, de type cubique, directement dépendante des valeurs exactes des angles de coupe θ et φ . Dans le cas de nos résonateurs on a un maximum autour de 60 °C et un point d'inflexion à approximativement 90 °C. Une incertitude d'une minute de degré de l'angle θ modifie sensiblement l'allure de la courbe fréquence - température, surtout dans les plages de températures basses (à moins de 40 °C) ou hautes (à plus de 110 °C).

Dans le sous-chapitre I.7, nous avons discuté le fait que la variation de la fréquence en fonction de la force diamétrale est linéaire pour une direction donnée par l'angle ψ_a d'application de la force. La direction suivant laquelle le coefficient de sensibilité est maximal dépend du type de mode (B ou C), du rang de partiel et du rang du mode anharmonique. Dans [3] et [4] une série de calculs théoriques sont présentés, et comparés à des mesures qui ne sont pas toujours en accord parfait. Nous avons testé notre structure multi-électrodes pour les modes anharmoniques choisis, pour vérifier leur comportement aux variations de force appliquée et aussi de température.

Sur les figures 3.108 et 3.109 on voit les caractéristiques fréquence – température des modes (B,3,1,0) et (C,3,0,1) respectivement, dans la plage de - 15 °C à +95 °C qui ont été tracées dans une étuve programmable. On observe que pour des plages réduites de température la courbe du

mode B est linéaire mais pour l'approximer sur des plages étendues de température il faut un polynôme du deuxième ou du troisième ordre. Le mode C, présenté à la Figure 3.109, montre une dépendance cubique avec la température, avec un maximum à 63°C . Entre -10°C et $+80^{\circ}\text{C}$ la sensibilité du mode (B,3,1,0) varie entre $-198,5\dots-239\text{ Hz} / ^{\circ}\text{C}$ et celle du mode (C,3,0,1) entre $+12,3\dots-1,36\text{ Hz} / ^{\circ}\text{C}$.

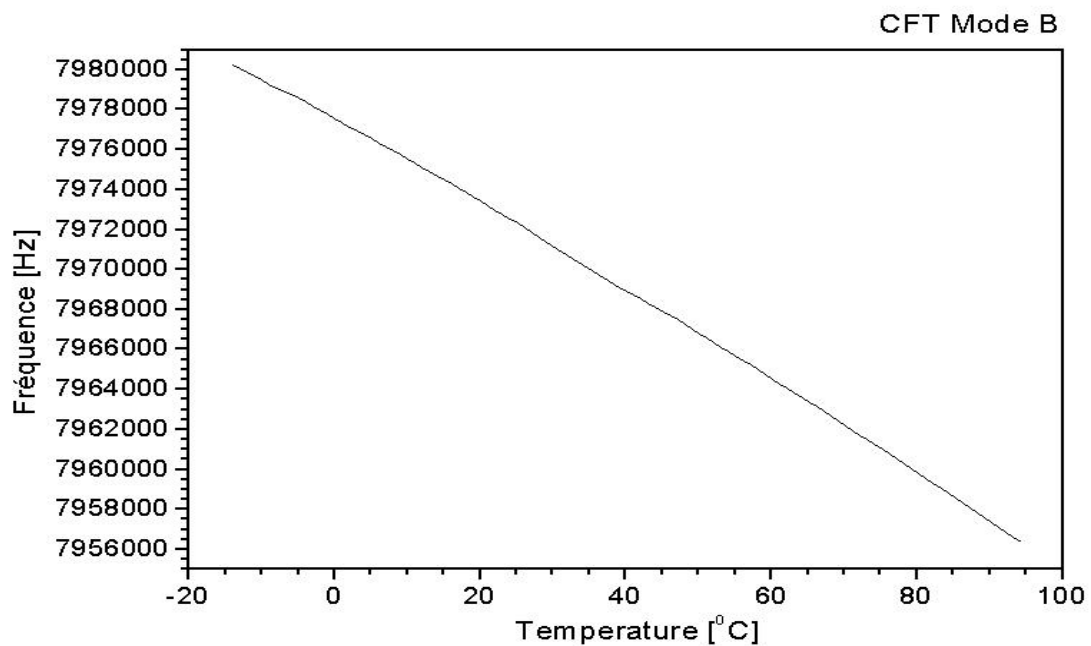


Figure 3.108. Caractéristique fréquence – température $f_B = f(t)$ du mode (B,3,1,0).

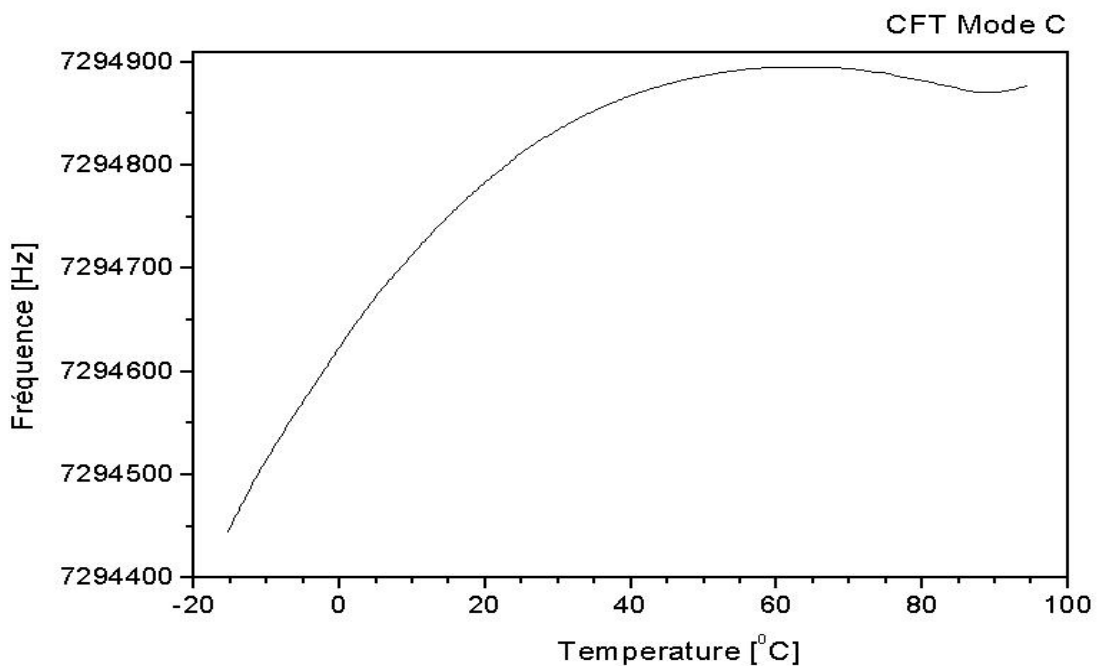


Figure 3.109. Caractéristique fréquence – température $f_C = f(t)$ du mode (C,3,0,1).

Mode (B,3,1,0). Linear Regression for CFTM2B:

$$Y = A + B1 * X$$

Parameter	Value	Error	
A	7,97766E6	25,75272	
B1	-219,07789	0,57363	
R-Square(COD)	SD	N	P
0,99946	143,99708	81	<0.0001

Mode (B,3,1,0). Polynomial Regression for CFTM2B:

$$Y = A + B1*X + B2*X^2$$

Parameter	Value	Error	
A	7,97756E6	7,137	
B1	-203,1257	0,48741	
B2	-0,22721	0,00663	
R-Square(COD)	SD	N	P
0,99997	36,17484	81	<0.0001

Mode (B,3,1,0). Polynomial Regression for CFTM2B:

$$Y = A + B1*X + B2*X^2 + B3*X^3$$

Parameter	Value	Error	
A	7,97756E6	6,32404	
B1	-200,38715	0,72212	
B2	-0,34461	0,0255	
B3	0,00111	2,3515E-4	
R-Square(COD)	SD	N	P
0,99997	32,04716	81	<0.0001

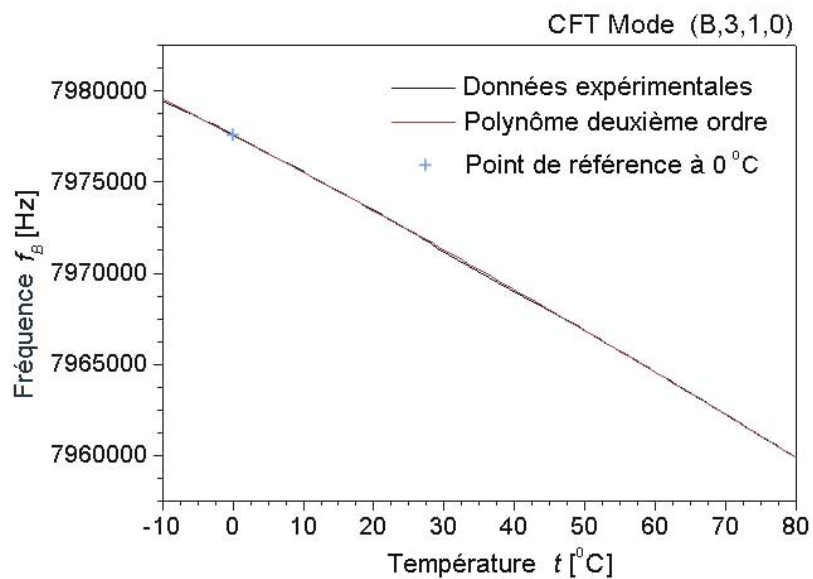


Figure 3.110. Approximation polynomiale de la caractéristique fréquence – température du mode B.

Mode (C,3,0,1). Polynomial Regression for CFTM2C:
 $Y = A + B1 \cdot X + B2 \cdot X^2$

Parameter	Value	Error
A	7,29463E6	0,46785
B1	9,29303	0,03263
B2	-0,0791	5,03484E-4

R-Square(COD)	SD	N	P
0,9983	4,63545	304	<0.0001

Mode (C,3,0,1). Polynomial Regression for CFTM2C:
 $Y = A + B1 \cdot X + B2 \cdot X^2 + B3 \cdot X^3$

Parameter	Value	Error
A	7,29463E6	0,06799
B1	10,0365	0,00787
B2	-0,11365	3,01247E-4
B3	3,54124E-4	2,99557E-6

R-Square(COD)	SD	N	P
0,99996	0,67311	304	<0.0001

Mode (C,3,0,1). Polynomial Regression for CFTM2C:
 $Y = A + B1 \cdot X + B2 \cdot X^2 + B3 \cdot X^3 + B4 \cdot X^4$

Parameter	Value	Error
A	7,29463E6	0,06851
B1	9,99554	0,00858
B2	-0,10855	6,61524E-4
B3	2,20241E-4	1,60579E-5
B4	9,93011E-7	1,17412E-7

R-Square(COD)	SD	N	P
0,99997	0,60567	304	<0.0001

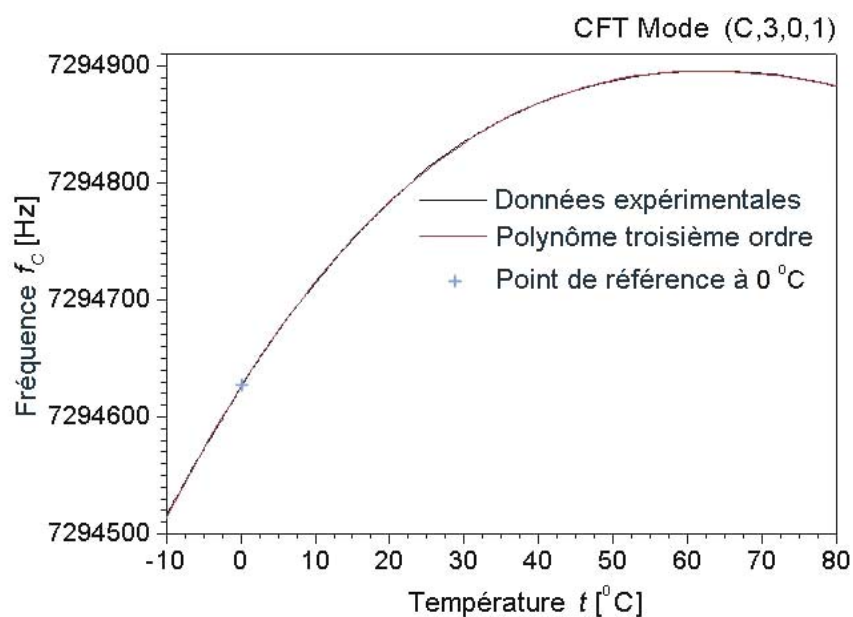


Figure 3.111. Approximation polynomiale de la caractéristique fréquence – température du mode C.

Plusieurs essais de régression polynomiale ont été effectués dans le domaine de -10°C à $+80^{\circ}\text{C}$, pour évaluer l'ordre optimum d'approximation. Bien sûr qu'un ordre supérieur approxime mieux la caractéristique expérimentale de transfert, mais, tenant compte du fait que le système de mesure sera limité en puissance de calcul, le bon compromis devrait être trouvé.

Une résistance Pt100 connectée à un multimètre avec interface GPIB a été utilisée comme sonde de température. Certaines incertitudes de mesure de la température engendrent une dispersion des coefficients de ces polynômes. Les caractéristiques ont été enregistrées "en continu", c'est à dire que la température a été augmentée avec une vitesse fixe d'environ $1...2^{\circ}\text{C} / \text{minute}$ à partir d'une valeur de départ jusqu'à la température maximale. On pourrait avoir plus de précision si on faisait varier la température par des paliers discrets ou à des vitesses de moins de $0,5^{\circ}\text{C} / \text{minute}$.

La caractéristique de transfert fréquence – température expérimentale du mode (B,3,1,0) a été approximée par des polynômes du 1er, du 2ème et respectivement du 3ème ordre, les données numériques sont présentées plus haut. Le coefficient de corrélation (appelé coefficient de détermination - COD) et la déviation standard offrent les informations nécessaires du degré d'approximation de la caractéristique expérimentale. Dans ce cas on observe qu'une approximation linéaire n'est pas suffisante ($\text{SD} = 144$) et que, d'autre part, une approximation polynomiale de troisième ordre ($\text{SD} = 32$) n'apporte pas un avantage significatif à l'égard d'une approximation de deuxième ordre ($\text{SD} = 36$ et $\text{COD} = 0,99997$). Donc nous allons considérer que la caractéristique de transfert fréquence – température du mode (B,3,1,0) est convenablement caractérisée par le polynôme du 2ème ordre suivant:

$$f_B = f_{B0} + b_1 t + b_2 t^2 \quad (3.17)$$

où: $f_{B0} = 7977560$; $b_1 = -203,126$; $b_2 = -0,22721$,

et t est la température exprimée en degrés Celsius.

Pour la caractéristique expérimentale fréquence – température du mode (C,3,0,1) des polynômes du 2ème, 3ème, et 4ème ordre ont été testés, comme indiqué ci-dessus. On considère que le polynôme de troisième ordre approxime suffisamment bien la distribution expérimentale, comme on peut l'observer sur le graphique de la figure 3.111.

$$f_C = f_{C0} + c_1 t + c_2 t^2 + c_3 t^3 \text{ où:} \quad (3.18)$$

$f_{C0} = 7294625,6$; $c_1 = 10,0365$; $c_2 = -0,11365$; $c_3 = 0.0003541$.

Les résonateurs ont été soumis ensuite aux forces de compression diamétrales, en utilisant le dispositif mécanique à couteaux présenté dans la Figure 3.112. Le couteau inférieur est réglable en position, derrière le résonateur existe un anneau de centrage amovible, et le couteau supérieur est coulissant et supporte un plateau pour les poids étalons. Le résonateur sur la figure a été testé en appliquant une force de 4,9 Newtons, en faisant varier manuellement la direction ψ_a d'application de la force en tournant le résonateur. On a ainsi identifié l'angle $\psi_a = 75^\circ$ pour lequel la sensibilité à la force diamétrale du mode B est nulle et celle du mode C est proche du maximum. Cet angle représente la direction correcte d'application de la force, le mode B aura une dépendance très petite, voire nulle (si l'angle est ajusté très précisément) ne restant pratiquement sensible qu'à la température, tandis que le mode C sera sensible principalement à la force avec une sensibilité thermique réduite.



Figure 3.112. Le dispositif de mesure de la sensivité à la force.

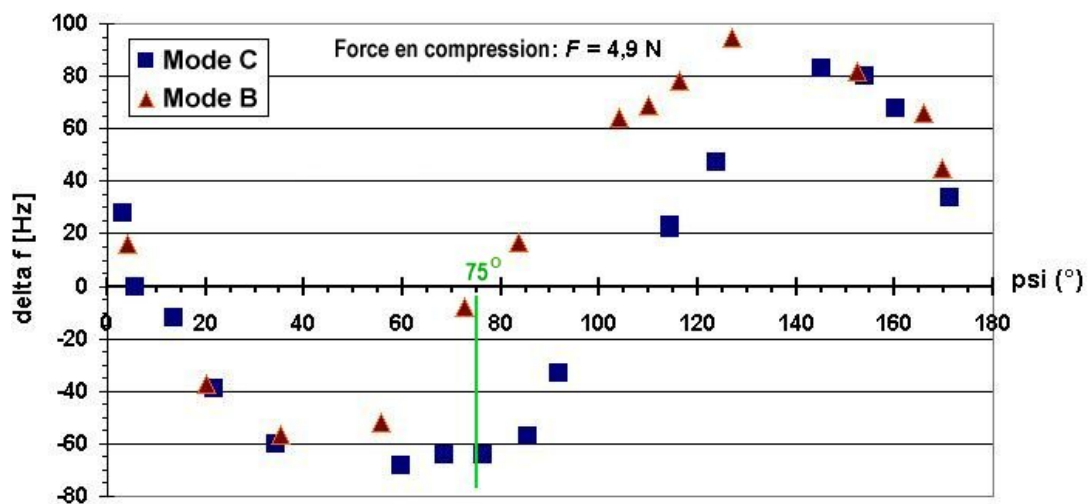


Figure 3.113. Variations des fréquences des modes C et B en fonction de l'azimut ψ_a de la force.

Sur la Figure 3.114 est représentée la caractéristique fréquence – force diamétrale du mode (C,3,0,1), lorsque l'angle est $\psi_a = 75^\circ$. Les dispersions des points sont dues aux influences extérieures pendant l'expérience, comme les variations de température ou les frottements dans le système d'application de la force. Compte tenu des formules du paragraphe I.7, on a procédé à

une régression linéaire à partir de la caractéristique expérimentale, pour extraire le coefficient de sensibilité à la contrainte K_f .

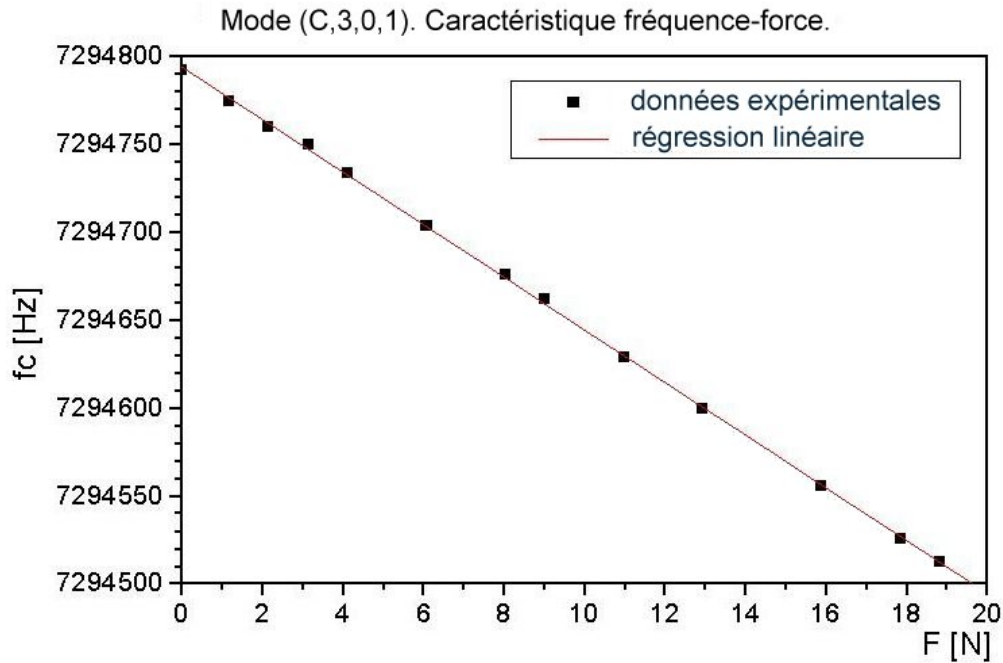


Figure 3.114. Caractéristique fréquence – force diamétrale du mode C, pour un angle $\psi_a = 75^\circ$.

Les données obtenues suite à la régression linéaire à partir de la caractéristique sont indiquées ci-dessous :

Linear Regression for Data1-fc:		
Y = A + B * X		
Parameter	Value	Error
A	7294794,04	0,84218
B	-14,94751	0,08037

Il résulte que pour l'angle $\psi_a = 75^\circ$ la sensibilité à la force S_F du mode (C,3,0,1) est:

$$S_{FC} = \frac{\Delta f_C}{F} = -14,95 \text{ Hz/N} \quad (3.19)$$

Le coefficient de sensibilité de Ratajski est:

$$K_{fc}(\psi_a = 75^\circ) = \frac{S_F}{f_C} \cdot \frac{n \cdot D}{f_C} = -11,125 \cdot 10^{-15} \frac{\text{m}}{\text{Hz} \cdot \text{N}} \quad (3.20)$$

En combinant ces équations avec (3.17) et (3.18) il résulte le système d'équations pour la température t et la force F :

$$\Delta f_B = f_B - f_{B0} = b_1 t + b_2 t^2 + S_{FB} F \quad (3.21)$$

$$\Delta f_C = f_C - f_{C0} = c_1 t + c_2 t^2 + c_3 t^3 + S_{FC} F \quad (3.22)$$

De l'équation (3.21) résulte l'expression de la température t en fonction de la fréquence f_B et du produit $S_{FB} F$:

$$t = \frac{-b_1 - \sqrt{b_1^2 - 4b_2 \cdot (S_{FB} F - \Delta f_B)}}{2b_2} \quad (3.23)$$

Pour l'angle d'application de la force $\psi_a = 75^\circ$ on considère que la sensibilité à la force S_{FB} du mode (B,3,1,0) est négligeable:

$$S_{FB} = \frac{\Delta f_B}{\Delta F} \cong 0 \ll S_{FC} \quad (3.24)$$

En négligeant le facteur $S_{FB} F$, le système d'équations devient:

$$\Delta f_B = b_1 t + b_2 t^2 \quad (3.25)$$

$$\Delta f_C = c_1 t + c_2 t^2 + c_3 t^3 + S_{FC} F \quad (3.26)$$

et sa solution est:

$$t = \frac{-b_1 - \sqrt{b_1^2 + 4b_2 \cdot \Delta f_B}}{2b_2} \quad \text{et} \quad (3.27)$$

$$F = \frac{1}{S_{FC}} (\Delta f_C - c_1 t - c_2 t^2 - c_3 t^3) \quad (3.28)$$

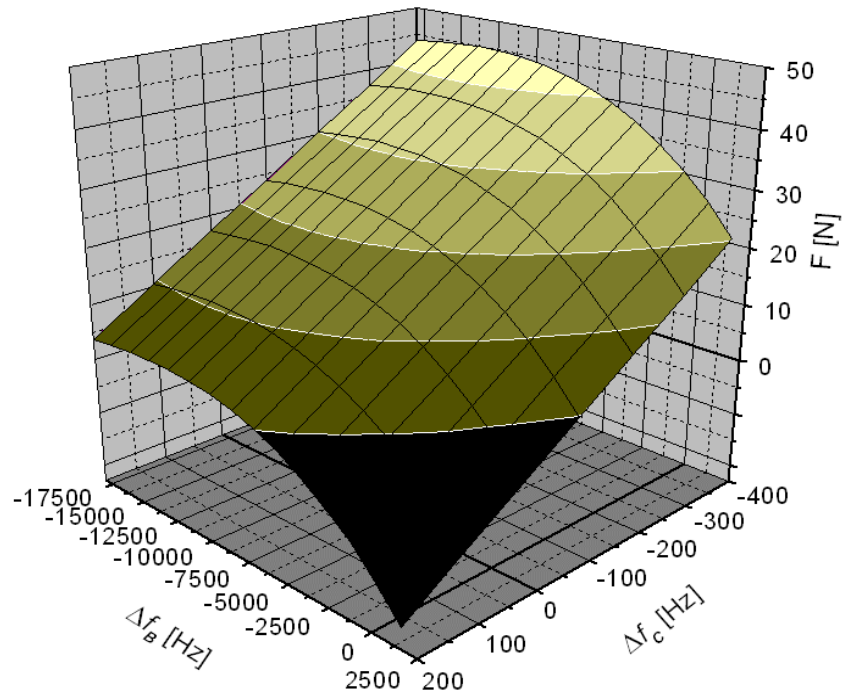


Figure 3.115. Caractéristique de transfert force – fréquences $F = f(\Delta f_B, \Delta f_C)$.

La figure 3.115 montre le tracé de la force exprimée en fonction des deux variations de fréquences ($\Delta f_B, \Delta f_C$), obtenu à partir des formules ci-dessus, qui sont donc prêtes à être implémentées sur un système digital de conversion.

III.9 Evaluation de la précision et de la résolution de mesure

Erreurs dues à la simplification des équations de transfert

Une erreur de $\pm 2^\circ$ dans la détermination de l'angle ψ_a conduit à un facteur S_{FB} non nul compris dans l'intervalle de $\pm 0,8$ Hz/N qui, en fonction de la valeur F de la force appliquée, conduit à une erreur systématique δt de détermination de la température, conformément au graphique présenté sur la figure 3.115. Si on considère $S_{FB} = 0,8$ Hz/N et si on applique une force $F = 1$ N, dans le cas de température le moins favorable (-10°C , où $\Delta f_B = 2500$ Hz), l'erreur de détermination de la température devient $\delta t = -0,004^\circ\text{C}$, qui finalement conduit à une erreur de détermination de la force $\delta F = 0,0033$ N, c'est à dire $\varepsilon_F = 0,33\%$.

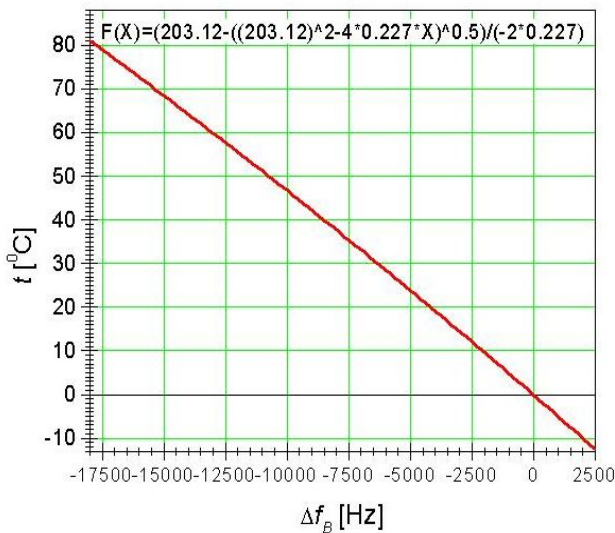


Figure 3.116. Caractéristique de transfert température– fréquence en négligeant le facteur $S_{FB}F$.

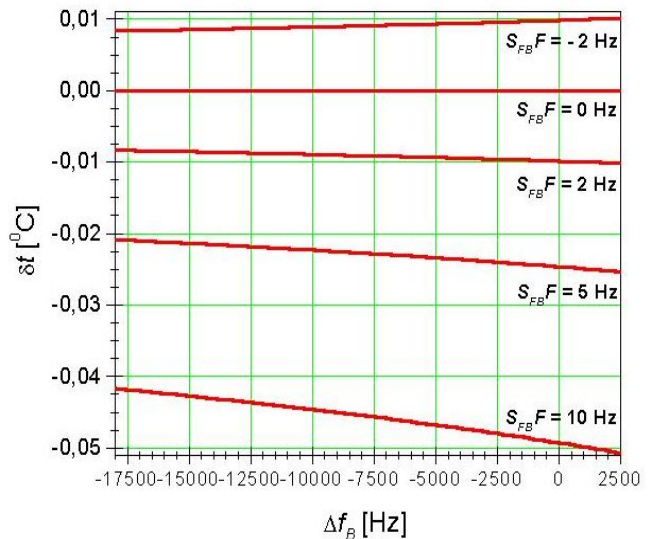


Figure 3.117. Erreur d'approximation de la température en négligeant le fact. $S_{FB}F$.

Un calcul des erreurs relatives ε_t si ε_F conduit aux expressions:

$$\varepsilon_t = \frac{b_1(\varepsilon_{b_2} - \varepsilon_{b_1}) - \varepsilon_{b_2} A - \frac{1}{A}(b_1^2 \varepsilon_{b_1} + 2(b_2 \varepsilon_{b_2} + \varepsilon_{\Delta f_B} \Delta f_B))}{-b_1 + A} \quad (3.29)$$

où $A = \sqrt{b_1^2 + 4b_2 \Delta f_B}$ (3.30)

L'erreur relative de détermination de la force est:

$$\varepsilon_F = \frac{f_C \varepsilon_{f_C} - c_1 t \varepsilon_{c_1} - c_2 t^2 \varepsilon_{c_2} - c_3 t^3 \varepsilon_{c_3} + t \varepsilon_t \cdot (c_1 + 2c_2 t + 3c_3 t^2)}{f_C - c_1 t - c_2 t^2 - c_3 t^3} \quad (3.31)$$

Influence de la stabilité du TCXO sur la précision de mesure

Comme la sortie est en fréquence, la méthode de comptage, et surtout la base de temps limite la résolution. Si la fréquence est comptée à 1 Hz près, alors la résolution en température varie entre 0,0042 °C et 0,0051 °C tandis que la résolution en force est de 0,0669 N.

Compte tenu du coût qui ne devrait pas être trop grand, la base de temps sera assurée par un TCXO, ou par un VCTCXO (*voltage controlled TCXO*). C'est une solution de compromis, qui offre des stabilités à long terme situées entre 3 ppm et 0,01 ppm. La précision de la fréquence est limitée principalement par les variations de température, le vieillissement, les chocs mécaniques, la tension d'alimentation ou les variations de l'impédance de charge.

La température peut aussi modifier le comportement des composants des deux oscillateurs du résonateur ME. Pour les prototypes réalisés, on peut estimer la précision en température à 0,01 °C et celle pour la force d'environ 0,2 N.

III.10 Conclusions et perspectives

Des structures multi-électrodes conçues pour opérer sur les modes (C,3,0,1) et (B,3,1,0) ont été réalisées et testées en passif, selon les méthodes de caractérisation présentées dans les paragraphes II.5, II.6 et III.8. Ensuite, des équations de transfert ont été obtenues par la méthode de régression polynomiale, pour une plage de températures comprise entre -10°C et 80°C .

Les spectres présentées sur les figures 3.99 ou 3.103, qui correspondent aux paires d'électrodes P1+P3 en antiparallèle (voir figure 3.92) montre que le mode (B,3,1,0) est le plus excité mais que le mode (C,3,1,0) reste d'une amplitude assez grande. L'autre jeu d'électrodes, P2+P4, excite dans une mesure comparable les modes (C,3,0,1) et (B,3,0,1). Même si les deux jeux P2+P4 et P1+P3 ont été conçus pour opérer avec les modes (C,3,0,1) et (B,3,1,0), on trouve que la géométrie des électrodes excite d'une manière inévitable d'autres modes. On voit qu'entre les modes sélectionnés et ces modes indésirables il existe des écarts de fréquence d'environ 700 kHz qui, rapportés aux valeurs des fréquences d'oscillation, représentent approximativement 9%. Il est donc possible de filtrer chaque signal avec des filtres passifs dans les oscillateurs électroniques, car les modes sont assez éloignés. Ainsi toute probabilité de saut entre fréquences sera supprimée.

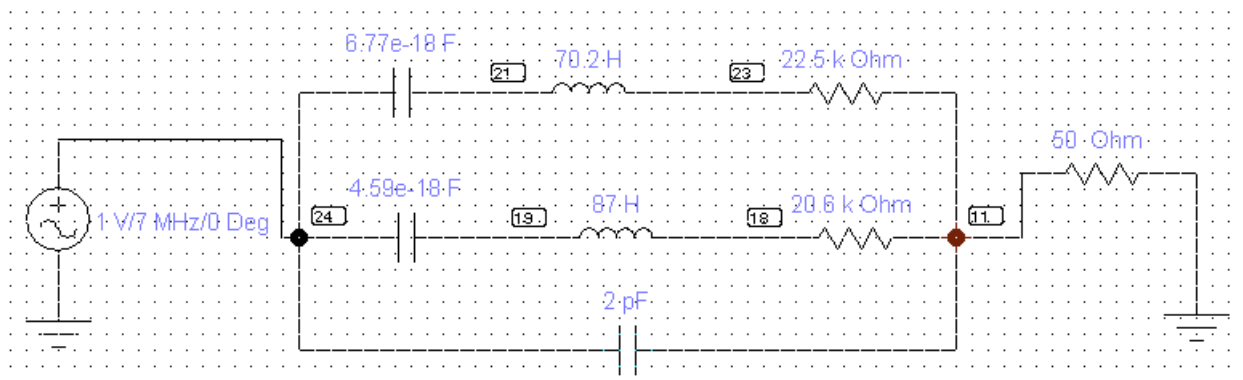


Figure 3.118. Demi-schéma du circuit modélisé – la paire d'électrodes P2+P4.

La structure multi-électrode a été modélisée sous Spice, à base des paramètres dynamiques déterminés dans le sous-chapitre III.6. Les modes anharmoniques de faible admittance ont été ignorés. Le schéma équivalent comprend des branches RLC série en parallèle, avec la capacité

statique C_0 correspondante. L'analyse en fréquence de ce circuit équivalent est présentée sur la Figure 3.119.

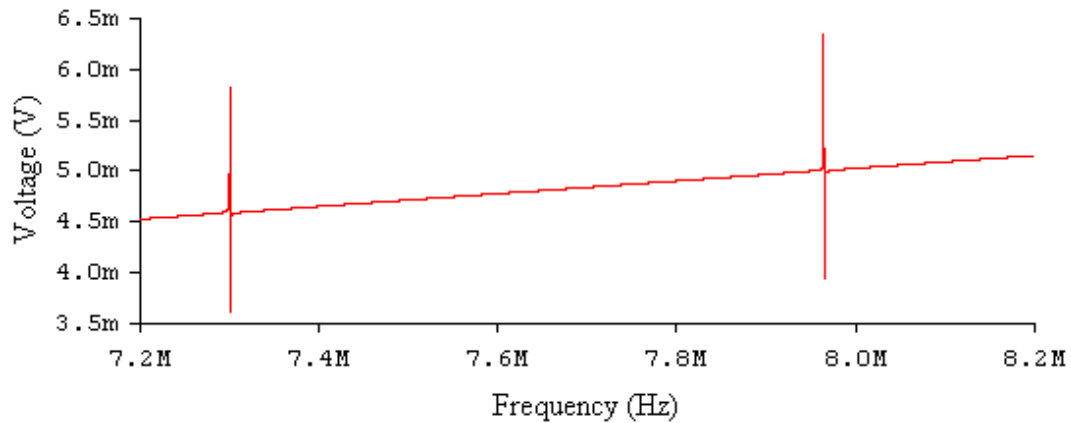


Figure 3.119. L'analyse en fréquence du circuit modélisé

La conception des oscillateurs avec circuits d'accord et du système électronique complet d'interface de ces résonateurs est présentée au Chapitre V, pour illustrer les possibilités d'emploi de ces résonateurs piézoélectriques comme capteurs.

La figure 3.120 montre en perspective un exemple de capteur intégré. Le boîtier a les dimensions de 17 x 18 x 10 mm pour un résonateur de 13,2 mm de diamètre. Sur les deux cotés du résonateur on a placé les circuits électroniques des oscillateurs et de la partie digitale primaire de comptage et de traitement des fonctions de transfert.

Les conditions mécaniques pour faire fonctionner correctement la structure ME comme capteur de force (et température) sont:

- o Que le quartz ne soit soumis qu'à une contrainte de compression. Il faut éviter de le soumettre à de la flexion en lui appliquant une force perpendiculaire à celle représentée sur la figure. Il faut donc que le coussinet flexible transmette la force à mesurer (flèche) et encaisse les efforts latéraux.
- o Il faut aussi prendre en compte les dilatations provenant des variations de température. Il faut que la rigidité du coussinet soit faible devant celle du quartz pour ne pas introduire dans la sensibilité du capteur une dépendance autre que celle du quartz. D'un autre côté, un coussinet trop mou n'oppose pas de résistance à une force perpendiculaire (flexion) qui pourrait endommager le cristal ou l'encastrement du celui-ci. Il faut donc établir un optimum entre ces deux contraintes.

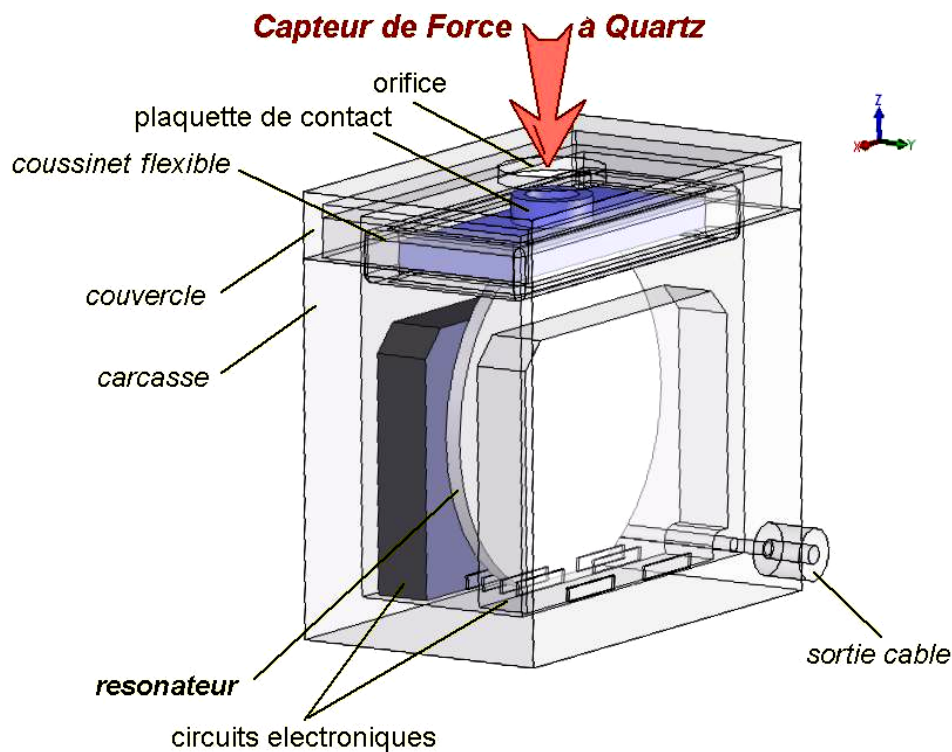


Figure 3.120. Projet d'un capteur complet de force et de température

o Il faut aussi que la façon dont on lie le quartz à la plaquette de contact et à l'embase n'introduise pas de contraintes parasites. De telles contraintes pourraient exister si on colle directement le résonateur. Il faut sans doute adopter un collage du quartz, mais dans ce cas on peut prévoir des ponts de fixation qui éviteront de transmettre les contraintes du collage au quartz. On peut réaliser le résonateur avec ces ponts par usinage ultrasonore, d'une longueur d'environ trois mm.

Le point sensible de la conception d'un tel transducteur n'est pas tant la miniaturisation de l'électronique intégrée que le choix d'une bonne solution d'application de la force, qui demande des études, comme on vient de le voir. Parmi les avantages d'un tel capteur de force (ou de pression) on remarque l'auto-compensation en température, la sortie digitale en fréquence, la faible consommation électrique ou l'immunité au champ magnétique.

CHAPITRE IV.

Séries d'investigations expérimentales des résonateurs thermosensibles miniaturisés en quartz (QT) et en orthophosphate de gallium (GT)

CHAPITRE IV.

Séries d'investigations expérimentales des résonateurs thermosensibles miniaturisés à quartz (QT) et à orthophosphate de gallium (GT)

IV.1 Introduction. Capteurs de température piézoélectriques.

Dans ce travail, on est intéressé par la détection et la conversion de la température en un signal électrique de fréquence mesurable. Une introduction du phénomène a été faite dans le sous-chapitre I.6.

Les capteurs de température à base de résonateurs piézo-électriques font directement la conversion de la température en un signal électrique de fréquence variable. La plupart des capteurs sont du type BAW (ondes en volume) mais il y a aussi des capteurs à la base d'ondes de flexion (type diapason) ou de surface (SAW). Le signal qui fourni est facile à discrétiser sans une conversion analogique-numérique. La résolution maximale que l'on peut atteindre est de l'ordre du microKelvin. Ce type de capteur a beaucoup d'applications, dû au nombre réduit de composants et aux performances supérieures analysées dans ce travail.

La fréquence de résonance d'un oscillateur à quartz ou d'un autre matériau piézo-électrique est exprimée en fonction de la température et elle est donnée par l'équation :

$$f(t) = f_0(1 + \alpha \cdot t + \beta \cdot t^2 + \gamma \cdot t^3) \quad (4.1)$$

où f_0 est la fréquence à la température de référence (0 °C dans ce cas), et α , β et γ sont des coefficients.

En utilisant un plan de coupe de cristal proprement choisi, on peut avoir un coefficient α grand et des coefficients β et γ réduits, qui peuvent être ignorés dans une première approximation. En mesurant la fréquence et par le calcul de l'inverse de la fonction d'équation (4.1) on obtient la valeur de la température avec une dépendance entre ces deux variables stable et répétable. Tous

les thermomètres réalisés sur la base de résonateurs piézo-électriques doivent présenter une bonne linéarité dans de larges intervalles.

Les résonateurs les plus appropriés pour la mesure de la température sont ceux basés sur les ondes de cisaillement d'épaisseur (*thickness-shear*). Ils sont réalisés dans certaines orientations. Les résonateurs en coupe Y conviennent pour cette application (orientation XY). La caractéristique fréquence-température est presque linéaire et la valeur du coefficient de température est de l'ordre de 10^{-4} K^{-1} . Une autre coupe en rotation simple est Y+5° (yxl/5°) avec des caractéristiques similaires aux coupes en Y.

Hammond, Adams et Schmidt ont découvert en 1965 une coupe en quartz ayant des coefficients d'ordre supérieur quasi-nuls dénommée LC (linéaire cut). Les résonateurs LC ont pour orientation (double rotation) YXbl/8°25'/13°. Habituellement, ils sont utilisés en partiel trois et le coefficient de température est de $4,79 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. La fréquence de résonance est ajustée par des procédés techniques pour arriver à la sensibilité désirée, par exemple à la valeur de 1000 Hz/K. Une autre coupe en double rotation est la NLSC d'orientation yxwl/20°/22,7° qui est très linéaire et qui de plus est compensée en contraintes mécaniques.

Dans ce travail les résonateurs en coupe NLC (*new linear cut*), simple rotation yxl/-31°33', sont étudiés (figure 4.2). Cette coupe représente en fait un compromis. La linéarité de la coupe NLC est moins bonne que celle de la coupe LC, mais elle a certains avantages: le fait qu'elle est en simple rotation avec une composante unique de vibration sur la direction *u1* simplifie la modélisation et la technologie de fabrication est moins coûteuse. Les capteurs en coupe NLC fonctionnent habituellement en mode fondamental.

Systèmes de mesure de la température à l'aide des résonateurs piézo-électriques

La société Hewlett Packard a réalisé une version commerciale (modèle 2804A) d'un thermomètre avec quartz qui est basé sur le principe énoncé avant. Le capteur est en coupe LC. Il est réalisé par des opérations de rodage et de polissage et son diamètre est de 6,4 mm. Il fonctionne en onde de cisaillement autour de la fréquence de 28 MHz et la sensibilité est de 1000 Hz/K. Ces caractéristiques permettent une excellente résolution de 0,0001 K, avec une stabilité considérable à long terme. Dans les modèles standardisés, la longueur de la connexion entre le capteur et la partie électronique est de 3,7 mètres, mais des longueurs de 1300 mètres peuvent être obtenues

sans diminuer les performances. Dans ce cas, un oscillateur local avec un amplificateur de signal est implémenté à proximité du capteur. Le système de mesure peut fonctionner avec deux capteurs et mesurer la différence de température entre eux. A l'aide d'un microprocesseur, le système peut inclure des fonctions d'auto-diagnostic et le remplacement des capteurs est facilement accompli par le changement d'un circuit EPROM qui contient les données de configuration établies par le fournisseur. La température est calculée en fonction de la fréquence par une méthode de régression linéaire en utilisant 40 points sur la gamme de température, valeurs sauvegardées dans la mémoire EPROM. Les erreurs de mesure sont autour des valeurs de $\pm 0,075$ °C dans l'intervalle $-80 \dots +250$ °C ou de $\pm 0,045$ °C dans l'intervalle de $-50 \dots +150$ °C. La résolution de l'appareil peut être choisie de 0,01, 0,001 ou de 0,0001 °C.



Figure 4.1. Thermomètre numérique modèle HP Agilent 2804A

Les thermomètres avec des résonateurs piézo-électriques ne sont pas influencés par les interférences parasites dû au principe de fonctionnement numérique. Ayant des performances exceptionnelles, cette catégorie de capteurs est utilisée pour calibrer et standardiser les thermomètres, dans la calorimétrie de précision ou pour la mesure de température à longues distances ou à long terme.

T. Ueda a proposé en 1997 [34] un capteur de température sous forme de diapason, de forme similaire avec celle des résonateurs de 32 kHz utilisés dans les montres électroniques. Ce résonateur qui possède une partie vibrante de longueur $2,3 \times 0,26$ mm a été réalisé par le procédé de photolithographie et gravure anisotrope. La fréquence de résonance est de 40 kHz. Le capteur est encapsulé hermétiquement et la capsule a été remplie avec de l'hélium en vue d'obtenir un meilleur facteur de qualité et améliorer la réponse thermique. La sensibilité est de $-2,16$ Hz/K (-54 ppm/K) à la température ambiante et l'erreur d'hystérésis est inférieure à $0,001$ K. Une caractéristique importante de ce capteur est l'utilisation de la technologie de gravure chimique qui,

par rapport aux méthodes mécaniques classiques, permet d'obtenir une grande variété de formes et de dimensions et une production de masse.

De même, il faut mentionner les oscillateurs piézo-électriques utilisés pour la mesure de la masse ou des autres grandeurs physiques similaires qui sont basées sur l'influence de la masse du résonateur sur la fréquence d'oscillation, et qui peuvent mesurer jusqu'au niveau du nanogramme. Les résonateurs à quartz de type micro-balance sont utilisés pour la surveillance des dépôts sous vide. Si les cristaux piézo-électriques sont recouverts par une couche hygroscopique, par exemple, l'augmentation de l'humidité est traduite par une réduction de la fréquence. Il est aussi possible de mesurer la concentration de certains composants volatiles si les résonateurs sont recouverts d'une couche organique sélective.

IV.2 Les capteurs QT développés dans le cadre du contrat QxSens

Plusieurs séries d'essais sur des résonateurs piézo-électriques servant de capteurs de température ont été accomplies. Deux matériaux piézo-électriques ont été utilisés : le quartz et l'orthophosphate de gallium (GaPO₄). Les échantillons possèdent une coupe en simple rotation par rapport aux axes du cristal. Ainsi, la coupe NLC ($\theta = -31^\circ 30'$) (figure 4.2) a été utilisée dans le cas du quartz et la coupe simple rotation Y+27° pour l'orthophosphate de gallium - (figure 4.20).

Les étapes de construction des prototypes ont été précédées d'une série de modélisations analytiques et par éléments finis avec le but de miniaturiser les capteurs, d'obtenir un bon coefficient de qualité et d'éviter les non-linéarités de la caractéristique de transfert. Les dimensions des résonateurs ont été réduites en échelle, passant du disque de 5 mm diamètre au rectangle de dimensions 2 x 5 mm (figure 4.17). L'épaisseur des résonateurs à quartz a été abaissée jusqu'à 0,084 mm et la masse du résonateur à 2,2 mg, afin d'obtenir des temps de réponse réduits grâce à l'inertie thermique réduite. La résolution de ces capteurs est très bonne, grâce à la sortie en fréquence. On peut obtenir des résolutions en température jusqu'à 10⁻⁴ K.

La coupe NLC en simple rotation ($\theta = -31^\circ 30' \pm 1'$), est plus facile à réaliser, par rapport à la coupe LC du Hewlett Packard.

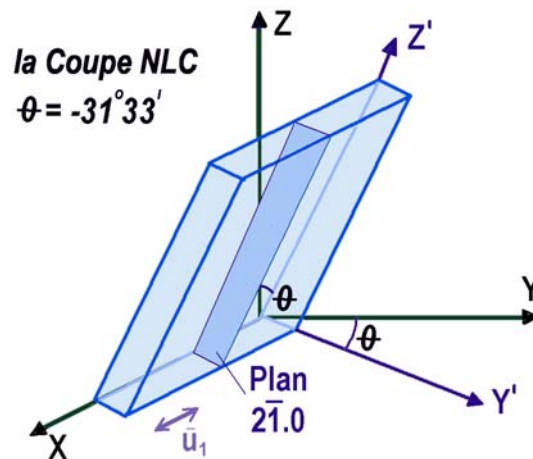


Figure 4.2. La coupe NLC et son plan principal de topographie

La technologie de fabrication des résonateurs en quartz développée par l'ISSP-BAS est assez délicate et il y a encore des étapes exécutées manuellement qui ne sont pas adaptées à une production de masse. Toutefois, l'objet du contrat QxSens est la conception et la fabrication des prototypes et la dissémination des informations à l'industrie. Dans la fabrication des prototypes QT on trouve les phases suivantes :

- l'identification des axes cristallins principaux du bloc de quartz synthétique qui est à couper.
- le sciage mécanique en barres parallélépipédiques de longueur suivant l'axe $0Y$.
- la coupe à l'angle θ , le contrôle de l'orientation au goniomètre à rayons X , éventuellement la correction de l'angle de coupe avec une précision de $\pm 1'$ d'angle.
- la coupe en plaquettes de dimension $15 \times 15 \text{ mm}$ et d'épaisseur de 1 mm . Le nombre des plaquettes coupées est approximativement 100.
- le rodage avec de la poudre abrasive de $7 \mu\text{m}$ jusqu'à l'épaisseur de $270 \mu\text{m}$ par séries de 16 plaquettes.
- la vérification individuelle au goniomètre de l'angle θ et l'élimination des lames non conformes.
- l'empilement des plaquettes en un bloc en utilisant comme adhésif la cire à l'arcanson.
- la coupe longitudinale du bloc en quatre parties de dimension $7 \times 7 \text{ mm}$. Traçage de la direction OX pour raisons de manipulation.
- le décollage des plaquettes des blocs et le nettoyage chimique. Le rodage à la poudre abrasive de $3 \mu\text{m}$ jusqu'à une épaisseur de $110 \mu\text{m}$; vérification au goniomètre;

- le re-collage des blancs en colonne; le marquage de la direction OX, la rectification du bloc en forme de cylindre au diamètre de 5.2 mm..
- le décollage des plaquettes des blocs, le polissage avec des particules d'oxyde de cérium; le nettoyage chimique et l'attaque dans l'acide jusqu'à l'épaisseur de 82,5 μm .
- l'observation de la fréquence d'oscillation du blank à l'aide d'une "lame d'air" et d'un oscillateur avec fréquencemètre. La fréquence d'oscillation du blank doit être comprise entre les valeurs de 29455 ± 10 kHz. Si la fréquence n'est pas dans cet intervalle, l'opération de polissage est répétée pour abaisser la fréquence dans les limites fixées.
- le dépôt des électrodes d'argent par évaporation sous vide à une épaisseur de 160 nm.
- le collage final des résonateurs dans le support et leur fermeture sous atmosphère d'azote sec.

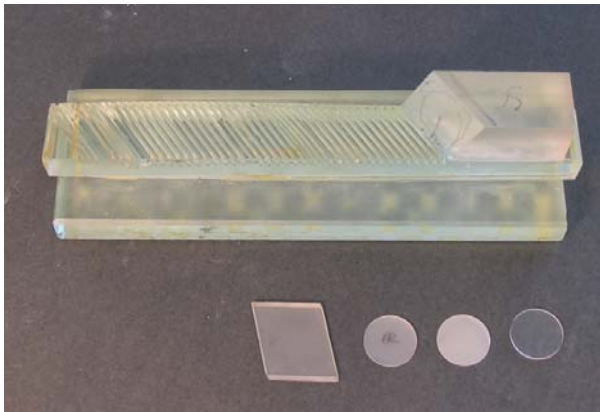


Figure 4.3. Barreau de quartz coupé en double rotation (SC-cut) et blanks à différentes étapes de finition

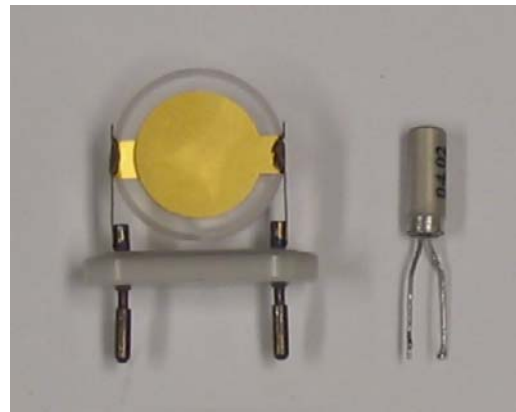


Figure 4.4. Comparaison entre les dimensions d'un résonateur classique et d'un résonateur QT strip. (photos prises au LCEP-ENSMM)

Dans l'étape de conception des résonateurs *strip*, le point critique est la détermination précise du rapport largeur/épaisseur (w/t) qui influence directement les fréquences des familles des modes de vibration à une température donnée. Au LCEP, M. Bernard Dulmet a déterminé théoriquement les courbes de dispersion en réalisant une série de programmes de simulation combinant des méthodes analytiques et les éléments finis. Par exemple, la figure 4.5 représente le résultat obtenu suite à une séquence de dix jours de simulations dans le cas d'un résonateur « strip ». La famille des courbes parallèles à l'abscisse, dans la région centrale, représente un mode de cisaillement et les lignes en diagonale le mode de flexion. Le mode fondamental est représenté en bleu et noté n ($B,1,0,0$). On observe clairement l'influence du mode de cisaillement ($F,n,0$) sur le mode fondamental pour un rapport $w/t = 25,1$. Il faut préciser que les sensibilités à la température de

ces modes sont différentes, les courbes se décalant de quantités différentes. Ainsi, dans la phase de conception, le choix d'un bon rapport w/t doit prendre en compte une courbe de dispersion horizontale (pour des raisons de reproductibilité) et une zone libre de la présence d'autres modes (qui peuvent provoquer des couplages genre *activity-dip* - voir le Paragraphe IV.7). Dans la figure 4.5 on trouve que le rapport optimal w/t à la température ambiante est compris entre les valeurs 24,75 et 24,95.

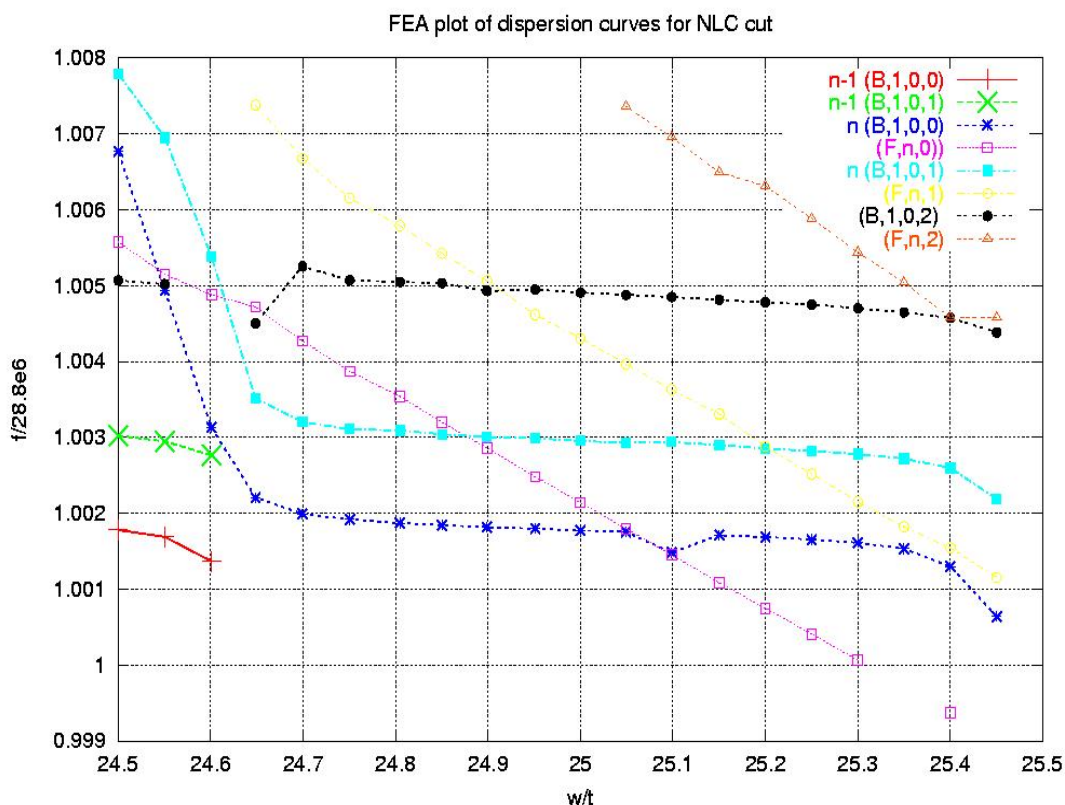


Figure 4.5. Les courbes de dispersion d'un résonateur QT strip correspondant aux différentes familles de modes de vibration. (Le graphique est obtenu d'après [24], [41].)

Sur la figure 4.6 est présentée la modélisation par éléments finis de l'amplitude de vibration d'un résonateur du type GT et sur la figure 4.7 celle d'un résonateur QT. Seule une moitié du résonateur a été modélisée, l'autre moitié étant symétrique. Sur l'axe OZ est représentée l'amplitude de vibration. Le mode principal de cisaillement est couplé avec un mode de flexion. Cette distribution de l'amplitude peut être modifiée en fonction des dimensions de la plaquette et de la forme des électrodes qui concentrent l'énergie de vibration.

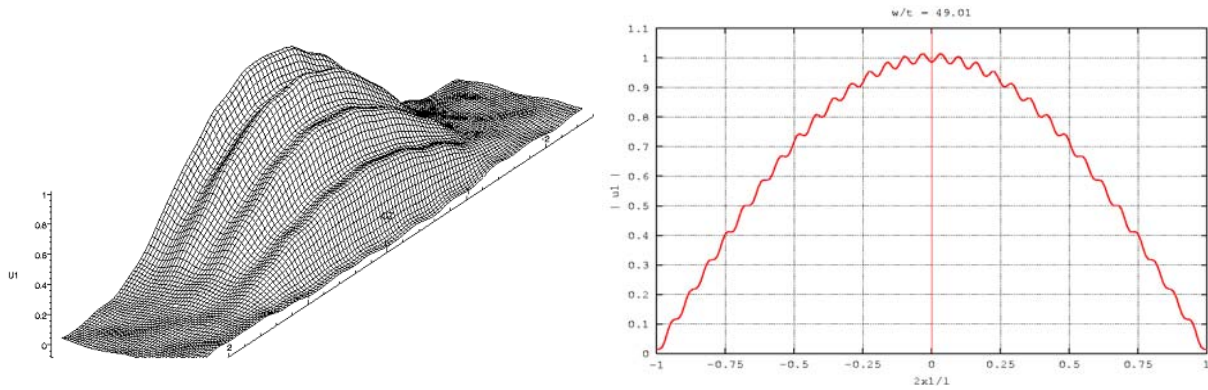
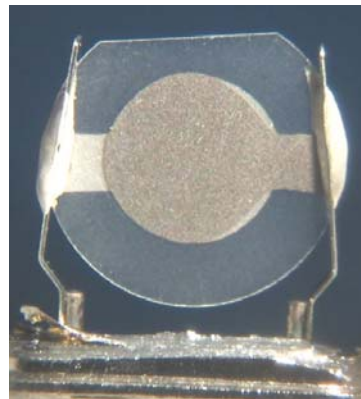
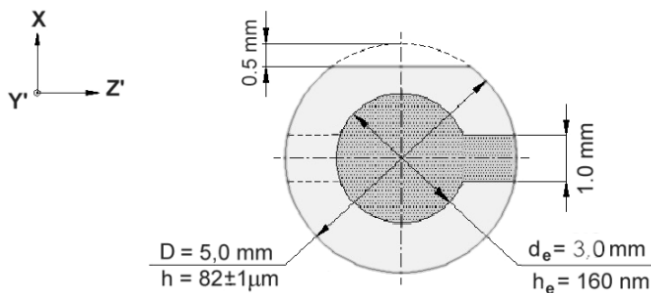


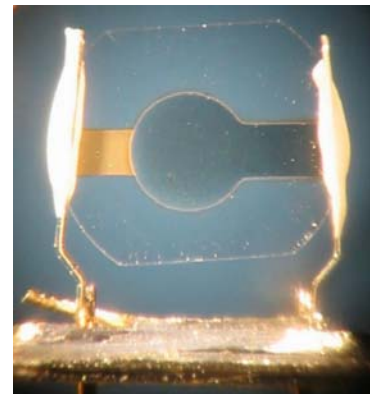
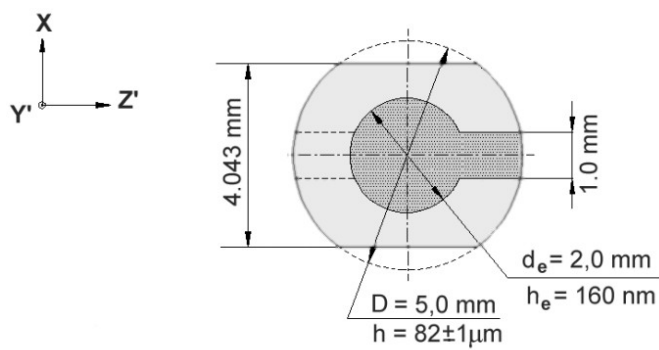
Figure 4.6, 4.7. Modélisation par éléments finis d'un résonateur GT strip et QT strip.
(Graphiques obtenus du [24], [41])

IV.2.1 Les résonateurs QT standard

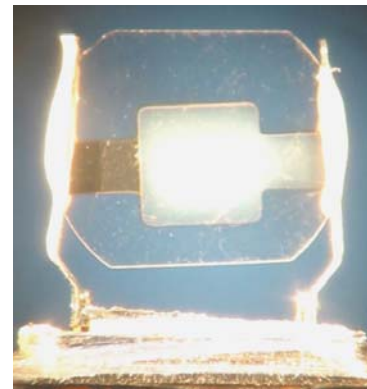
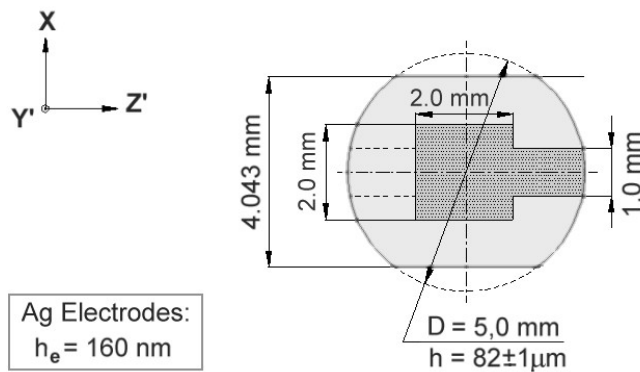
Plusieurs configurations de résonateurs QT ont été réalisées, tous ayant une épaisseur de 82 μm et une fréquence d'oscillation à la température ambiante entre 29,0 MHz et 29,3 MHz. Les plaquettes ont été réalisées sous la forme des disques plans-parallèles, la masse inertielle des électrodes d'aluminium ayant le rôle principal de piégeage de l'amplitude de vibration. La première forme S5 (voir dans la figure 4.8) est une plaquette circulaire de 5 mm avec des électrodes en forme de disque de diamètre de 3 mm. Les topographies ont montré (voir le paragraphe IV.6) que le diamètre des électrodes est trop grand parce que la zone vibrante s'étendait jusqu'au voisinage des supports de fixation. On a donc choisi la solution S5A présentée par la figure 4.10. D'autres prototypes à électrodes carrés et rectangulaires ont été réalisés à partir de plaquettes rectifiées à une largeur de 4mm. (Voir les figures 4.12 - 4.14), en vue de s'approcher du "design" rectangulaire de type « strip ».



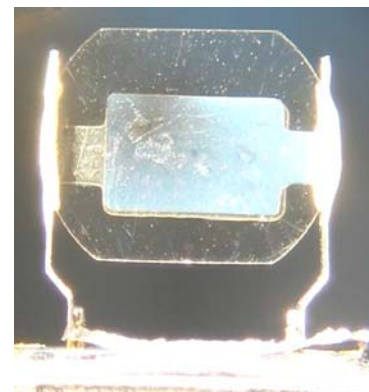
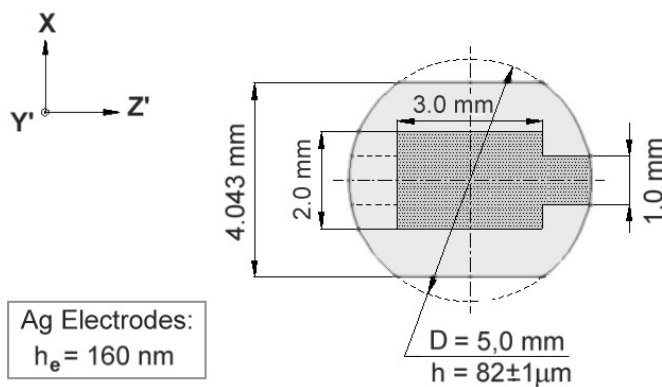
Figures 4.8, 4.9. Premier type de résonateur QT circulaire avec électrodes rondes.
(Échantillon no. QT S5-14).



Figures 4.10, 4.11. Résonateur QT de forme semi-rectangulaire et électrodes circulaires (no. QT S5A-04).



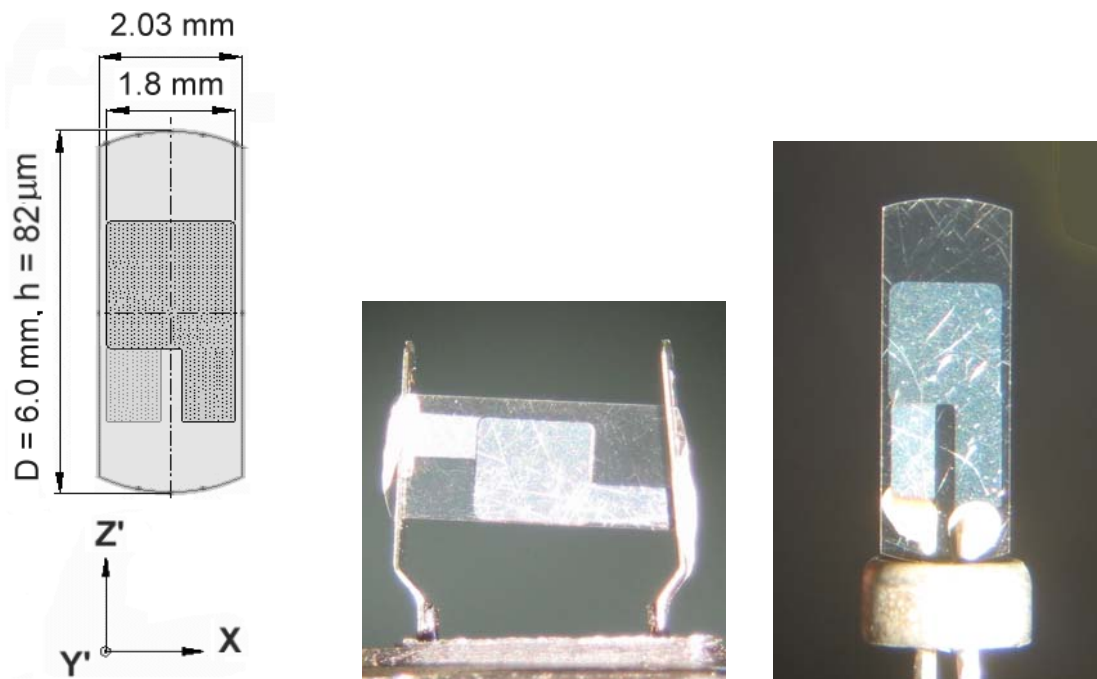
Figures 4.12, 4.13. Résonateur QT de forme semi-rectangulaire et électrodes carrés (no. QT S6-04).



Figures 4.14, 4.15 Résonateur QT semi-rectangulaire et électrodes rectangulaires (QT S7-33).

IV.2.2 Les résonateurs QT « strip »

En suivant la technologie de fabrication indiquée plus haut, des résonateurs rectangulaires de type « strip » ont été fabriqués dans la variante codifiée S10 (figure 4.17), puis la variante finale SR (figures 4.16, 4.18) où la plaquette de quartz a la dimension de 6x2 mm. Cette variante est montée dans un boîtier cylindrique de type TC39 qui est couramment utilisée pour les résonateurs standard de 32kHz. La capsule est hermétiquement fermée et remplie avec de l'azote sec pour éviter l'oxydation des électrodes.



Figures 4.16, 4.17, 4.18. Modèle QT type « Strip ». Echantillons no. S10-1 et SR04

Une évolution ultérieure des résonateurs du type strip pourrait se faire par l'introduction d'une forme trapézoïdale pour les parties latérales, comme sur la figure 4.19, avec le but de modifier la distribution spatiale du mode de flexion. Cette solution est en train d'être testée même si du point de vue technologique elle est plus coûteuse, sans garantir une amélioration significative des paramètres par rapport à la version SR.

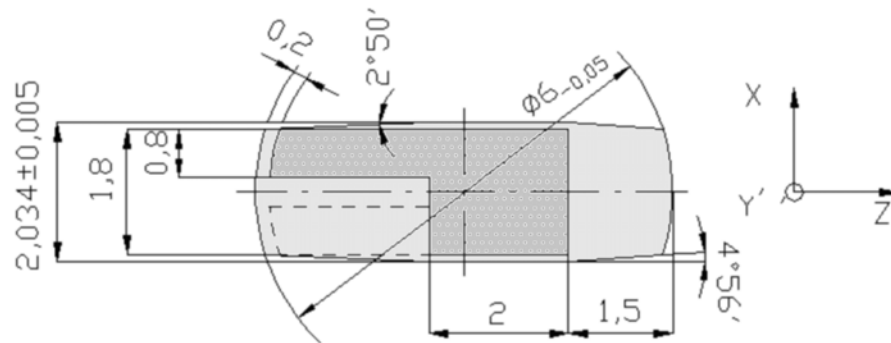


Figure 4.19. Le design du QT Stealth-Strip.

IV.3 Les capteurs GT développés dans le cadre du contrat QxSens

Les capteurs GT ont été réalisés par les partenaires AVL et Piezocryst en orthophosphate de gallium GaPO_4 dans la coupe simple $Y+27,16^\circ$, comme indiqué sur la figure 4.20. Les étapes de conception et de fabrication sont presque similaires à celles présentées pour les résonateurs QT dans le paragraphe précédent III.3.

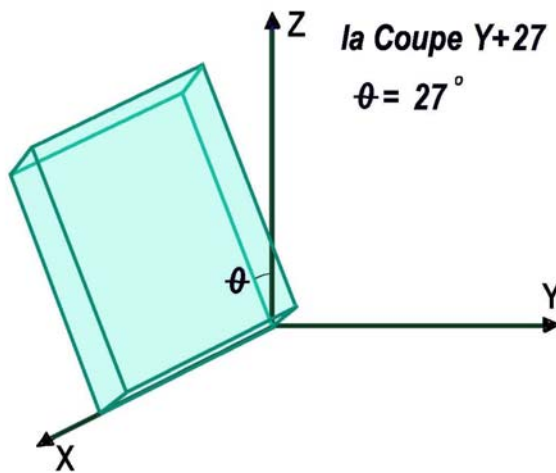


Figure 4.20. La coupe $Y+27^\circ$ en orthophosphate de gallium

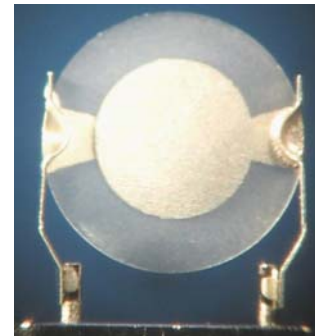


Figure 4.21 Résonateur GT du type circulaire.

Des résonateurs GT à plaquette et électrodes circulaires ont été réalisés (voir figure suivante). Le diamètre de la plaquette est de 5 mm, l'épaisseur de 170 μm . Les électrodes sont en platine ; le diamètre est de 3 mm et l'épaisseur de 150 nm. Ces résonateurs vibrent en mode fondamental aux fréquences proches de 8,8 MHz.

En vue de la réduction des dimensions et d'améliorer les temps de réponse, AVL et Piezocryst ont travaillé sur une solution de miniaturisation.

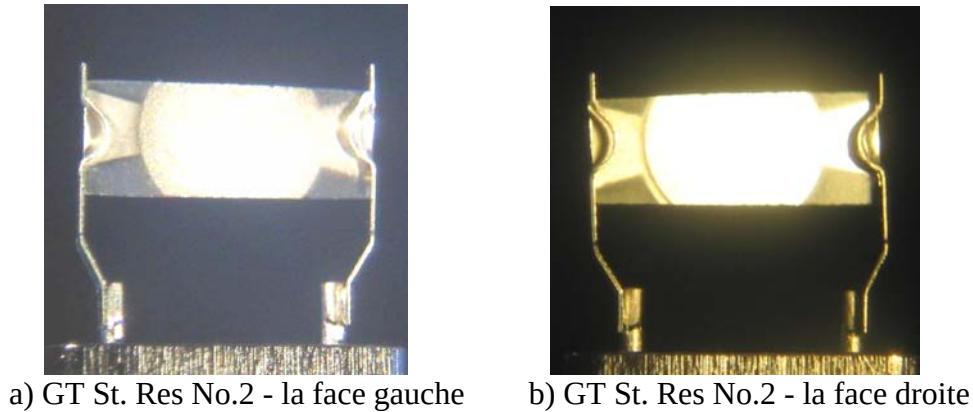


Figure 4.22 a, b). Prototype de résonateur du type GT Stealth.

Les premiers échantillons à dimensions réduites ont le même type de fixation et des électrodes de même diamètre que les résonateurs circulaires, sauf que la largeur a été réduite à 2 mm. Pour diminuer le mode de flexion les cotes ne sont pas rigoureusement parallèles et font un angle de 4 degrés.

IV.4 Spectres électriques et paramètres des résonateurs QT et GT

Les spectres électriques des résonateurs ont une très grande importance dans le calcul des principaux paramètres électriques: la fréquence du mode fondamental et des modes anharmoniques, l'amplitude du mode principal et des modes anharmoniques, la résistance et la capacité dynamique en série et le facteur de qualité. Ces paramètres sont importants pour la conception de l'oscillateur électronique associé au résonateur. Il est important que ces paramètres ne varient pas trop avec la température, et que les amplitudes des modes anharmoniques soient inférieures à celle du mode fondamental, puisque dans ce cas l'oscillateur accrocherait sur un de ces modes.

Les capteurs QT en quartz sont conçus pour vibrer sur le mode fondamental à 29 MHz. La valeur typique de la résistance dynamique est comprise dans l'intervalle de 4 ohms à 30 ohms, en fonction de la forme du résonateur et de la géométrie des électrodes. Le facteur de qualité Q est compris entre 150 000 et 40 000.

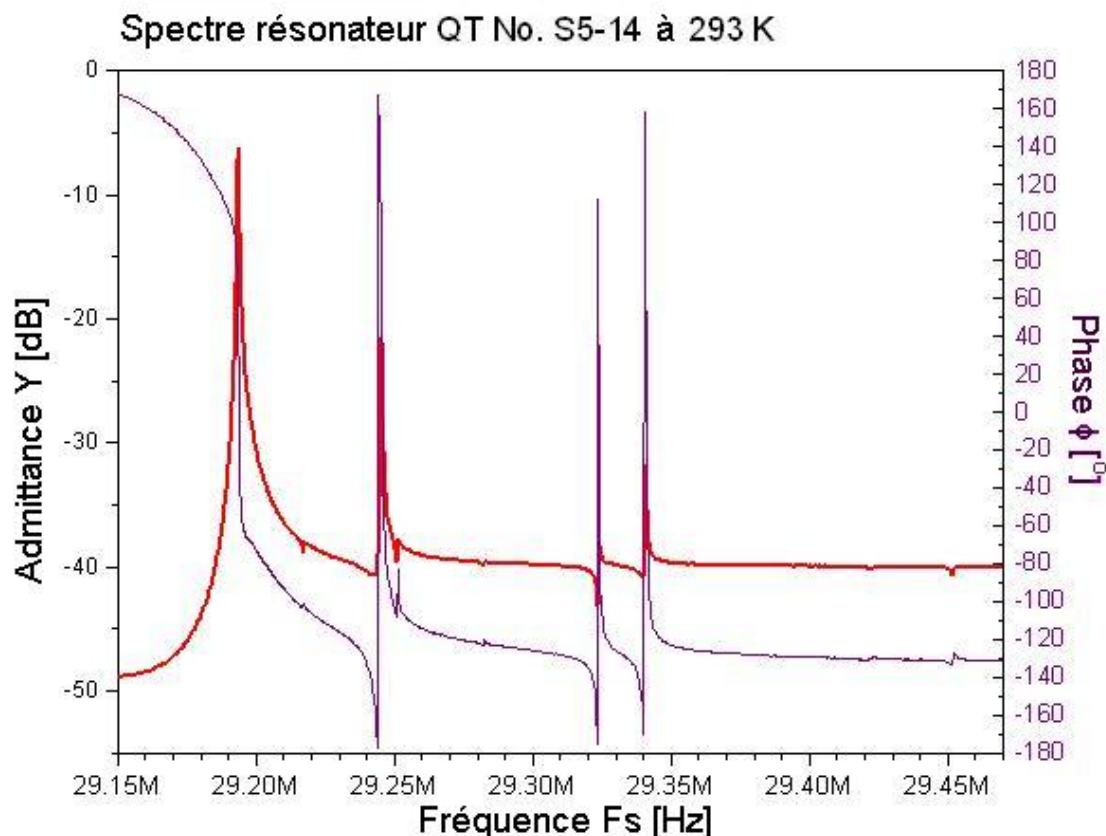


Figure 4.23. Spectre typique d'un résonateur QT rond, série S5.

Il faut remarquer le fait que cette dispersion de valeurs est due aux tolérances de l'usinage mécanique utilisé pour les premiers échantillons, plus précisément du défaut de parallélisme des faces et du décentrage des électrodes. Ces défauts ont une influence sur la fréquence d'oscillation et sur la sensibilité à la température, mais ils influencent surtout les valeurs de la résistance dynamique et du facteur de qualité. L'objectif final est l'augmentation du facteur de qualité, qui se répercute par une meilleure stabilité de l'oscillateur électronique, et en conséquence, par une augmentation de la résolution de mesure en température.

Dans les paragraphes suivants plusieurs spectres sont présentés pour chaque type particulier de résonateur. Ils ont été réalisés à la température de l'azote liquide (78 K), et à la température ambiante, c'est à dire pour une différence de température de 215 °C.

Les figures 4.24 - 4.25 représentent les spectres typiques du résonateur circulaire, les figures 4.26 – 4.27 les spectres du résonateur rectangulaire avec des électrodes circulaires, les figures 4.28 – 4.29 représentent le résonateur rectangulaire avec des électrodes carrés, les figures 4.30 – 4.31 représentent le résonateur avec des électrodes rectangulaires et finalement les figures 4.32 – 4.33 montrent les résonateurs de type « strip ».

Comme première conclusion, chaque paire de spectres ne montrent pas des différences nettes entre les deux températures, sauf pour l'amplitude qui est légèrement croissante avec la baisse de la température.

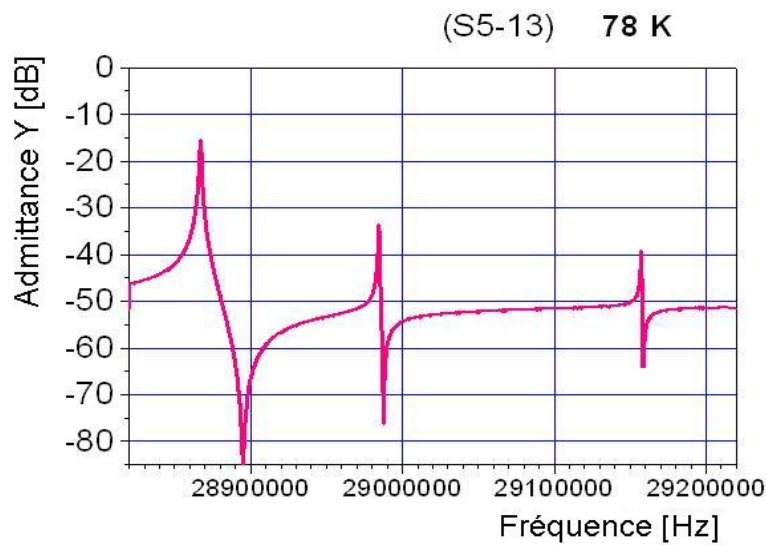


Figure 4.24. Spectre du résonateur QT no. S5-13 enregistré à 78 K.

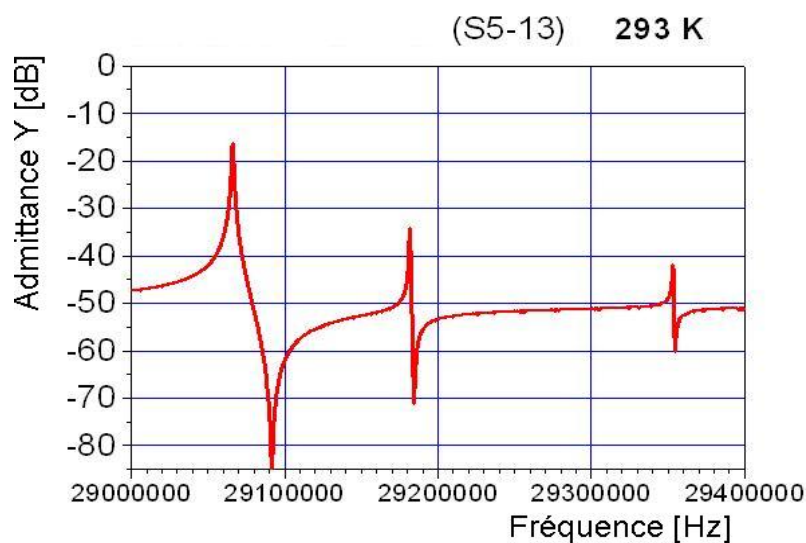


Figure 4.25. Spectre du résonateur QT no. S5-13 enregistré à 293 K.

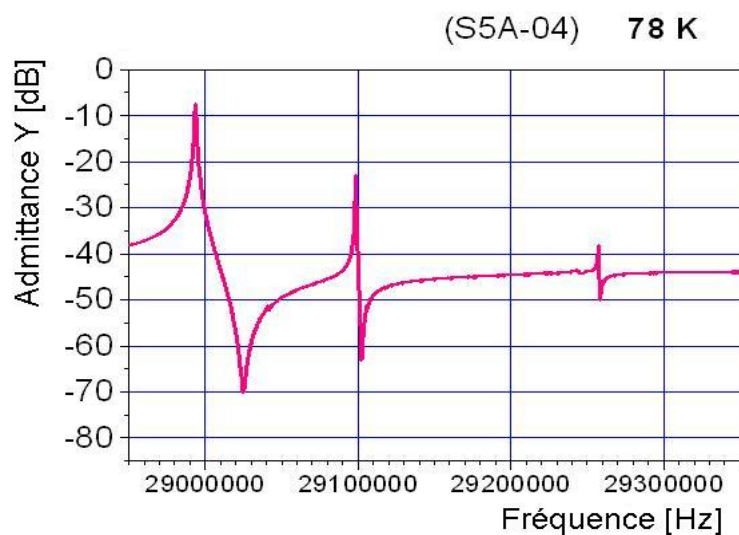


Figure 4.26. Spectre du résonateur QT no. S5A-04 enregistré à 78 K.

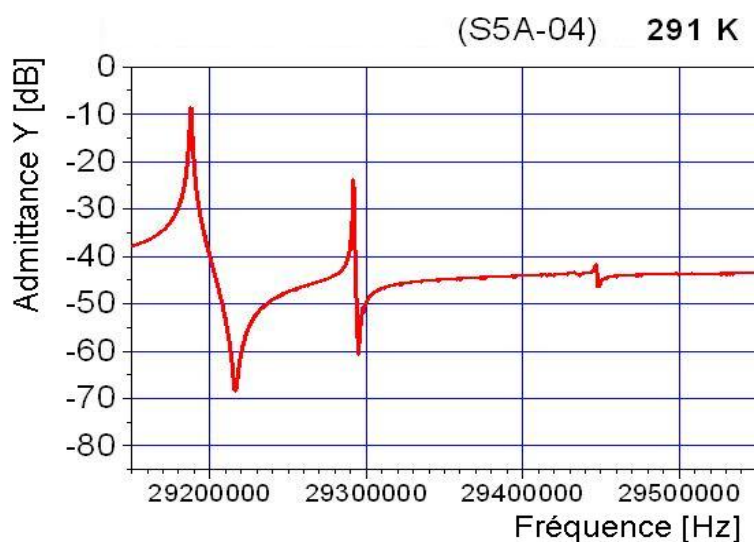


Figure 4.27. Spectre du résonateur QT no. S5A-04 enregistré à 291 K.

Sur les figures 4.28 et 4.29 sont présentés les spectres du résonateur QT type S6 du figure 4.12. Si à la température ambiante, l'oscillateur travaille à la fréquence de 29,002 MHz, à la température de 78 K la fréquence d'oscillation est de 28,881 MHz. Au-dessus du mode fondamental (100) on observe deux modes anharmoniques : (102) et (120), les autres ne sont pas visibles. Par rapport au mode fondamental, les amplitudes de ces deux modes sont situées respectivement à 13 dB et à 20 dB plus bas.

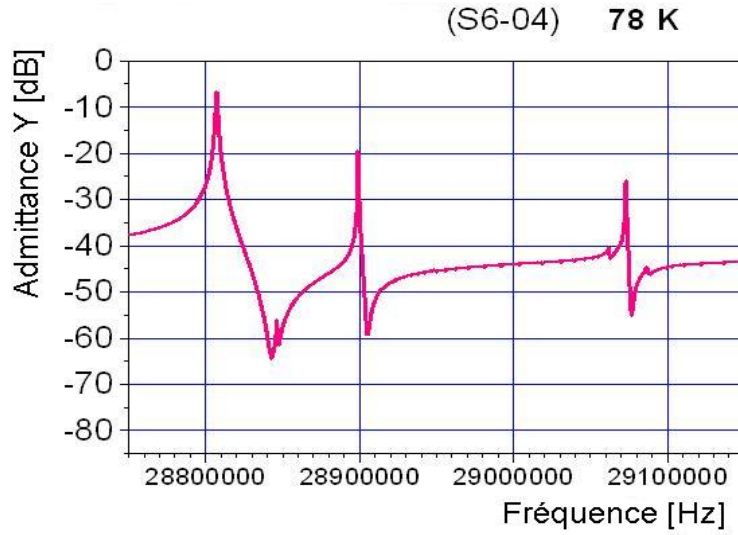


Figure 4.28. Spectre du résonateur QT no. S6-04 enregistré à 78 K.

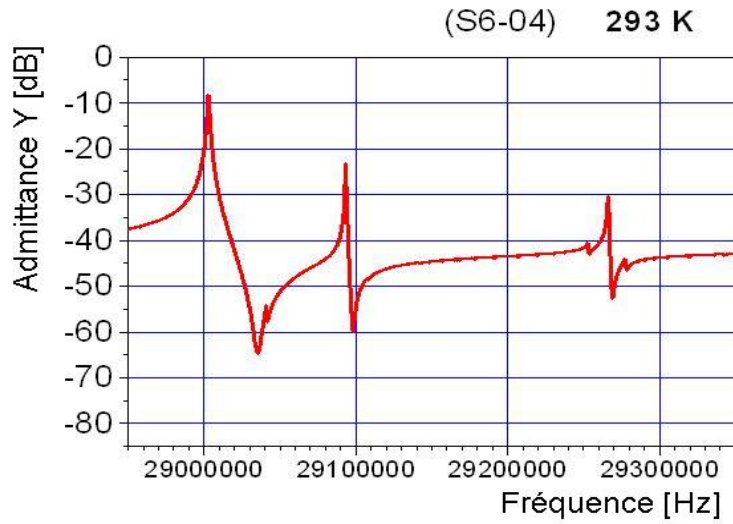


Figure 4.29. Spectre du résonateur QT no. S6-04 enregistré à 293 K.

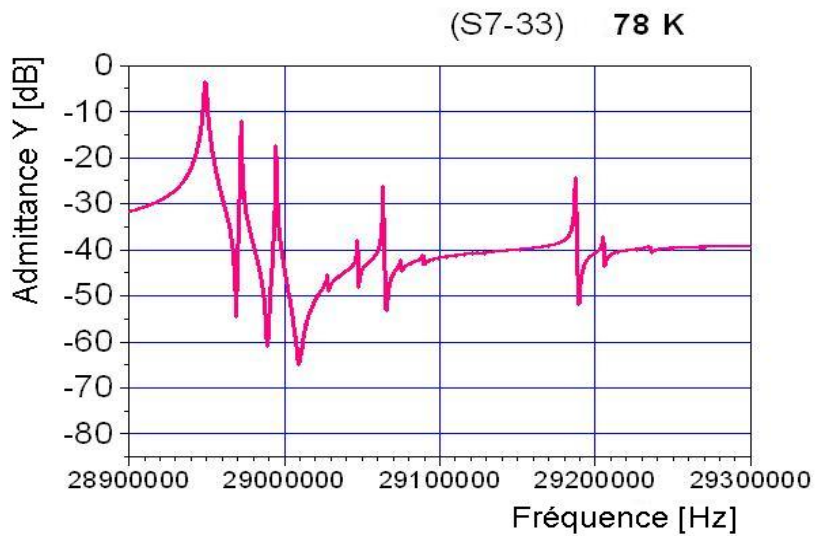


Figure 4.30. Spectre du résonateur QT no. S7-33 enregistré à 78 K.

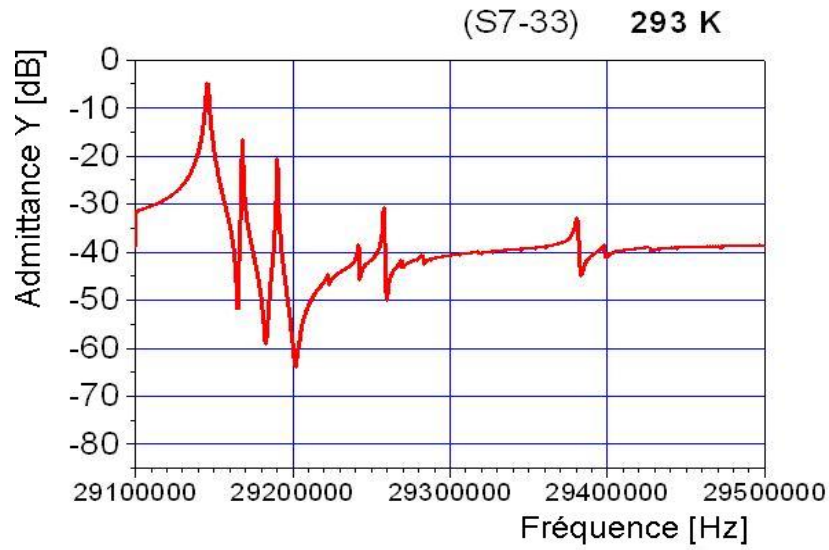


Figure 4.31. Spectre du résonateur QT no. S7-33 enregistré à 293 K.

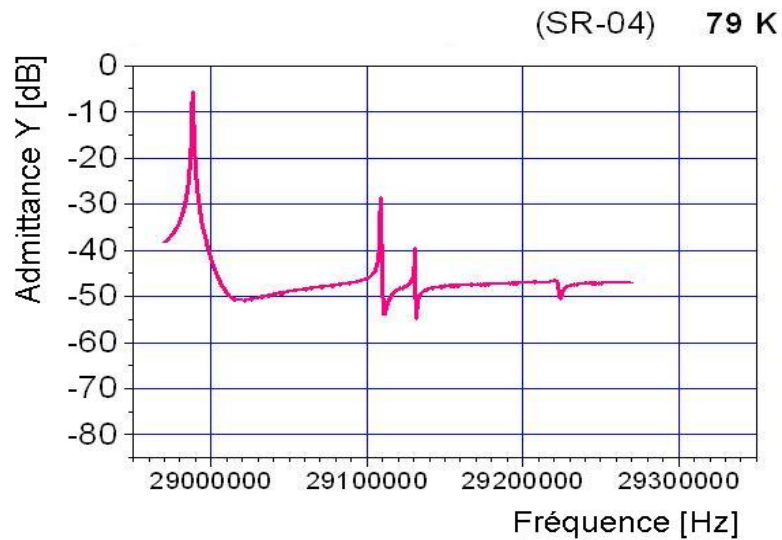


Figure 4.32. Spectre du résonateur QT strip no. SR-04 enregistré à 79 K.



Figure 4.33. Spectre du résonateur QT strip no. SR-04 enregistré à 318 K.

Le tableau suivant résume les valeurs dynamiques principales de chaque type de résonateur :

Type Electrode	T = 305 K			T = 78 K		
	Q	R (Ω)	L(mH)	Q	R(Ω)	L(mH)
QT circulaire (S5A)	91500	6.4	3.18	108300	5.35	3.17
QT carré (S6)	85000	5.32	2.485	99700	4.55	2.50
QT rectangulaire (S7)	61500	5.05	1.54	68900	4.22	1.60
QT strip (SR)	40000	10	3.74			
GT circulaire	90000	31	45.5			

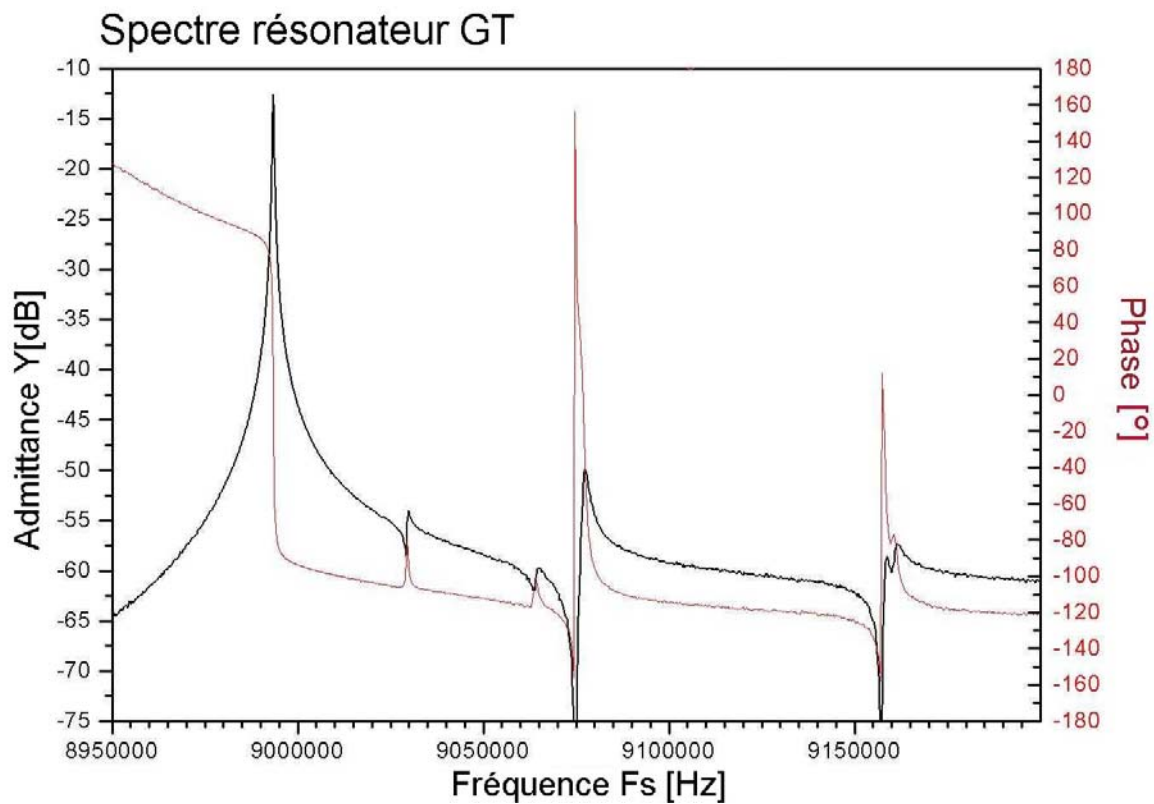


Figure 4.34. Spectre typique d'un résonateur GT rond.

IV.5 Caractéristiques fréquence- température et admittance- température

La sensibilité des capteurs à quartz (QT) est approximativement de 1100 Hz/K à la température ambiante et elle diminue à 500 Hz/K à la température de -195°C (78 K) qui correspond à l'ébullition de l'azote liquide. Aux températures très basses, la sensibilité baisse encore jusqu'à la valeur de 2 Hz/K à 4,2 K – la température de l'hélium liquide. Dans un premier temps, on constate que la coupe NLC en quartz est moins linéaire que la coupe LC. Si on considère que cette coupe est en simple rotation et que sa dépendance de la fréquence en fonction de la température peut être approchée par un polynôme du troisième degré, facilement implémenté sur les systèmes avec microprocesseur, alors les capteurs QT sont utilisables dans des applications pratiques.

Les capteurs en orthophosphate de gallium (GT) vibrent sur le mode fondamental à 8 MHz et ont une sensibilité de 400 Hz/K autour 300 K, en ayant une réponse plus linéaire que les capteurs QT comme on peut voir dans la figure 4.39. Un autre avantage des résonateurs GT est que la température maximale mesurable est de 1070 K, ce qui dépasse la température maximale du quartz de 500 degrés. A l'aide d'un polynôme de deuxième degré on obtient une exactitude élevée sur toute la plage de mesure recherchée ($-194 \dots +120^{\circ}\text{C}$).

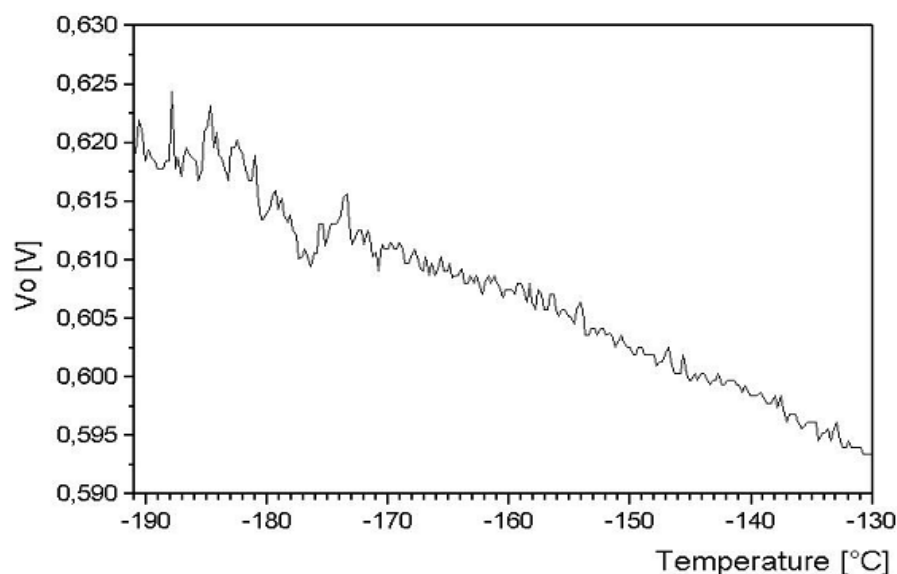


Figure 4.35. Une dépendance typique de la tension effective à de sortie du pont en PI en fonction de la température.

L'amplitude de vibration des résonateurs en fonction de la température présente des dispersions pour chaque échantillon, à cause de la dispersion des tolérances constructives des prototypes. La tendance commune à tous les résonateurs, expliquée théoriquement, est que l'amplitude augmente doucement avec la diminution de la température. Dans la figure précédente 4.35, cette dépendance typique, obtenue expérimentalement, est présentée.

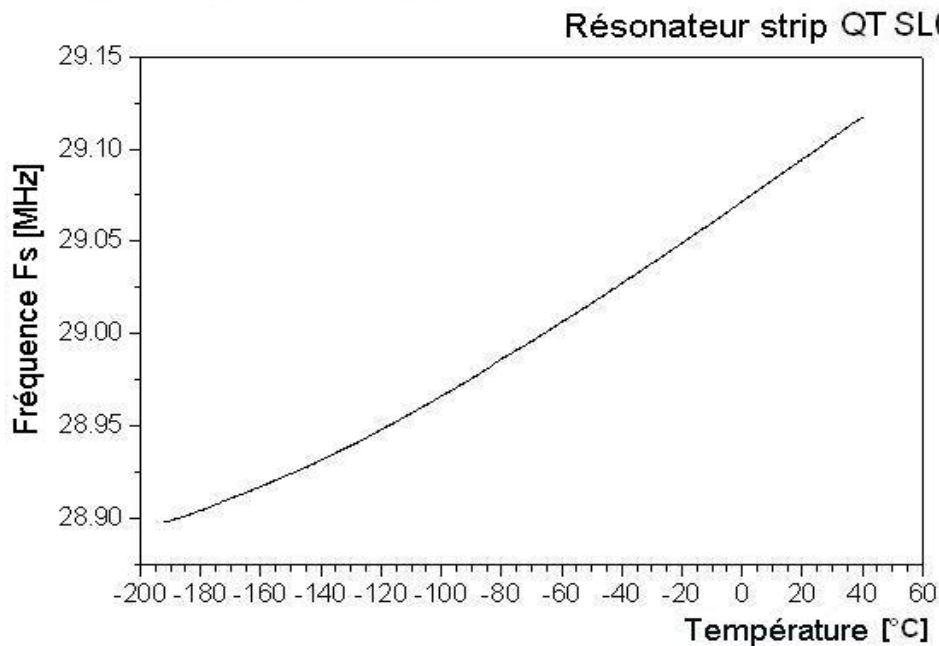


Figure 4.36. Caractéristique fréquence – température du résonateur strip QT no. SL-01

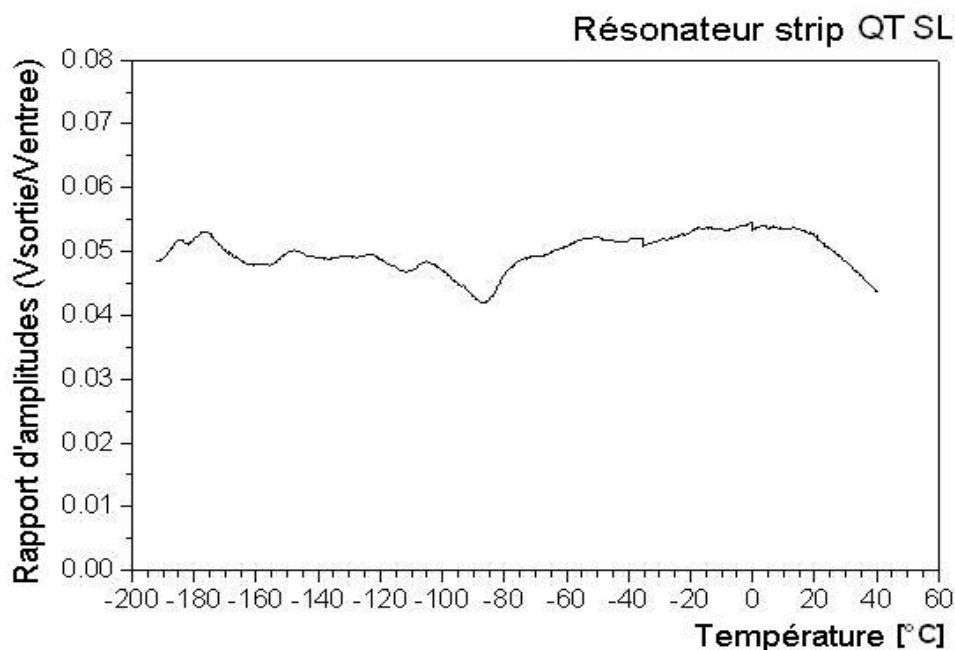


Figure 4.37. Caractéristique amplitude – température du résonateur strip QT no. SL-01

On observe que l'amplitude de vibration présente des variations aléatoires, même si la caractéristique fréquence – température est sans défaut. Les figure 4.36 et 4.37 représentent le cas du résonateur strip QT no. SL01.

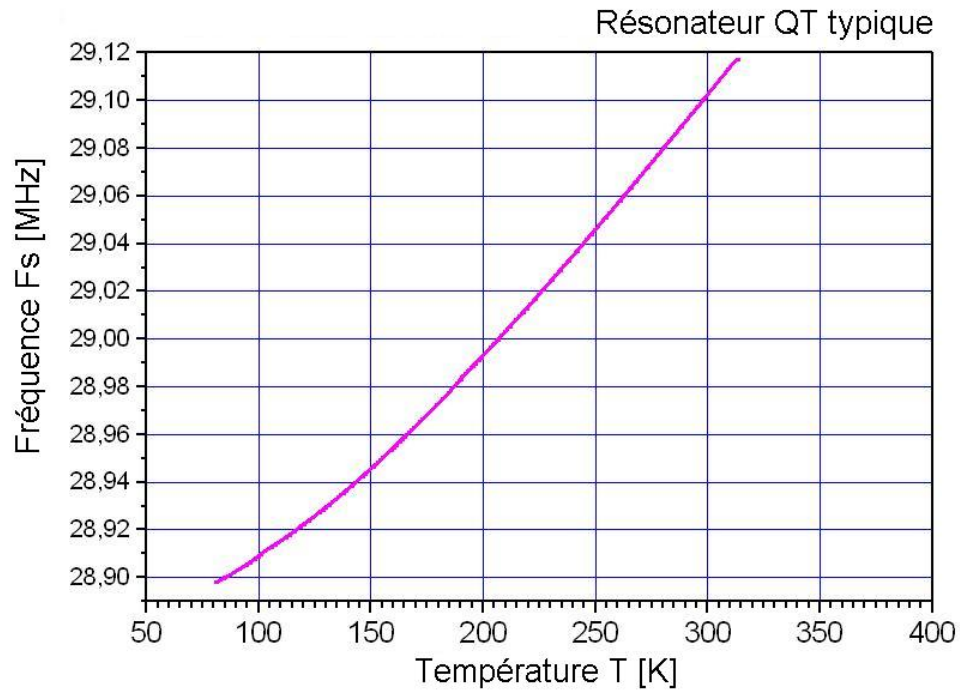


Figure 4.38. Caractéristique fréquence température d'un résonateur typique QT à quartz

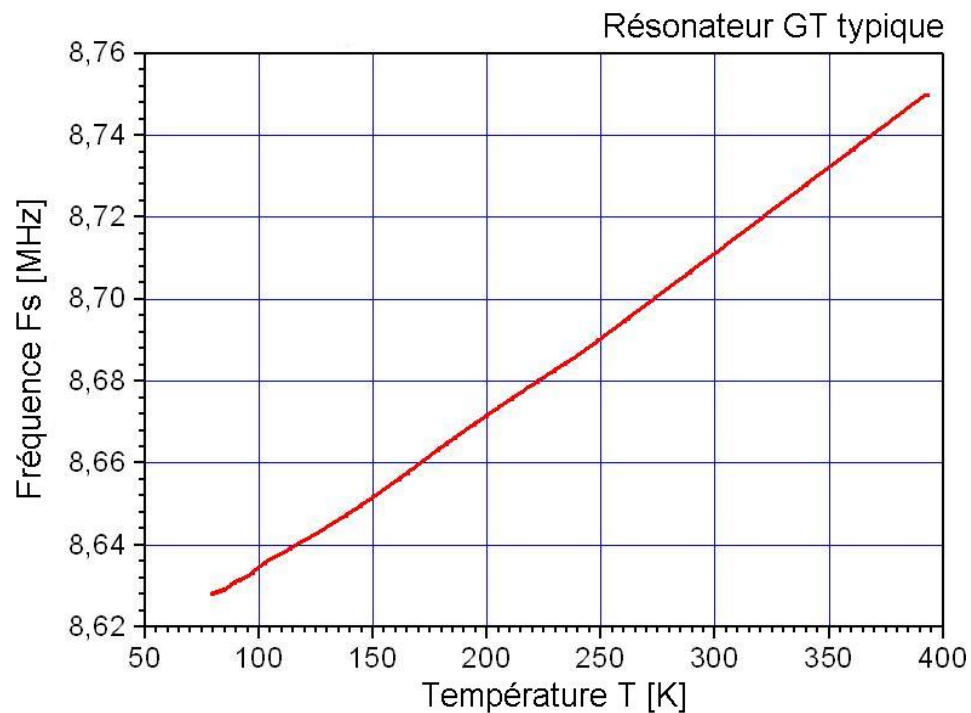


Figure 4.39. Caractéristique fréquence température d'un résonateur typique GT (à orthophosphate de gallium)

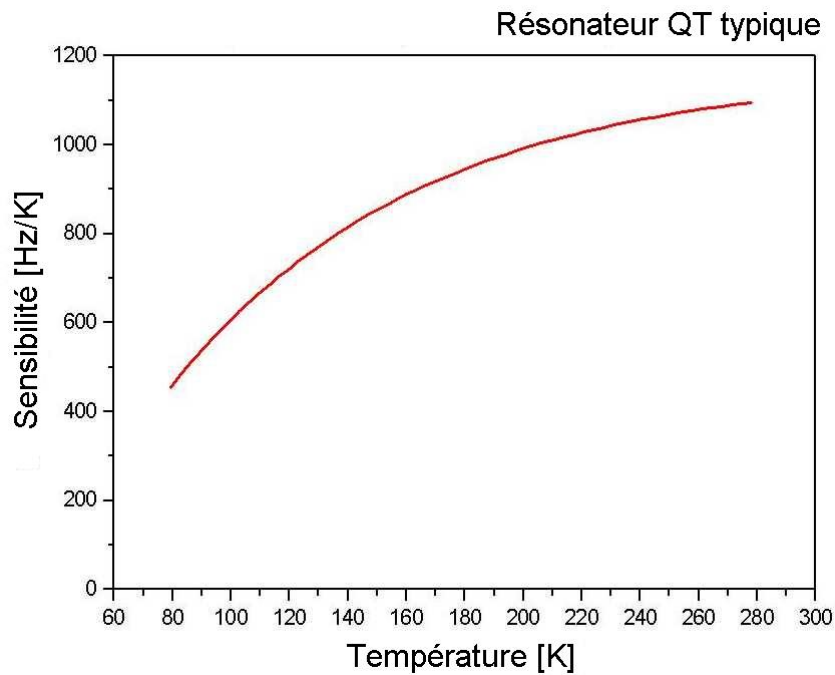


Figure 4.40. Caractéristique de la sensibilité en [Hz/K] d'un résonateur QT typique (à quartz)

Les caractéristiques fréquence - température sont en concordance avec celles données par les autres participants du contrat QxSens. Dans ce qui suit, deux graphies sur des domaines de température larges sont présentés. Ils sont fournis par les constructeurs de ces capteurs : AVL Autriche [28], [31] et AeLab ISSP-BAS Bulgarie [35]. Les fabricants ont testé les capteurs jusqu'à la température de 630 °C dans le cas GT et jusqu'à la température de l'hélium liquide dans le cas des résonateurs QT.

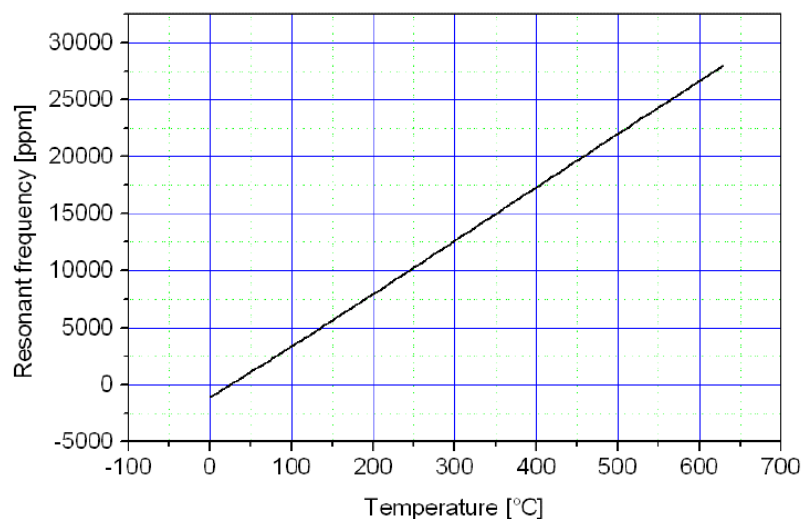


Figure 4.41. Caractéristique de transfert d'un capteur GT obtenue par l'AVL – Piezocryst [31].

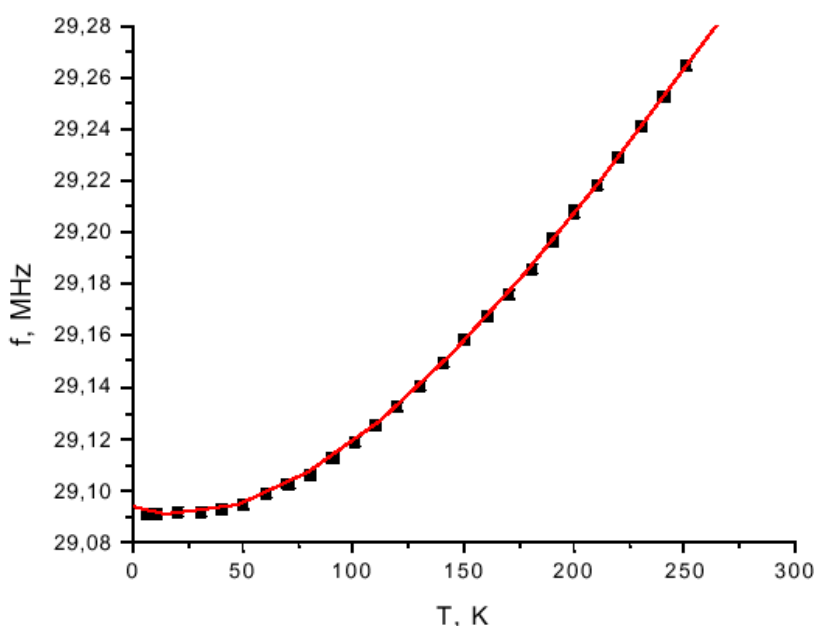


Figura 4.42. Caractéristique de transfert d'un capteur QT obtenue à l'ISSP-BAS Sofia [35].

IV.6 Topographies aux rayons X

Des topographies ont été effectuées avec les installations présentées au Paragraphe II.4 utilisant les méthodes Berg-Barett, SID (distorsion source image) et Lang. Dans ce paragraphe, une sélection de topographies pour chaque type de résonateur QT et GT sera présentée. Le cryostat avec l'ouverture transparente pour les rayons X a été utilisé en topographie Berg-Barett jusqu'à la température de l'azote liquide. Les résonateurs présentés ici n'ont pas présenté des accidents genre **activity-dip** et n'ont pas montré des différences importantes, les images étant similaires. Les topographies de Lang ont été spécialement effectuées sur les résonateurs strip et ont permis de visualiser les vibrations en flexion qui se combinent avec le mode principal de cisaillement. Les topographies réalisées ont eu comme but la validation des modèles théoriques analytiques et/ou les simulations en éléments finis. Les topographies ont permis la vérification de la concordance entre expérience et modèles et l'investigation des défauts constructifs des résonateurs, comme le défaut de parallélisme entre les faces, ou l'asymétrie des électrodes, ainsi que les déformations provoquées par les supports d'encastrement.

De même, l'investigation des défauts de couplage entre les modes (du type *activity-dip*) a eu un rôle important dans notre travail. Cette analyse sera faite au cours du paragraphe III.8.

Il faut observer que pour toutes les topographies présentées dans ces paragraphes, sauf les cas des résonateurs GT du type strip et des figures 4.45 et 4.46, l'axe OX est horizontal.

Sur la figure 4.43 la distribution du mode principal de vibration en cisaillement d'un résonateur QT circulaire de type S5 est représentée. La zone de vibration est étendue. On a donc choisi un design avec des électrodes de diamètre réduit de 1 mm, dans le modèle S5A (figures 4.47, 4.48).

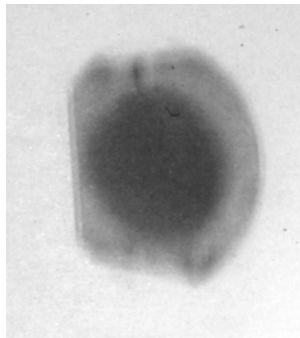
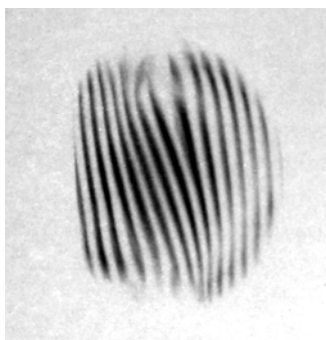
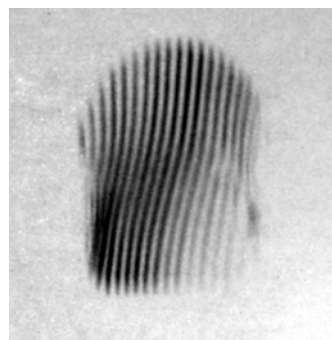


Figure 4.43. Topographie Berg-Barett d'un résonateur circulaire de type S5

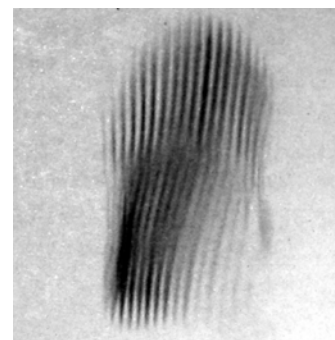
Les topographies SID données plus bas, effectuées sur le résonateur circulaire S5, montrent que la plaque de quartz est soumise à des efforts mécaniques dans les régions d'encastrement. Sur la figure 4.44 la composante $u1$ est visualisée (vibrations dans la zone circulaire) et sur la figure 4.45 la composante $u3$ qui ne correspond pas à une vibration mécanique est représentée (les lignes gardent la même intensité). La figure 4.46 utilise le même plan de diffraction que la figure 4.45 mais la pellicule a été placée à une distance double par rapport au résonateur (à 20 cm) et les lignes apparaissent plus déformées. C'est l'indice que dans ce cas la plaque présente une torsion due aux supports latéraux et pour éviter ce phénomène il faudrait changer le type de fixation.



Composant $u1$

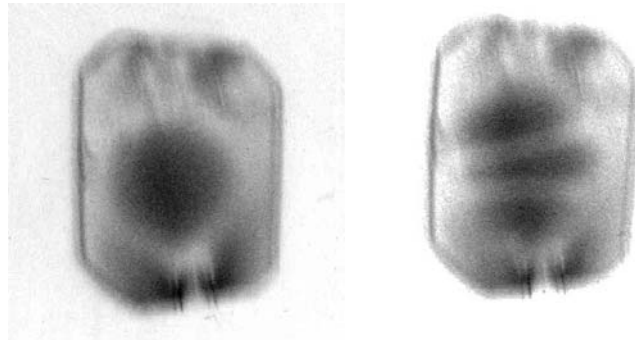


Composant $u3$ – à distance de 10 cm



Composant $u3$ - dist. 20 cm

Figures 4.44, 4.45, 4.46. Topographies SID d'un résonateur S5, images des composants $u1$ et $u3$.

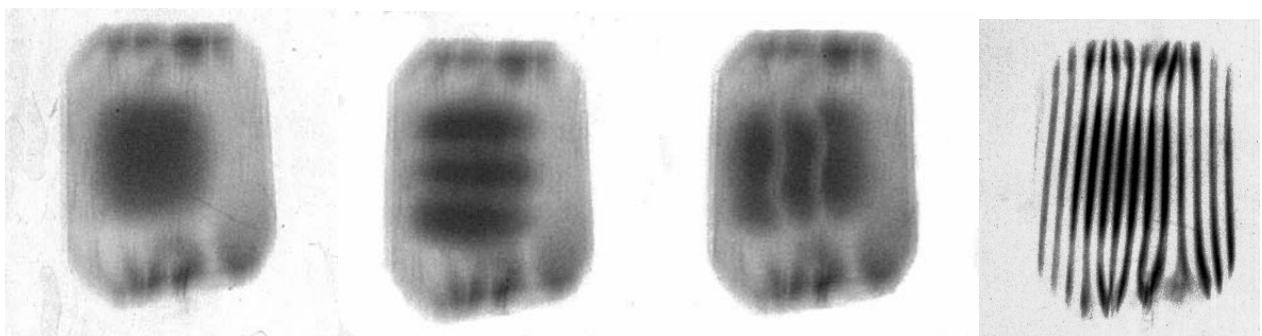


S5A $F_s = 29.197 \text{ MHz}$ $F_s = 29.301 \text{ MHz}$

Figures 4.47, 4.48. Topographies Berg-Barett d'un résonateur S5A

Les Figures 4.49, 4.50 et 4.51 représentent les topographies réalisées par la méthode Berg-Barett pour les trois modes qui apparaissent dans le spectre de la figure 4.29. La forme carrée des électrodes influence la distribution spatiale de l'amplitude de vibration. Les figures anharmoniques représentent deux nœuds suivant les axes OY et OX. Les zones foncées de la partie supérieure ou inférieure de l'image montrent la présence d'une déformation du cristal dû aux supports d'encastrement. Toutefois, le résonateur ayant été conçu pour vibrer en dehors de ces régions, ces zones de contraintes ne perturbent pas son fonctionnement.

La Figure 4.52 représente une topographie du même mode que celui de la figure 4.49 mais à l'aide de la méthode SID (distorsion source- image), qui confirme l'existence d'efforts mécaniques dans le voisinage des supports. Les lignes deviennent courbes à cause de la déformation statique du résonateur due aux contraintes induites par les fixations. Un facteur qui amplifie ce phénomène est la faible épaisseur de la plaque qui est de moins de 0.1 mm, ce qui le fait facilement se déformer.

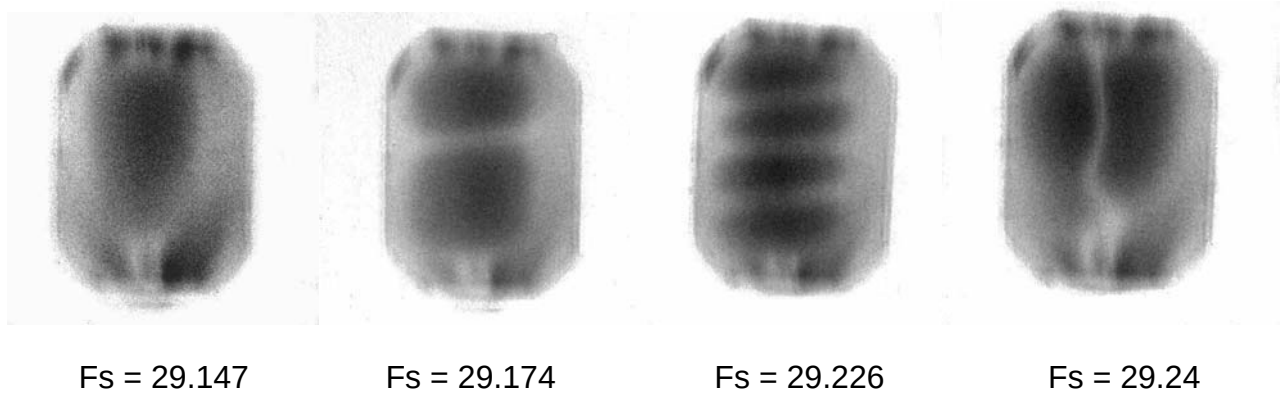


$F_s = 29.002 \text{ MHz}$ 29.094 MHz 29.268 MHz 29.002 MHz

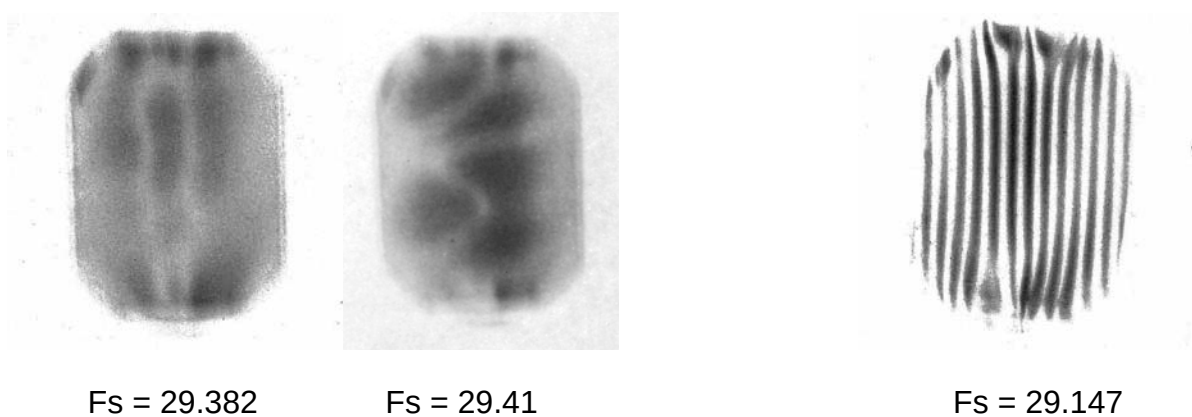
Figures 4.49, 4.50, 4.51. Résonateur QT-S6. Topographies avec la méthode Berg-Barett.

Figure 4.52. Topographie effectuée par la méthode SID.

Sur les figures 4.53 – 4.58 il y a 6 topographies de type Berg-Barett d'un résonateur rectangulaire QT type S7 présentant un défaut de parallélisme des faces, ce qui influence directement la distribution d'amplitude de vibration. On voit que le mode principal et les modes anharmoniques sont asymétriques par rapport à l'axe OZ' (vertical sur les figures), et que la zone de vibration est déplacée vers la région où l'épaisseur de la plaque est plus grande. Cette asymétrie donne comme résultat la diminution du facteur de qualité du mode principal (figure 4.53) et l'excitation des modes anharmoniques qui normalement ont des amplitudes nulles. Le spectre d'un tel résonateur est complètement différent de celui d'un résonateur de la même famille mais correctement usiné. De plus, les ondes de cisaillement arrivent jusqu'au voisinage des supports ce qui n'est pas recommandable car il y a alors intervention des conditions aux limites sur les bords du résonateur et amortissement de la vibration par les fixations. La topographie SID de la figure 4.59 met en évidence la distorsion statique du résonateur.



Figures 4.53, 4.54, 4.55, 4.56. Résonateur QT-S7. Topographies par la méthode de Berg-Barett



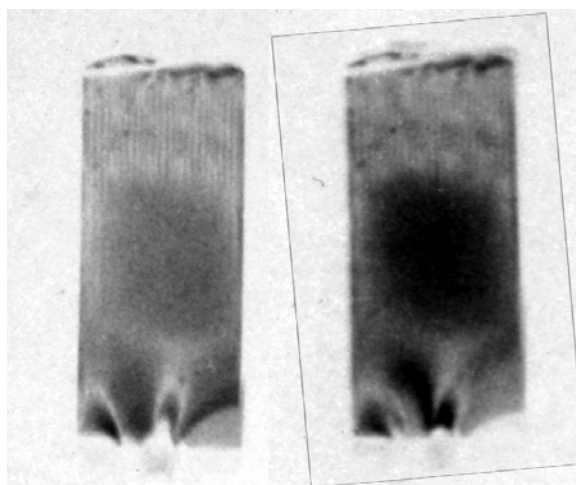
Figures 4.57, 4.58. Résonateur QT-S7.

Figure 4.59. Topographie par la méthode SID.

Topographies par la méthode de Berg-Barett

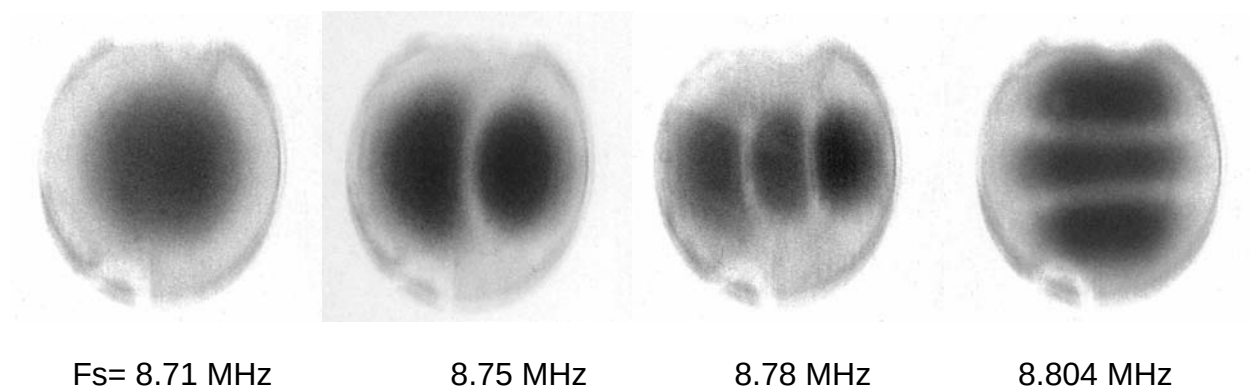
Deux topographies de Lang ont été effectuées sur le même mode principal d'un résonateur de type strip de la famille S10. L'image de la figure 4.60 offre une meilleure résolution par l'utilisation

d'une fente de largeur plus faible, mais une intensité diminuée à cause de l'exposition insuffisante. On peut observer le mode de flexion sous la forme des lignes verticales très fines et parallèles, qui traversent la plaquette. Elles sont au nombre de 24. De même, le grain du film ne permet pas d'observer des détails plus fins. Sur la figure 4.61 l'excitation électrique du résonateur a été augmentée et le mode principal est parfaitement visible mais les lignes horizontales sont plus estompées à cause de l'augmentation de la largeur de la fente.



Figures 4.60, 4.61. Topographie de Lang (plan $2\bar{1}0$) d'un résonateur strip du type S10

Les images ci dessous (figures 4.62 à 4.65) sont réalisées sur un résonateur en orthophosphate de gallium (GT) circulaire de 5 mm diamètre avec des électrodes circulaires de 3,5 mm. La méthode utilisée est celle de Berg-Barett. Les distributions de vibrations, surtout celles des modes anharmoniques, s'étendent très proche des bords. Le diamètre des électrodes devrait être diminué pour améliorer le piégeage de la vibration



Figures 4.62, 4.63, 4.64, 4.65. Résonateur GT. Topographies par la méthode de Berg-Barett

La topographie SID d'un résonateur GT non excité électriquement (figure 4.66) confirme le fait que les efforts mécaniques sont plus réduits que dans le cas des résonateurs QT. Les déformations mécaniques provoquées par les supports sont plus réduites car l'épaisseur de plaquette est plus grande. Sur la figure 4.65 et aussi sur la figure 4.66 on voit aussi les bords des électrodes en platine.

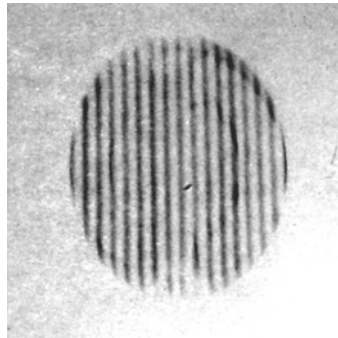
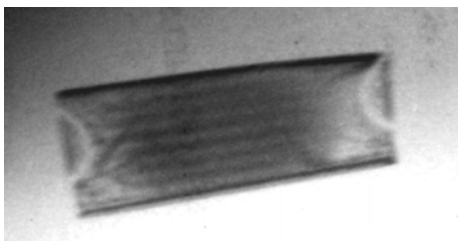
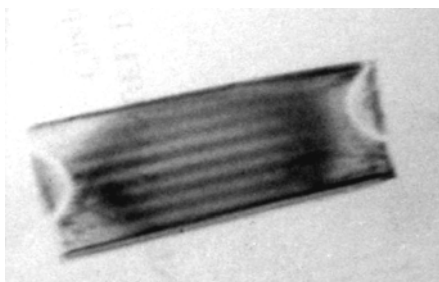


Figure 4.66. Topographie SID d'un résonateur GT non-excité électriquement

Des topographies de Lang ont été réalisées sur les résonateurs GT "stealth" (voir les figures 4.67 à 4.73). Le mode de flexion est présent, le nombre des nœuds est réduit par rapport aux résonateurs strip QT, dû au rapport w/t réduit. La figure 4.68 reprend la figure 4.67, mais la tension appliquée au résonateur est plus forte et l'amplitude du mode de cisaillement étant grande dans la région centrale, elle apparaît plus claire dans la région centrale à cause du phénomène d'inversion de contraste se produisant alors.



GT Stealth Res;
mode (100);
 $F_s = 8.76 \text{ MHz}$;



GT Stealth Res;
mode (100);
 $F_s = 8.76 \text{ MHz}$; V_s augmentée

Figures 4.67, 4.68. Topographies de Lang d'un résonateur strip GT

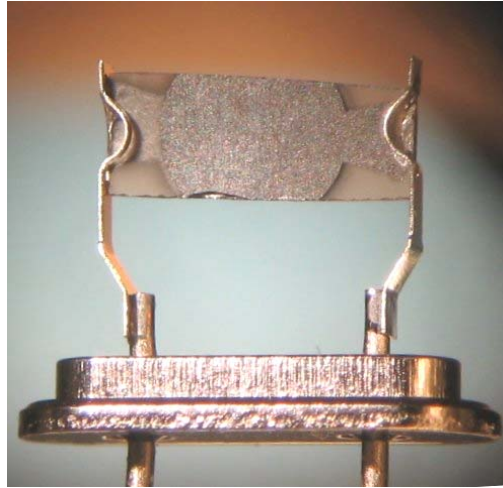
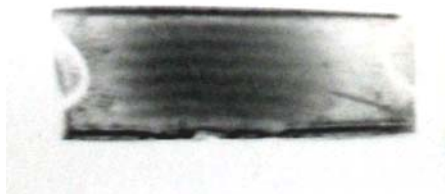
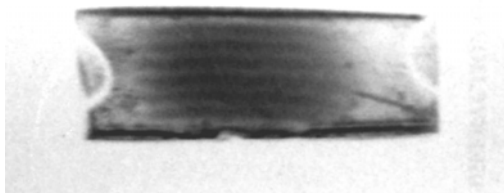


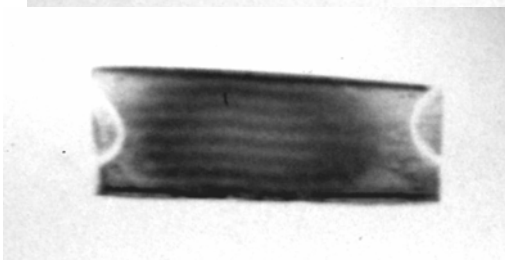
Figure 4.69. Photo du résonateur GT Stealth No. 1



GT Stealth Res No.1;
mode (100);
 $F_s = 8.62 \text{ MHz}$; $V_{spp} = 40\text{mV}$



GT Stealth Res No.1;
mode (100);
 $F_s = 8.62 \text{ MHz}$; $V_{spp} = 90\text{mV}$



GT Stealth Res No.1;
mode (100);
 $F_s = 8.62 \text{ MHz}$; $V_{spp} = 200\text{mV}$



GT Stealth Res No.1;
mode (102);
 $F = 8.79 \text{ MHz}$; $V_{spp} = 30\text{mV}$

Figures 4.70, 4.71, 4.72, 4.73. Résonateur GT. Topographies d'un résonateur strip GT par la méthode de Lang

Sur les figures 4.69 – 4.73 un autre résonateur strip GT est présenté. Quatre topographies ont été effectuées, les trois premières sur le mode principal, et la dernière sur le mode anharmonique (102). Les trois premières topographies sont dans l'ordre croissant de la tension d'excitation. Sur la figure 4.72 on voit une diminution de l'intensité dans la région centrale due à la forte excitation électrique. L'intensité des rayons X diffractés en fonction de l'amplitude de vibration devient une fonction non linéaire pour des valeurs élevées et à partir d'un certain point l'intensité diffractée commence à baisser lorsque l'amplitude de vibration continue à croître, ce qui s'est passé dans ce cas. En plus de cet effet qui est valable pour tous les résonateurs, il existe aussi un non-parallélisme entre les lignes modales. Ce non-parallélisme peut provenir de plusieurs causes. Premièrement l'effet de l'angle entre les bords du résonateur (*stealth design*). Deuxièmement un défaut de planéité ou de parallélisme des faces du résonateur. Enfin il ne faut pas perdre de vue que l'on a affaire à un mode complexe comportant du cisaillement et de la flexion, donc que la direction de vibration mécanique n'est pas située dans le plan du résonateur et peut varier suivant le point où on se trouve, et que la topographie sur le plan $\bar{2}1.0$ n'est sensible qu'à la composante dans le plan du résonateur suivant l'axe X. (figure 4.69).

IV.7 Analyse des défauts dus au couplage par « *Activity-Dip* »

Théoriquement, les résonateurs thermosensibles sont conçus pour un fonctionnement sélectif sur un seul mode de vibration : le cisaillement en épaisseur. En réalité, il peut se produire des couplages entre les différents modes qui affectent le fonctionnement du dispositif. Ces couplages s'appellent *activity-dip* et apparaissent à certaines températures. Ils sont aperçus comme des sauts de fréquence de quelques centaines de Hz ou de kHz, simultanément avec la réduction prononcée de l'admittance. Le phénomène peut même arrêter l'oscillateur du circuit électronique dans le voisinage d'un *activity-dip*.

Le phénomène a été primitivement expliqué et prédit [42] pour un résonateur plan-convexe de coupe AT où, pour une géométrie donnée, des couplages sont apparus entre les modes de la famille C (7ème harmonique) et de la famille B (6ème harmonique, pas excitable piezoélectriquement).

IV.7.1 Rappel sur le phénomène

D'une façon générale, si u et v représentent le déplacement mécanique pour deux modes on peut écrire l'équation suivante pour le mode correspondant à u :

$$C_{tp\rs}^0 \frac{\partial^2 u_r}{\partial x_s \partial x_t} + \rho \omega^2 u_p = -C_{tp\rs}^+ \frac{\partial^2 v_r}{\partial x_s \partial x_t} \quad (4.2)$$

où le membre de droite correspond au terme de couplage entre les deux modes. Les notations C^0 et C^+ servent simplement à distinguer les coefficients déterminant le mode propre et le couplage. Par exemple, si on considère le cas simple où un mode n'a comme composante pour son déplacement que u_1 et l'autre mode u_3 , le couplage entre ces deux modes dans le cas d'un résonateur à quartz à simple rotation entre un mode B (u_3) et un mode C (u_1) peut être étudié à partir des équations suivantes, écrites en utilisant la notation de Christoffel:

$$C^1 u_{1,22} + C_{11} u_{1,11} + C_{58} u_{1,33} - \rho \ddot{u}_1 = -(C_{17} + C_{86}) u_{3,12} \quad (4.3)$$

$$C^3 u_{3,22} + C_{85} u_{3,11} + C_{33} u_{3,33} - \rho \ddot{u}_3 = -(C_{17} + C_{86}) u_{1,12} \quad (4.4)$$

Quand le second membre de (4.2) est égal à zéro, alors les modes propres u_i^α peuvent être déterminées à partir des équations homogènes et des conditions limites. Il est commode d'imposer la condition de normalisation :

$$\int_{V_0} \rho_0 u_k^\lambda u_k^\delta dV_0 = \delta_{\lambda\delta} . \quad (4.5)$$

En utilisant la fonction de Green il est possible de traiter le cas général avec second membre par une méthode de perturbation [42] , [43]

La fréquence devient alors :

$$\omega^2 = \omega_\alpha^2 + \frac{Q_{\alpha\beta} Q_{\alpha\beta}}{\omega^2 - \omega_\beta^2} , \quad (4.6)$$

où ω_α est la fréquence en l'absence du couplage et où $Q_{\alpha\beta}$ est une intégrale de perturbation :

$$Q_{\alpha\beta} = \int_{V_0} C_{tp\rs}^+ u_{r,s}^\alpha u_{p,t}^\beta dV_0 . \quad (4.7)$$

Dans le cas du couplage, le déplacement mécanique du mode perturbé peut être exprimé sur la base du déplacement de chaque mode propre :

$$u_k = C_\lambda u_k^\lambda, \quad (4.8)$$

où la sommation est théoriquement étendue à l'ensemble de toutes les modes propres. En pratique seuls les deux modes propres α et β considérés ont une contribution importante et la sommation est limitée à ces deux modes.

Par un calcul classique en théorie des perturbations, en utilisant la condition d'orthogonalité (4.5) on montre que :

$$C_\alpha = \frac{C_\lambda Q_{\alpha\lambda}}{\omega^2 - \omega_\alpha^2}. \quad (4.9)$$

On peut alors remplacer le système (4.2) par un système linéaire homogène :

$$[S_{\alpha\lambda}][C_\lambda] = [0] \quad (4.10)$$

où

$$S_{\alpha\lambda} = \frac{Q_{\alpha\lambda}}{\omega^2 - \omega_\lambda^2} - \delta_{\alpha\lambda}. \quad (4.11)$$

Pour ne pas avoir la solution triviale $C_\lambda = 0$, quel que soit λ , le déterminant $[S_{\alpha\lambda}]$ doit être nul. On peut alors obtenir le rapport $\frac{C_\alpha}{C_\beta}$ en fonction de la pulsation ω .

Chacun des deux modes couplés apparaît donc sous la forme d'une combinaison des deux modes propres. En renormalisant l'amplitude des deux modes couplés, on peut alors calculer les fréquences des deux modes couplés à partir de (4.6).

On constate donc que le phénomène de couplage se produit de façon continue lorsque la fréquence varie. Le couplage est maximum lorsque les deux fréquences ω_α et ω_β sont égales, ce qui peut se produire si les deux modes ont des sensibilités thermiques différentes, l'égalité se produisant pour une température particulière T_c (dite température de croisement). Les contributions des deux modes propres sont alors identiques. Si la température est différente de T_c on a alors deux modes, l'un à dominante du mode u^α , et l'autre à dominante u^β .

Dans le cas d'un résonateur piézoélectrique le phénomène d'activity-dip se produit lorsqu'un des modes propres est excité piézoélectriquement, et pas l'autre. Donc au voisinage de la température de croisement les deux modes couplés sont plus ou moins excités piézoélectriquement selon la contribution relative du mode propre piézoélectriquement couplé. La puissance électrique fournie

au résonateur est donc dissipée par chacun des deux modes propres selon leur contribution relative. Ceci se traduit par une augmentation de la résistance motionnelle traduisant la diminution du courant dans le résonateur par suite de la diminution relative de l'amplitude du mode piézoélectriquement couplé.

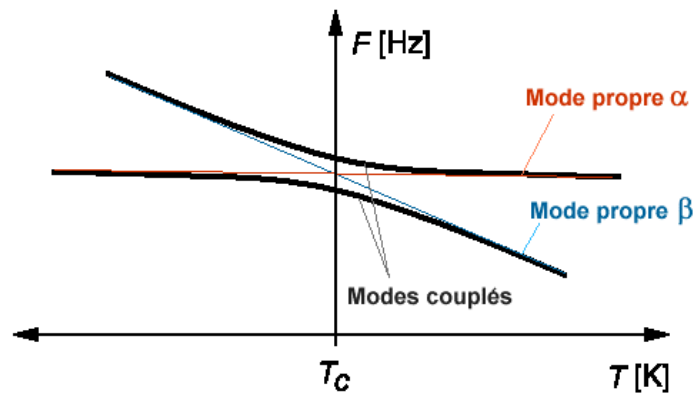


Figure 4.74. Evolution d'un phénomène de couplage entre deux modes différents.

Lorsque l'on ne considère que deux modes propres, l'équation (4.10) conduit à une équation du second degré en ω qui possède toujours deux racines distinctes. On obtient donc toujours au voisinage de la température T_c deux modes couplés avec des fréquences d'autant plus séparées que le couplage dû au second membre de (4.2) est fort. La figure 4.74 montre l'évolution du couplage d'un mode piézoélectriquement excité (appelé α) et d'un mode nonpiézoélectriquement excité (appelé β) d'une sensibilité thermique plus grande.

IV.7.2 Investigations expérimentales

La forme des plaquettes et des électrodes influence la distribution de l'énergie de vibration. Il est important que la plaquette ne présente pas de vibrations dans le voisinage des bords ou du support de fixation. Les résonateurs strips ont des dimensions plus petites que les résonateurs classiques sous forme des disques, mais leur conception est plus complexe puisqu'il y a des couplages entre les modes de cisaillement et de flexion dans la direction de l'axe X. Grâce à la modélisation analytique et la simulation par éléments finis les couplages directs ont été évités. Ces couplages n'existent pas dans les résonateurs classiques (ronds). Suite à la série de tests sur les caractéristiques fréquence-température dans l'intervalle $(-194...+120)^\circ\text{C}$, deux exemplaires de

résonateurs du type strip parmi les vingt prototypes testés ont présentés ce genre de couplage indésirable, à cause de dimensions de fabrication non respectées. Dans les deux cas les accidents ne sont pas apparus à la même température.

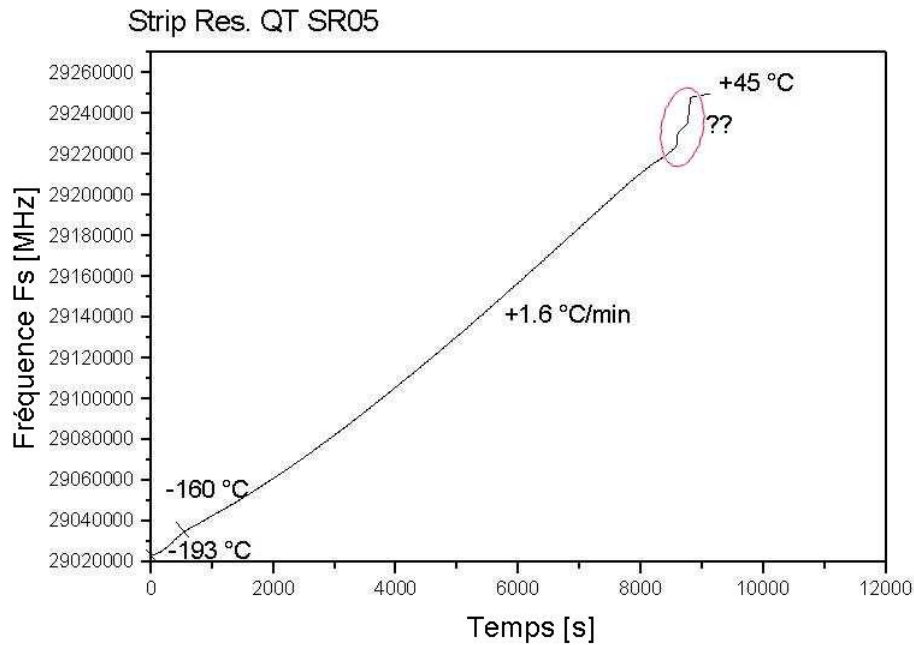


Figure 4.75. *Activity-dip* dans la caractéristique fréquence – température, trouvé sur l'échantillon QT strip numéro SR-05

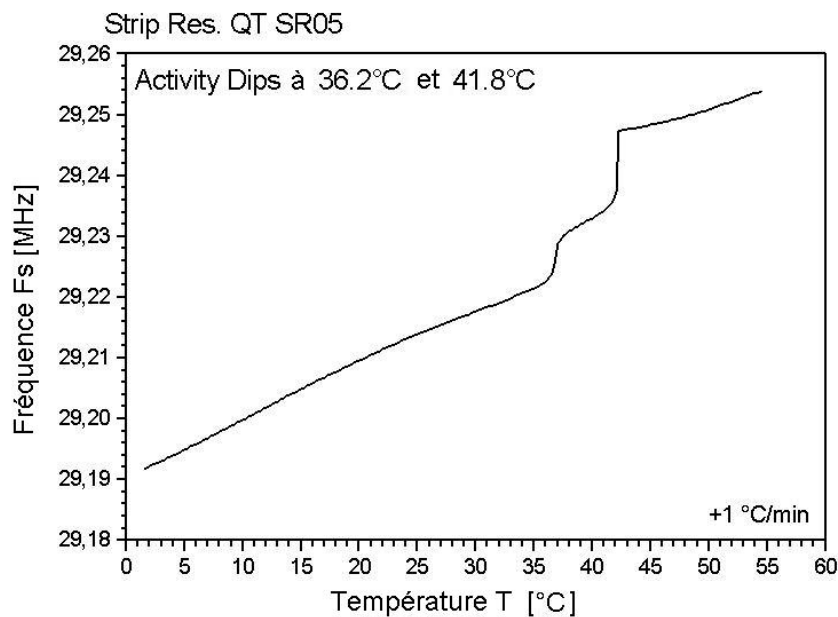


Figure 4.76. Deuxième tracé de la caractéristique fréquence - température sur une plage de température réduite montrant que le phénomène est répétable (QT strip numéro SR-05).

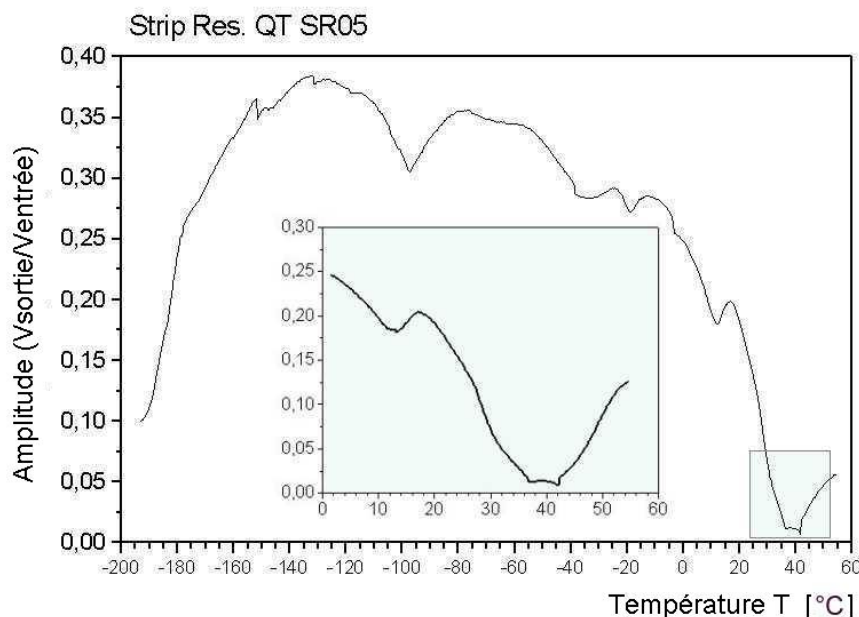


Figure 4.77. Variation de l'amplitude au cours de l'*activity-dip* du résonateur QT strip no. SR-05

A la différence de la figure 4.36 où une courbe fréquence- température type est présentée, la figure 4.75 et les deux courbes suivantes, présentent les caractéristiques d'un résonateur strip (codifié SR-05) qui possède deux accidents du type *activity-dip*, enregistrés autour des températures de 36,1 °C et de 41,8 °C.

Sur la figure 4.75 la température de cryostat est abaissée jusqu'à - 193 °C à l'aide d'azote liquide et puis à partir de la température de -160 °C la température a été augmentée jusqu'à la valeur de +45 °C avec une vitesse de +1,6 °C / min. Après identification du défaut, l'expérience est répétée dans l'intervalle de +2 °C à +54 °C avec une vitesse de + 1 °C / min, comme on le voit sur la figure 4.76. De point de vue de l'amplitude, il y a une diminution prononcée de l'amplitude électrique, en fait du rapport entre la tension de sortie et celle d'entrée du pont de mesure (figure 4.77).

Un autre résonateur trouvé avec des défauts de linéarité a été l'échantillon strip no. S10-2 qui a présenté 5 défauts dans l'intervalle -35 ...+43 °C (voir les figures 4.78 – 4.80). Dans les deux expériences rapportées la méthode de caractérisation des résonateurs étudiés n'a pas utilisé d'oscillateur mais un pont en PI connecté au générateur et au voltmètre vectoriel, comme sur la figure 2.30. Le contrôle de la phase (asservissement) est fait par un logiciel. L'algorithme ne peut pas immédiatement ajuster la phase en cas de défaut. Sur la figure 4.80 le contrôle de la phase est entaché d'un écart dans la région du saut en fréquence, avant le saut de l'asservissement sur le nouveau mode. Si l'expérimentation était répétée dans le sens de la diminution de la température, on pourrait observer un hystérésis du saut de fréquence à des températures plus basses puisque

l'algorithme essaye de garder l'asservissement en phase sur le même mode si l'amplitude du mode courant devient plus réduite que celle du seconde mode qui apparaît.

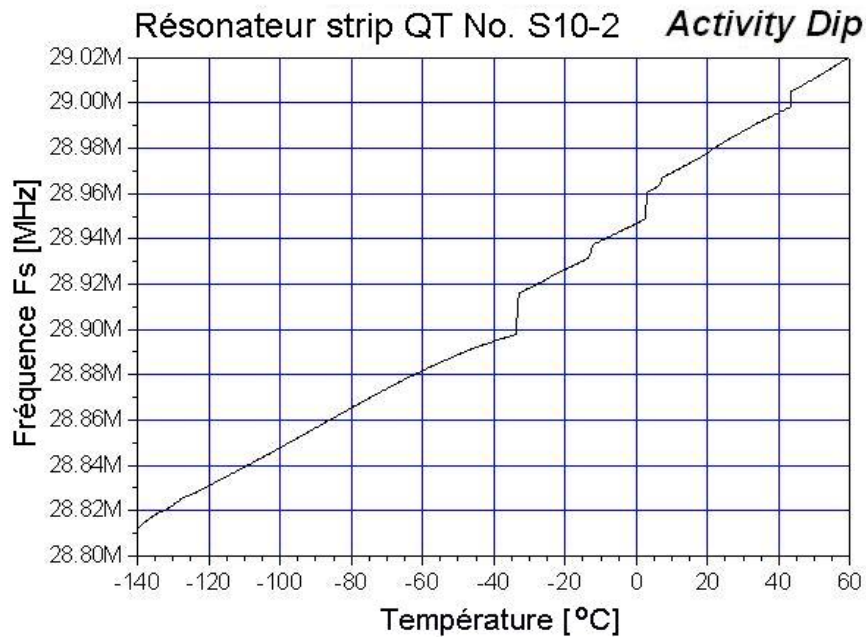


Figure 4.78. Activity-dip sur le résonateur strip S10-2. Caractéristique fréquence – température.

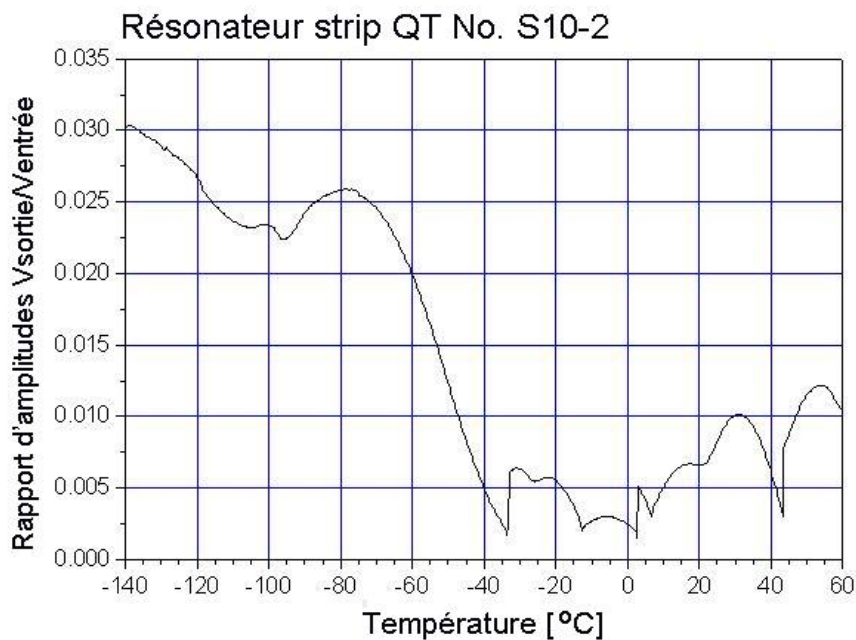


Figure 4.79. Activity-dip sur le résonateur strip S10-2. Caractéristique amplitude – température.

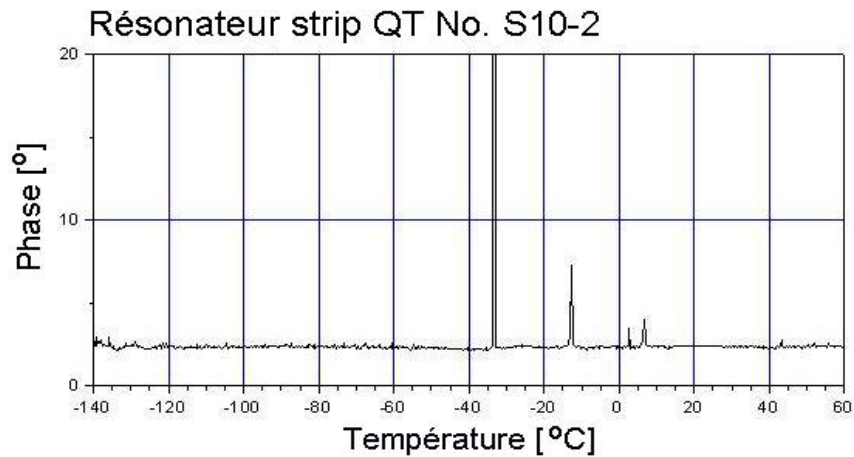


Figure 4.80. Activity-dip rés. S10-2. Caractéristique phase asservie – température.

De même, on peut signaler le cas singulier d'un résonateur de type rectangulaire S6 qui a présenté des non-linéarités prononcées (figure 4.81) dans la caractéristique fréquence température au premier test aux températures cryogéniques, mais cette situation ne s'est plus répétée lors des expériences suivantes pour une raison inconnue, peut-être l'influence des contraintes statiques qui relaxent et induisent des variations des fréquences propres des modes, ce qui fait que le phénomène de couplage suivant la température peut se produire ou non.

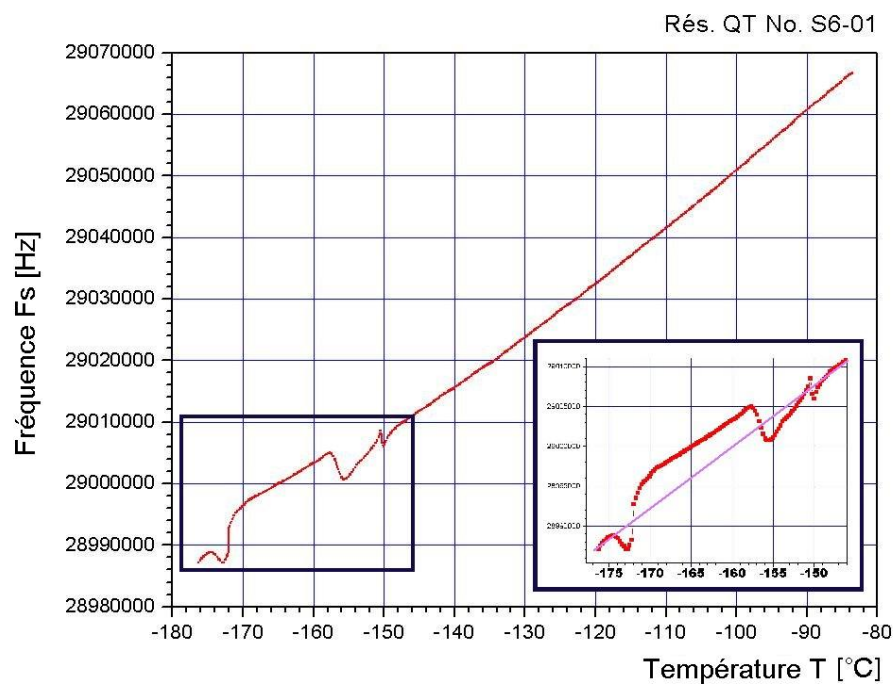
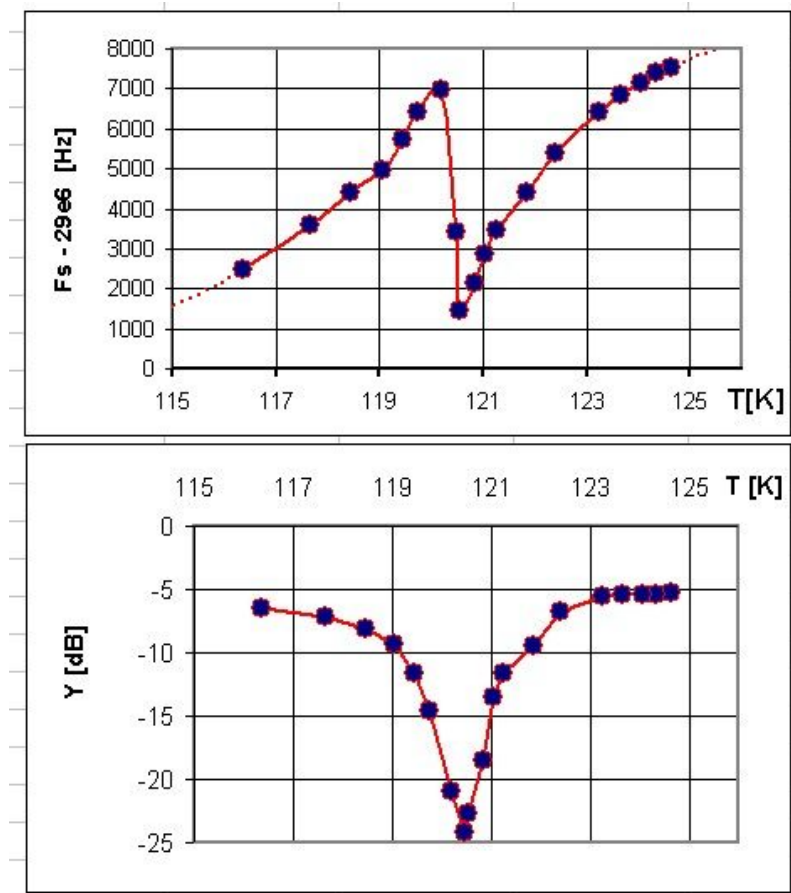


Figure 4.81. Défauts de linéarité dans la caractéristique fréquence - température du résonateur QT rond numéro S6-01

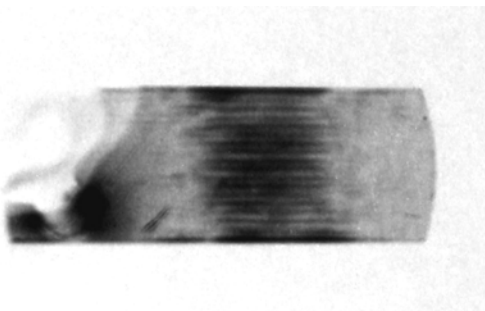
Sur la figure 4.82 est présenté un autre saut en fréquence de 6 kHz dans le cas d'un activity-dip enregistré à la température de 120,4 K (-152,7 °C). On observe des déviations prononcées de la courbe dans un domaine de ± 3 °C, où a lieu le transfert d'énergie de vibration entre les deux modes couplés. Ce transfert se fait avec des pertes de couplage (un mode freine l'autre et vice-versa), donc l'amplitude de vibration est fortement diminuée. Sur la figure 4.83 la variation d'admittance (en dB) avec la température est représentée. Puisque l'admittance est l'inverse de la résistance dynamique, l'amplitude de vibration baisse avec un facteur de 20 dB dans ce cas -c'est à dire dix fois - problème qui n'est pas négligeable et qui du point de vue pratique dans le cas d'un oscillateur entraîne l'arrêt de celui-ci. C'est l'origine du nom d'*activity-dip* du phénomène et c'est ce qui montre l'importance de la conception des résonateurs sans accidents de ce type.



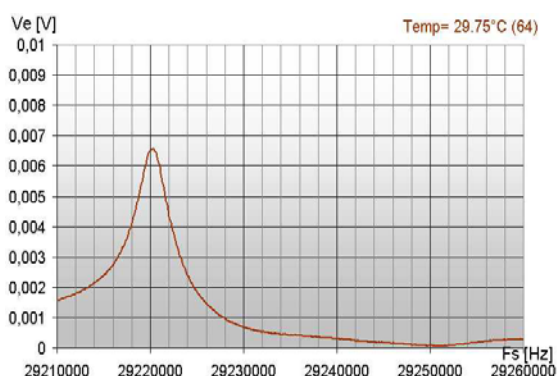
Figures 4.82, 4.83. Accident de type Activity-Dip au résonateur QT. Variation de la fréquence et de l'admittance dues à l'*Activity-Dip*

Echantillon strip-résonateur no. SR-05. Activity-dip.

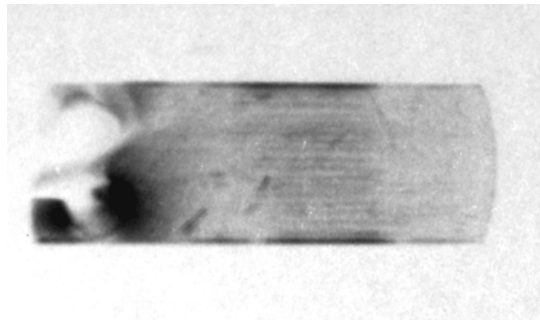
Les spectres et topographies de Lang correspondantes, enregistrés à quatre températures différentes sont reproduites sur les figures 4.84 à 4.91.



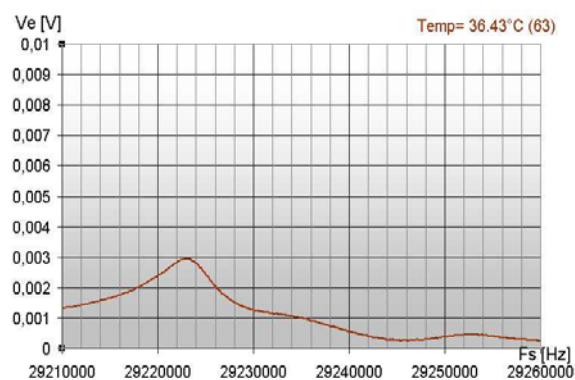
+28 °C, 29.22027 MHz, 100 mVpp;



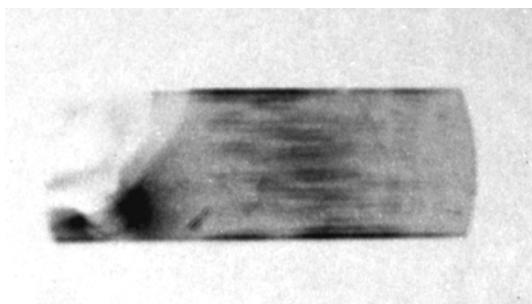
Figures 4.84, 4.85.



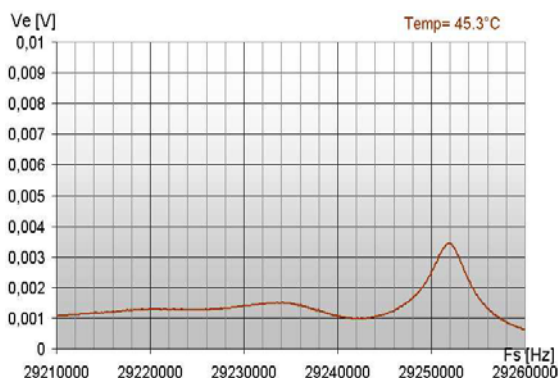
+36.5 °C, 29.2229 MHz, 30 mVpp;



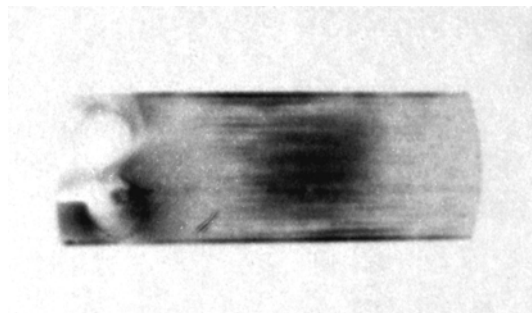
Figures 4.86, 4.87.



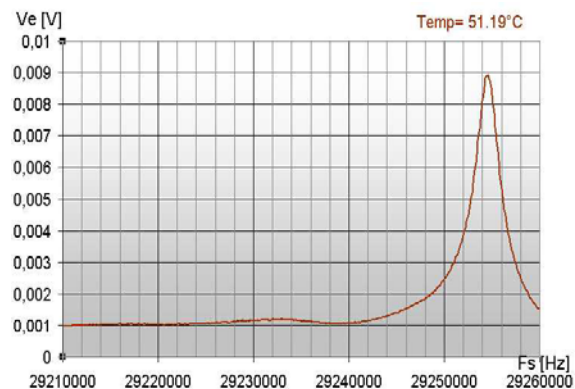
+45 °C, 29.2533 MHz, 42 mVpp;



Figures 4.88, 4.89.



+55 °C, 29.2592 MHz, 160 mVpp.



Figures 4.90, 4.91.

Sur les résonateurs qui ont présenté des accidents, des enregistrements de spectres ont été effectués faisant varier la température de quelques dixièmes de degrés Celsius, en vue de vérifier comment les couplages évoluent. Des topographies ont été effectuées aux températures représentatives et les figures 4.84 à 4.91 présentent ces images et les spectres électriques correspondants.

Quatre topographies ont été effectuées avec le résonateur SR05 (présentées sur les figures 4.84, 4.86, 4.88 et 4.90) aux températures de 28 °C, 36,5 °C, 45 °C et 55 °C. Les réponses en fréquence, aux températures correspondantes aux topographies ont été extraits d'un fichier Excel contenant plus de 50 graphiques enregistrés. Ces topographies montrent clairement le transfert d'énergie de vibration entre deux modes séparés de 17 kHz.

Les topographies ont été obtenues par la méthode de Lang, la seule capable de résolutions élevées. La largeur de la fente de sortie du faisceau X a été d'environ 0,05 mm et le temps d'exposition a été de 40 minutes. On rappelle le fait que ce résonateur, par rapport aux résonateurs classiques, possède des dimensions miniaturisées à seulement 2 x 5 mm. La granulation des pellicules Kodak Industrex 100 ou AA400 utilisées ont limité la résolution maximale. En pratique, par le changement de la pellicule, par l'augmentation de la puissance du générateur de rayons X et par un temps d'exposition plus élevé, on pourrait obtenir de meilleures images que celles des figures 4.84 à 4.91.

En analysant les images on observe aussi bien le mode de flexion - les lignes horizontales - que le mode principal de cisaillement - la partie centrale foncée. Des valeurs basses de l'amplitude de vibration donnent des images moins contrastées, les parties excitées étant moins foncées dans le cas des figures 4.86 et 4.88. Il faut noter le fait que ces deux topographies n'ont pas été effectuées au même niveau d'excitation du générateur de signal que les autres, mais que le niveau a été augmenté pour que les deux images soient toujours visibles.

Dans le cas des figures 4.84 et 4.86 il s'avère que le mode de flexion présente 17 nœuds. La figure 4.88 montre une image composée plus difficile à expliquer et finalement sur la figure 4.90, en sortant de l'*activity-dip*, on observe que le mode de flexion a un nombre de 19 nœuds, en concordance avec le saut positif en fréquence.

L'origine de ce phénomène vient du rapport longueur/épaisseur du résonateur qui ne correspond pas à celui déterminé à partir de la courbe de dispersion, ce qui a conduit aux couplages, comme on voit sur les topographies. Il y a également quelques défauts dans la plaquette, comme la rayure en bas à gauche, qui est visible dans toutes les topographies, et les traits (rayures) en centre (figure 4.86) qui peuvent contribuer à décaler les fréquences propres des modes et favoriser le couplage.

IV.8 Conclusion

Le travail présenté dans ce chapitre est basé sur les études et les expériences faites dans un intervalle de neuf mois pendant la période Juin 2003 – Juin 2004, dans le cadre du Contrat Européen *QxSens – „Multi-channel measurement and control system based on resonant piezoelectric crystal sensors”* (G6RD-CT-2002-00648), au sein du Laboratoire de Chronométrie Electronique et Piézoélectricité (LCEP) du Besançon.

Dans ce projet, qui a réuni des participants de France, d'Autriche, de Bulgarie et d'Allemagne, neuf types de configurations de résonateurs circulaires, rectangulaires ou du type « strip » ont été conçus, réalisés et testés. Le nombre total des échantillons testés par l'équipe française dépasse une quarantaine, mais dans ce chapitre seuls les résultats significatifs ont été présentés, surtout ceux mettant en évidence les caractéristiques non conformes identifiées sur les premiers prototypes, et qui ont permis ultérieurement d'améliorer la conception de ces résonateurs.

Il existe différentes méthodes expérimentales de topographie à base de diffractions de rayons X en vue de la recherche des dislocations du cristal et de la distribution de l'amplitude de vibration. Ce moyen de recherche est utilisé pour la validation des modèles théoriques obtenus par calcul analytique ou numériquement. Les topographies ont été réalisées sur des séries de résonateurs miniaturisés conçus pour la mesure précise de la température sur de larges plages en utilisant comme matériaux piézoélectriques le quartz ou l'orthophosphate de gallium. La sensibilité à 300 K est de 1100 Hz/K et de 400 Hz/K respectivement pour les résonateurs réalisés avec ces matériaux.

Théoriquement, tous les résonateurs thermosensibles sont conçus pour un fonctionnement sur un seul mode de vibration. En réalité, un piégeage inefficace de la vibration dans le cristal peut conduire à des couplages entre des modes différents et affecter le bon fonctionnement des systèmes de mesure. C'est le cas de deux échantillons de résonateurs QT de type strip qui ont présenté des accidents genre *activity-dip*, ce qui a nécessité de modifier leur conception. Des

couplages parasites ont été détectés entre le mode principal de cisaillement et un mode de flexion, ce qui se traduit par des accidents répétables dans la caractéristique fréquence température.

A l'heure actuelle il n'y a que quelques systèmes commerciaux pour la mesure de la température à l'aide de résonateurs piézo-électriques. Les résonateurs conçus dans le cadre de ce contrat les surclassent par leur miniaturisation et leurs performances.

En conclusion, ces familles de capteurs thermosensibles résonants développés et miniaturisés dans le cadre du contrat QxSens sont très appropriées pour la mesure exacte de la température sur une large plage, surtout vers les températures cryogéniques, où les méthodes classiques n'offrent pas une précision suffisante. En les combinant avec des oscillateurs électroniques de construction simple mais robuste, et avec des techniques de linéarisation pilotées par microprocesseurs, des systèmes performants peuvent être déployés, comme on le verra au cours du chapitre suivant.

De plus, ces capteurs sont en particulier insensibles aux champs magnétiques.

CHAPITRE V.

Développement d'un système électronique de mesure pour interfacer des capteurs piézoélectriques résonants

CHAPITRE V.

Développement d'un système électronique de mesure pour interfacer des capteurs piézoélectriques résonants

V.1 Introduction

Des capteurs résonants de force multi-électrodes (ME) ou des résonateurs thermosensibles (QT) en quartz ont été développés et étudiés, les travaux ont été présentés au cours des chapitres antérieurs. Leurs propriétés et leurs caractéristiques de transfert correspondantes permettent d'envisager leur future utilisation dans des systèmes de mesure complexes. Ce chapitre complète la partie développement de ces résonateurs (appelés QT et ME dans ce qui suit) par la mise en œuvre d'un circuit électronique digital et des logiciels associés, qui permettra d'interfacer ces deux types de capteurs.

La chaîne de conversion des signaux fournis par les oscillateurs comporte une base de temps, l'électronique digitale de comptage et de conversion en fréquences puis de calcul des grandeurs de sortie des capteurs. Les valeurs mesurées sont affichées localement et sont aussi disponibles au bout d'un bus de données, pour enregistrement ou traitement ultérieur.

La méthode de détermination des fréquences d'entrée provenant des oscillateurs est celle classique du comptage simultané des signaux pendant une durée précise fournie par base de temps. Les capteurs QT oscillent à 29 MHz et les capteurs ME à double mode travaillent à 7,3 MHz et à 8 MHz, mais ces valeurs ne sont pas critiques et peuvent être comprises dans une large gamme. La conversion de la fréquence en température des capteurs QT est directe, par interpolation à partir d'une table d'étalonnage. Le système fournit les valeurs de force des

capteurs ME par interpolation à l'aide de deux tables de données, suivie par une opération de calcul.

Pour réduire le plus le coût du circuit électronique digital, il est fait appel à des ressources minimales. Ainsi on a choisi un microcontrôleur de 8 bits avec mémoire flash et compteurs de 16 bits intégrés. Compte-tenu de la sortie intrinsèque en fréquence de ces capteurs, la conception d'un système d'interface ne pose pas de gros problèmes du point de vue électronique. L'incertitude de mesure dépend en premier ordre de la stabilité à long terme (précision) de la fréquence de référence, assurée par des oscillateurs à quartz compensés de type TCXO, voir thermostatés du type OCXO qui, en fait, sont les composants les plus coûteux de l'application.

Ce chapitre présente la conception des oscillateurs, de la partie digitale et des logiciels de conversion et d'acquisition. Une architecture distribuée a été envisagée, sur le principe maître (l'ordinateur via le port USB par exemple)- esclave. Certaines caractéristiques techniques du port USB et du schéma électronique sont présentées en bref pour offrir une vision d'ensemble au lecteur, sans rentrer dans les détails. Les annexes viennent compléter d'autres aspects nécessaires pour pouvoir continuer ce développement et donnent les liens de téléchargement des sources.

V.2 Oscillateurs électroniques des résonateurs piézoélectriques

Les oscillateurs sont des circuits électroniques qui donnent un signal de sortie périodique. Il y a des oscillateurs dont la fréquence est établie par des composants passifs (comme par exemple l'oscillateur RC de relaxation) ou par des résonateurs à base de cristaux ou de céramiques piézo-électriques. Les oscillateurs opèrent en boucle fermée, instable (mais d'une manière contrôlée). Pour qu'un oscillateur travaille, deux conditions doivent se réunir (condition de Barkhausen): que le décalage de phase soit un multiple de 360^0 et que le gain du système soit égal ou supérieur à l'unité.

Les résonateurs QT ont une résistance motionnelle faible ($4...30 \Omega$) et le schéma d'oscillateur le plus simple et le plus robuste serait le modèle Pierce à portes logiques, comme on voit sur la figure suivante. On a utilisé le circuit intégré SN74LVC1GX04 à sortie CMOS, dédié pour ce

type de schéma. La première porte « inverseur » retourne le signal d'entrée amplifié et déphasé de 180^0 , les deux réactances formées par les capacités externes $C1$ et $C2$ ajoutent chacun des décalages de 90^0 . La résistance série $R1$ sert à limiter le courant (et le gain) du circuit, et à isoler la sortie de l'inverseur de la réactance donnée par $C1$. La résistance de *feedback* $R2$, de grande valeur, sert à polariser l'inverseur dans la région linéaire d'opération. Les trois portes en cascade jouent le rôle de *buffer* de sortie. Les valeurs des composants utilisés sont: $C1=C2 = 10 \div 15$ pF, $R1 = 1 \div 4,7$ k Ω , $R2 = 2,2 \div 10$ M Ω .

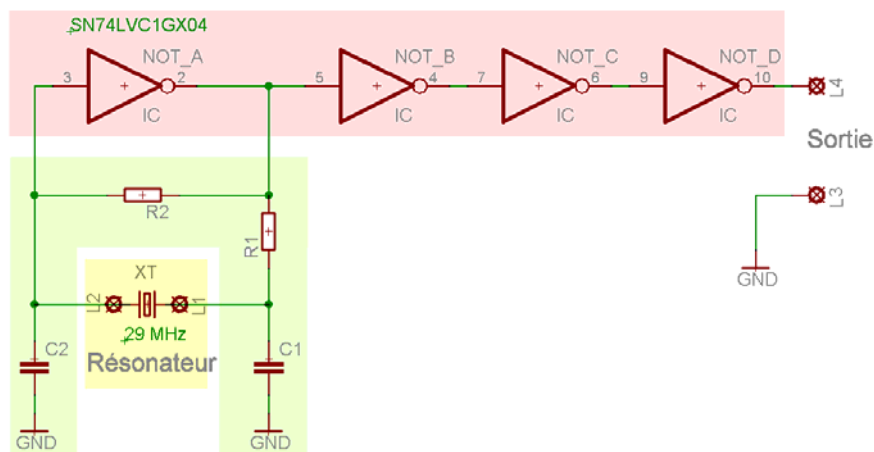


Figure 5.1. Oscillateur à portes logiques pour les résonateurs QT.

Les résonateurs ME sont plus difficiles à faire osciller car leur résistance motionnelle est plus grande, environ 20 k Ω , voir sous-chapitre III.6. Il faut faire deux oscillateurs pour les deux jeux d'électrodes du résonateur ME. Le schéma est identique dans les deux cas, seuls certains composants passifs diffèrent pour accorder les oscillateurs sur les fréquences correspondantes.

Cet oscillateur est dérivé du modèle de Collpits. Il y a trois étages comme on l’observe sur la figure 5.2, les deux premiers étages assurent le bouclage et le troisième amplifie le signal de sortie. Le montage utilise des transistors RF npn BFR91 (ou BFR90). Le typon de circuit imprimé et les valeurs des composants passifs se trouvent dans l’Annexe A.3.

L'alimentation du circuit peut-être comprise entre 5V et 9V. Dans le premier étage le transistor est monté en amplificateur à émetteur commun non accordé, le gain est approximativement égal à -10 (déphasage de π). Le deuxième étage consiste en un amplificateur émetteur commun accordé (bande passante d'environ 1 MHz) de gain $\approx$ -2 (deuxième déphasage de π). La résistance $R5$ permet de choisir l'impédance en série avec le résonateur. Les diviseurs $R1+R2$ et $R6+R7$ servent à polariser les transistors ; les résistances $R3+R4$ et $R9+R8$ sont responsables des gains. L'accordage à la fréquence de 7,29MHz (ou 7,97 MHz) se fait avec la self LI et les capacités

$C2$ et $C11$ (variable). Le bouclage des étages 1 et 2 avec le quartz est assuré par la capacité de réaction $C3$.

L'étage 3 est un amplificateur de sortie accordé, de bande passante d'environ 1 MHz, qui est similaire à l'étage 2 ; $C9+R10+R15$ forment un pont de décalage en tension pour centrer la sortie autour de 2,5V (niveau CMOS).

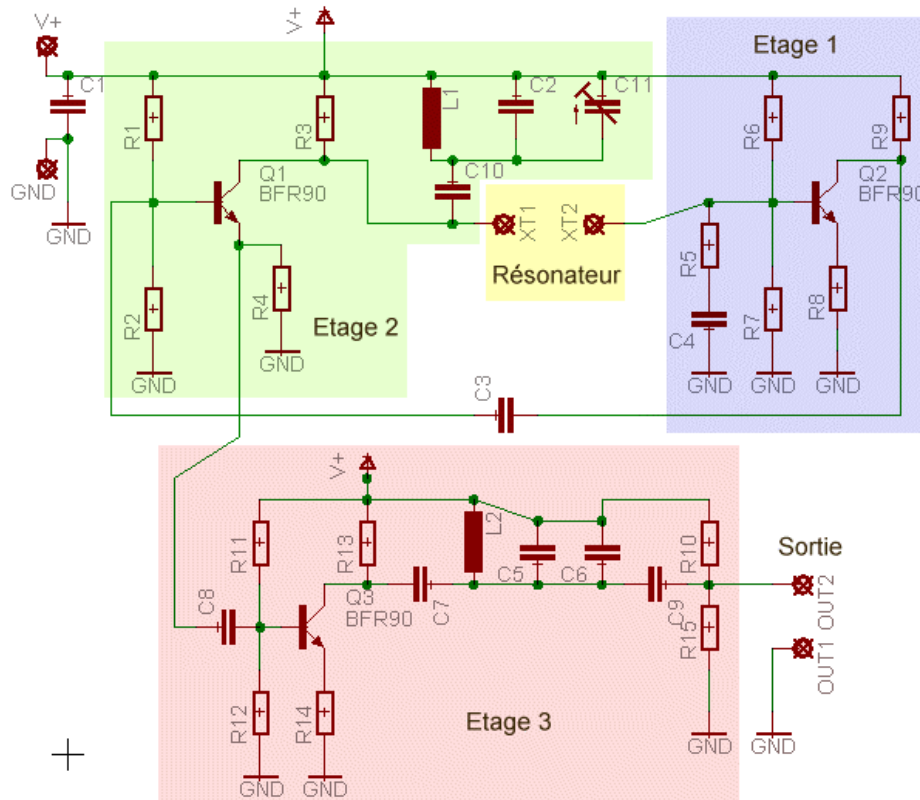


Figure 5.2. Schéma d'oscillateur pour les résonateurs ME.

V.3 Schéma électronique du circuit microcontrôleur

Comme on peut l'observer sur la figure 5.3.a, le circuit électronique qui interface le résonateur ME inclut les parties suivantes: deux oscillateurs (voies OSC_C et OSC_B), le microcontrôleur (μC), un port série synchrone, une mémoire EEPROM, un affichage LCD et des boutons de

commande. Le même circuit peut être configuré pour les résonateurs QT (voir figure 5.3.b), dans ce cas la sortie de l'oscillateur se connecte au μC sur la voie OSC_B.

La fréquence de référence à 20 MHz et est fournie par un TCXO commercial à sortie CMOS, de 0,9 ppm de stabilité dans l'intervalle de température de fonctionnement entre -20°C et 70°C . Le modèle utilisé est du type CPFT-125 (TVXO009907) fabriqué par C-MAC MicroTechnology, mais nous avons aussi utilisé un modèle plus ancien à sortie sinusoïdale: FOX801BE fabriqué par Fox Electronic.

Le modèle de microcontrôleur utilisé est un PIC18F1320 de Microchip Technology, qui est du type 8 bits (75 instructions). L' μC a été programmé en langage assembleur (sous MPLAB) mais il est aussi possible d'écrire les sources en langage C en utilisant un compilateur C18 dédié. Il possède 15 broches configurables comme entrées ou sorties, dont trois peuvent être dédiées aux entrées en fréquence pour les compteurs de 16 bits (pour la référence et les deux oscillateurs dans notre cas). Ce microcontrôleur de moyenne gamme et de bas prix est basé sur la technologie nanoWatt, il possède 8 kB de mémoire flash de programme (dont la moitié a été occupée avec notre projet), 256 octets de mémoire EEPROM, des entrées analogiques, un module PWM et un port série asynchrone. La mémoire EEPROM interne a été utilisée pour mémoriser les chaînes de deux lignes de 16 caractères de l'affichage LCD.

La mémoire flash interne de programme pourrait garder des tables de données assez longues, mais on a choisi d'utiliser une mémoire EEPROM externe (24FC512), plus encombrante certes, de 512 bits, liée au μC par une interface I2C. De plus, l'interface I2C permet d'ajouter jusqu'à huit puces EEPROM, chacune ayant sa propre adresse, sans augmenter le nombre de connexions au microcontrôleur.

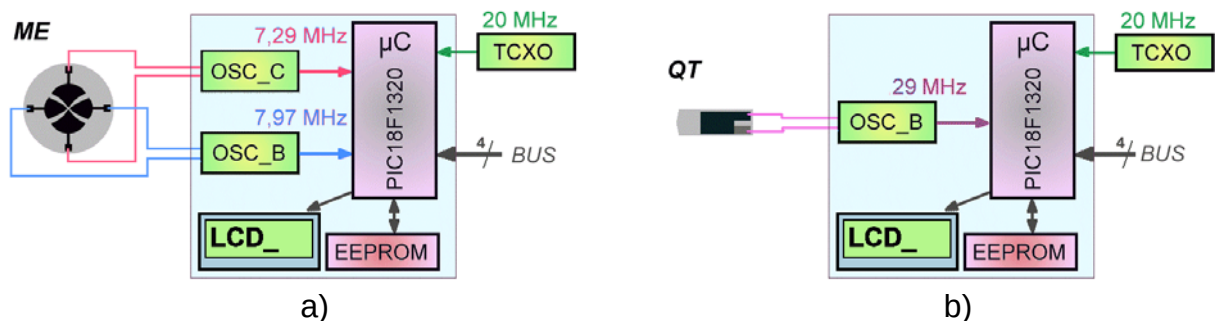


Figure 5.3.a,b. Schéma-block du système de mesure, en configuration pour capteurs ME ou QT.

Le BUS de données que nous avons implémenté est de type série synchrone, géré entièrement par le software, et très proche comme conception du bus SPI. Il possède 4 lignes : une ligne *chip select* CS, un signal d'horloge SCK et deux lignes de données SDI et SDO, comme on peut l'observer sur la figure 5.4. Ce bus peut être connecté soit à un circuit μC maître, soit directement au port LPT d'un l'ordinateur. Il sert à l'échange des données de sortie, des paramètres de configuration ou des tables EEPROM.

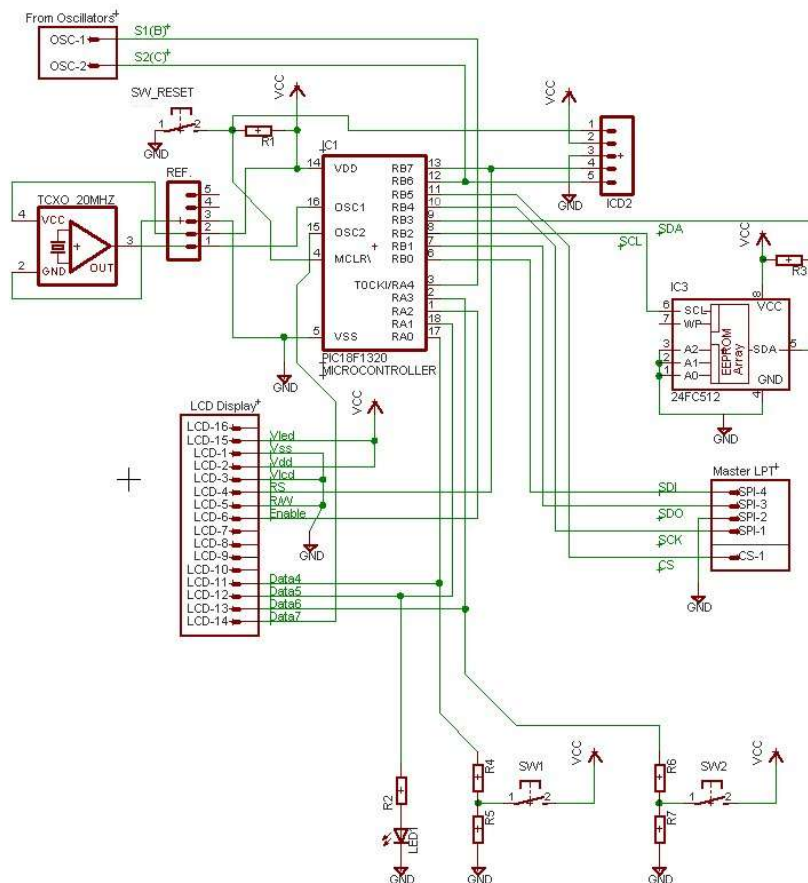


Figure 5.4. Schéma du circuit électronique.

Les oscillateurs sont placés dans des circuits électroniques séparés; les connexions sont indiquées sur la figure 5.4. Il existe un bouton de ré-initialisation du dispositif et deux boutons de déroulement vers la gauche et vers la droite. Une LED sert comme voyant d'état des compteurs : elle clignote lorsqu'un comptage est en cours, si non elle est normalement éteinte. Si il y a eu une erreur de communication avec le dispositif maître qui demande une réinitialisation (reset) du μC , alors la led reste toujours allumée. Le connecteur ICD2 sert seulement à la programmation initiale de l' μC . Le typon du circuit imprimé et une vue d'ensemble sont donnés dans l'Annexe A.3.

V.4 Organisation des données et de la partie software

Le travail de développement du système d'interfaçage des résonateurs QT et ME a nécessité plusieurs étapes. L'application peut être divisée selon les parties suivantes :

1. Traitement des données d'étalonnage et de configuration (feuilles Excel et Origin, macro VBA)
2. Programmation du circuit microcontrôleur (ASM sous MPLAB, Compilateur C18) ;
3. Logiciels d'acquisition de données (sous LabView, Measurement Studio, Delphi, C#).

Les formules de conversion des capteurs ME ont été traitées dans le Chapitre III et des caractéristiques de transfert des capteurs QT ont été données dans le Chapitre IV. Le système fournit les valeurs de force et de température pour le capteur ME et la valeur de la température dans le cas du résonateur QT. Les courbes ont été approximées par des polynômes du troisième ou du quatrième ordre, qui offrent une précision suffisante dans des plages de variation de température pas trop larges. Les capteurs QT sont très sensibles aux erreurs de modélisation vers les très basses températures. Le circuit μC est capable de faire les opérations de calcul nécessaires, mais pour des raisons de précision on a choisi d'utiliser des tables d'interpolation qui sont plus exactes, à condition bien sûr que les courbes d'étalonnage soient précisément tracées au préalable. Dans ce cas le circuit de traitement n'apporterait pas de limitation à l'exactitude de l'affichage.

La sensibilité à la température des capteurs QT est de +1200 Hz/K à la température ambiante et baisse à 500 Hz/K au voisinage de la température de l'azote liquide. Finalement, à la température de l'hélium liquide (4,2 K) la sensibilité diminue jusqu'à 2 Hz/K (Spasov [32], [35]). Il résulte que pour arriver à avoir une résolution de 10^{-4} K, une période de comptage de 8 secondes serait nécessaire.

Comme on a vu dans le sous-chapitre précédant, le système peut compter soit deux fréquences f_b et f_c dans le cas du capteur ME, soit une fréquence, f_{QT} , dans le cas du capteur QT. Les températures sont dérivées à partir d'une seule table d'interpolation :

$$t_{ME} = f(\Delta fb) \quad (5.1)$$

$$t_{QT} = f(\Delta f_{QT}) \quad (5.2)$$

La force mesurée par le capteur ME est en fonction des deux fréquences :

$$F_{ME} = f(\Delta fb, \Delta fc) = Fb(\Delta fb) + Fc(\Delta fc) \quad (5.3)$$

Si on choisit la solution (3.27) et (3.28) du sous-chapitre III.8, alors :

$$Fb = -\frac{c_1 t + c_2 t^2 + c_3 t^3}{S_{FC}} \quad \text{et} \quad Fc = \frac{\Delta f_C}{S_{FC}}. \quad (5.4), (5.5)$$

Le système est conçu de telle manière que l'utilisateur puisse générer ses propres tables d'interpolation, à partir des données expérimentales ou des formules mathématiques (comme par exemple des polynômes de Newton).

Le système a besoin d'une série de paramètres de configuration pour fonctionner correctement : l'adresse du dispositif (de 0h à Fh), les pointeurs d'origine des quatre tables d'étalonnage (t_{ME} , Fb , Fc et t_{QT}), les fréquences à zéro degrés Celsius et zéro Newtons (fco , fbo , f_{QT0}) et les limites inférieures et supérieures de ces quatre tables d'étalonnage. Ces conditions permettent d'éviter tout erreur si par hasard les fréquences mesurées n'étaient pas dans le domaine défini par ces paramètres de configuration.

L' μC a été programmé en langage assembleur. La fréquence de référence de 20 MHz sert comme base de temps et aussi comme signal d'horloge du μC . Cette fréquence est d'abord divisée en interne par quatre (car une instruction prend quatre cycles) et puis rentre dans un diviseur par 8. Les compteurs sont sur 16 bits, chaque transition de FFFFh à 0000h lance une interruption hardware. La période entre deux interruptions hardware est de 0,105 secondes. Les registres hardware des compteurs et une variable utilisée pour le comptage des interruptions sont initialisées avant chaque séquence de telle manière que la dernière interruption marque la période de comptage suivante (1s, 8s ou 1/8s). Pendant le comptage, le programme donne un signal d'« occupation » au bus et interroge les compteurs OSC_B et OSC_C. A la fin du comptage le *flag* d'interruption est enlevé et l'algorithme calcule alors les valeurs des deux fréquences (sur 24 ou 25 bits). Commence ensuite la séquence de conversion en grandeurs physiques de sortie (température et/ou force). Premièrement le programme calcule les valeurs Δf , puis les pointeurs vers les tables d'étalonnage. Il vérifie si ces pointeurs sont situés entre les limites spécifiées dans les paramètres de configuration. Si oui, il continue par la lecture des valeurs physiques et procède à l'interpolation. Finalement il affiche les valeurs sur l'afficheur LCD et si l'opération a été

demandée par le bus, alors il change sa ligne d'état en « disponible » pour signaler qu'il est prêt à envoyer les données.

Sur la figure 5.5 est représentée un diagramme du flux des données du système. Les données d'étalonnage des deux capteurs ainsi que les paramètres de configuration rentrent dans un fichier Excel qui, à partir d'une macro VBA, sort un fichier ASCII contenant les données pour le champ de l'EEPROM qui est dans notre cas de 0000h à FFFFh .

L'Annexe A.4 montre les feuilles du fichier Excel qui génère dans un premier temps les données d'étalonnage des capteurs QT et ME, puis les ajoute dans la table finale EE avec les paramètres de configuration en entête, et sauvegarde le fichier ASCII *eprom.dat* sur le disque.

Ensuite, le fichier de données de configuration et d'étalonnage doit être transféré au circuit électronique, via le port LPT de l'ordinateur, à l'aide d'une série de programmes réalisés sous LabView 7 [63]. La liste des programmes et le protocole d'échange des données peuvent être trouvées dans l'Annexe A.5.

Une fois la mémoire EEPROM externe programmée, le système est prêt à l'emploi. Les signaux de fréquences variables des oscillateurs ME ou QT sont comptés par le microcontrôleur durant des périodes de temps très précises. Le temps de comptage d'une seconde des signaux ME est fixe. Pour les capteurs QT il y a trois possibilités de temps de comptage : une huitième de seconde (0,125 s), une seconde et 8 secondes. Ainsi l'utilisateur peut choisir entre un temps d'acquisition plus rapide ou une meilleure précision.

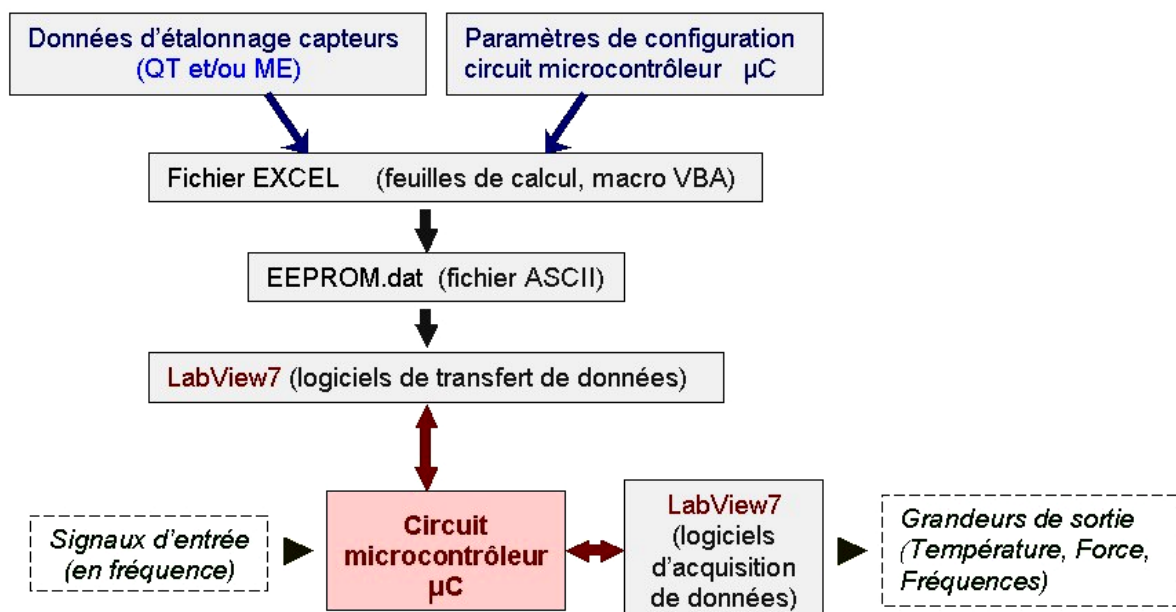


Figure 5.5. Architecture du système de mesure

Les tables d'étalonnage sauvegardées dans l'EEPROM externe sont en format entier signé de 16 ou 32 bits. Les valeurs du capteur ME sont codées sous 16 bits tandis que celles des capteurs QT sont sous 32 bits (4 octets EE). L'unité (1 bit) est de 0,01 °C et de 0,01 N pour le capteur ME et de 0,0001 °C pour le capteur QT.

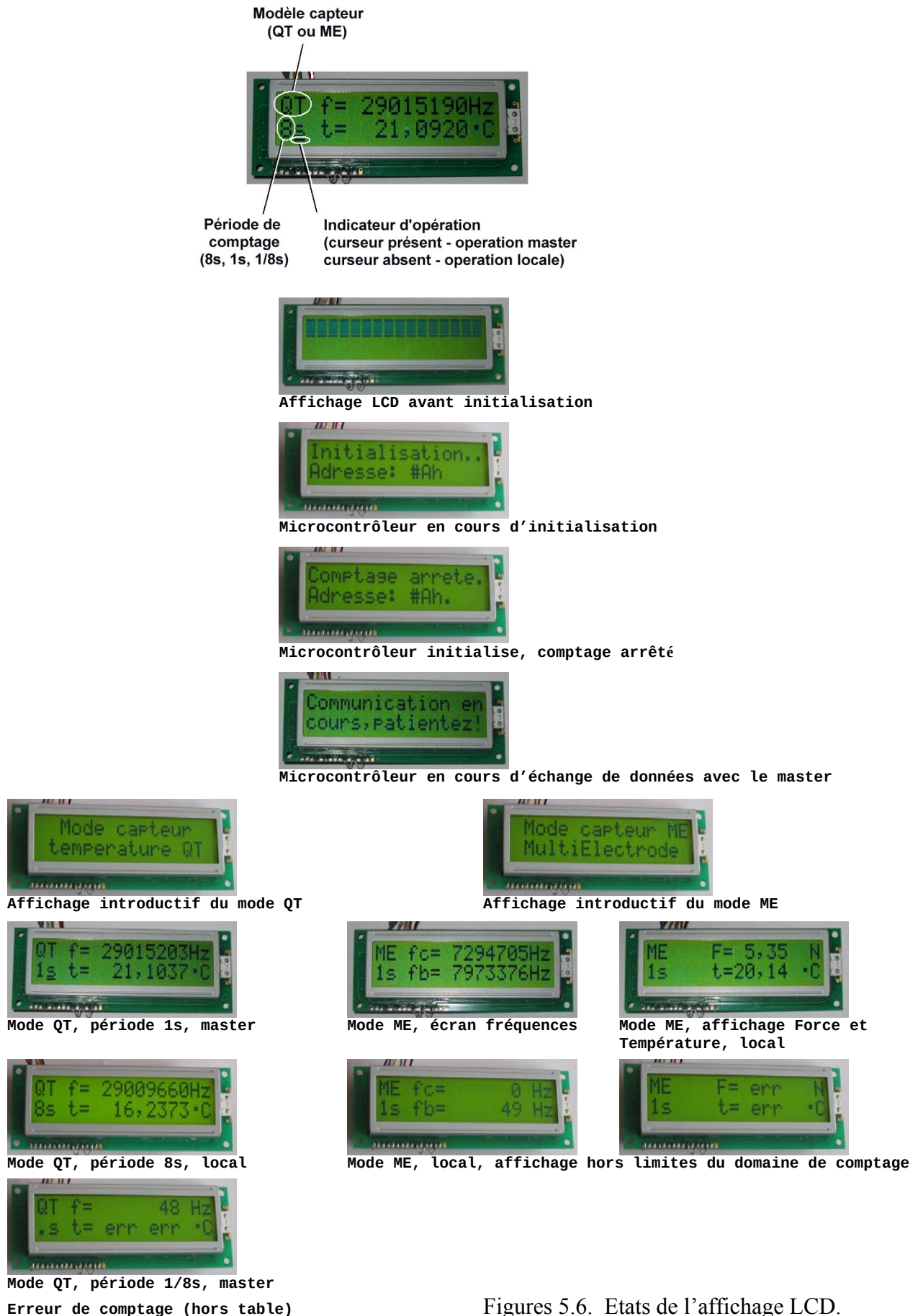
Les valeurs des températures t_{ME} et des facteurs Fb du capteur ME sont enregistrées à des intervalles de 4 Hertz. Le facteur Fc est enregistré à un hertz près, car il est plus sensible aux variations de fréquence (voir les figures dans l'Annexe A.4).

Comme la réponse t_{QT} du capteur QT est quasi-linéaire dans des plages de température étroites, un intervalle d'interpolation de 32 Hz (0.027 °C à l'ambiante) a été choisi.

Sur les photos présentées dans la page suivante on aperçoit l'état de l'affichage LCD à différentes étapes. Après initialisation et lecture des paramètres de configuration de la mémoire EE externe, le dispositif rentre dans un état d'attente, le comptage étant arrêté. Le comptage peut être démarré soit localement à l'aide des touches, soit, via le bus, par une commande générée par un ordinateur ou un circuit maître quelconque qui respecte le protocole d'échange de données. L'opération maître est prioritaire sur l'opération locale. Lors d'un échange de données avec un dispositif maître, une touche appuyée renvoie un message de « Communication en cours ». Des informations sur le modèle de capteur choisi (ME ou QT), le type d'opération (locale ou maître) demandée et sur la période de comptage (8s, 1s ou 1/8s) se trouvent sur la partie gauche de l'affichage LCD.

La première fois où le circuit rentre dans un état de comptage pour un capteur ME ou QT, un petit écran introductif apparaît pendant une seconde, puis les séquences de comptage et conversion se répètent indéfiniment. Les valeurs des fréquences et/ou des grandeurs de sortie de sortie (force, température) sont renouvelées après chaque conversion. Il existe un nombre de sept états qui peuvent être changées cycliquement à l'aide de deux touches (droite et gauche) :

- comptage arrêté, en attente.
- mode capteur QT, période de comptage 8 secondes « 8S »
- mode capteur QT, période de comptage 1 seconde « 1S »
- mode capteur QT, période de comptage 1/8 seconde « . S »
- mode capteur ME, comptage 1 seconde « 1S », écran avec les valeurs des fréquences
- mode capteur ME, comptage 1 seconde « 1S », écran alternatif fréquences / force & température
- mode capteur ME, comptage 1 seconde « 1S », écran valeurs force & température



Figures 5.6. Etats de l'affichage LCD.

L'annexe A.5 présente la liste des logiciels VI réalisés sous LabView, ainsi que le protocole d'échange des données par le bus. Les applications VI les plus importantes sont celles nommées 18F1320_RD_QT.vi (figures 5.7 – 5.10) comme interface des capteurs QT et 18F1320_RD_ME.vi pour les résonateurs ME (Figure 5.11). Actuellement ces applications sont minimales, elles assurent l'acquisition primaire, mais elles peuvent être développées ultérieurement ou appelées depuis d'autres VIs. Sur les figures 5.8 à 5.10 on observe que le système fonctionne correctement, les périodes de comptage plus longues donnent plus de résolution. On arrive à 10^{-4} K de résolution dans le cas de la figure 5.10, mais comme on peut le voir la température n'est pas stable à cause de l'enceinte de mesure qui n'était pas suffisamment isolée. Il est certain que cette résolution n'est utilisable en pratique que dans des applications où la température varie très peu, comme par exemple en calorimétrie.

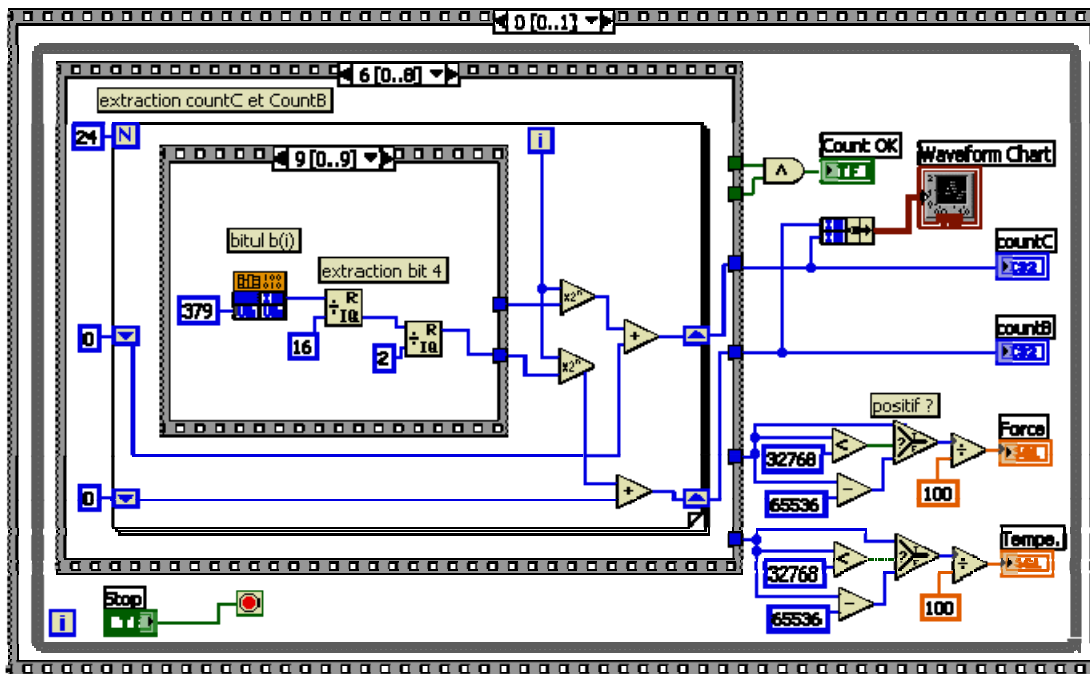


Figure 5.7. Block diagramme d'une partie de l'application LabView.

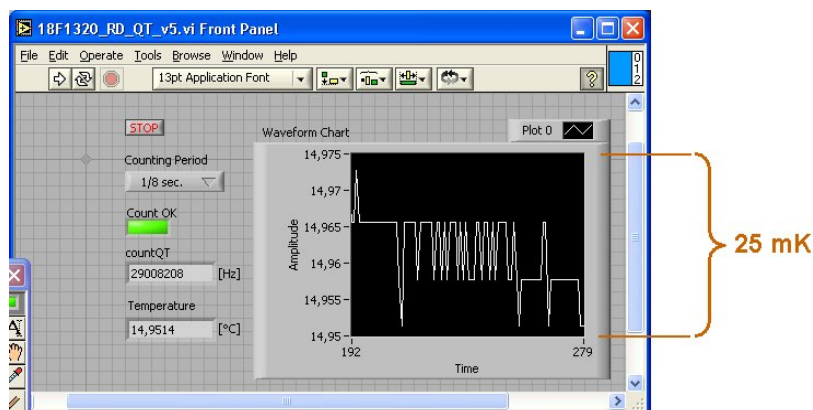


Figure 5.8. Application LabView d'acquisition de température du capteur QT configurée à 1/8 s.

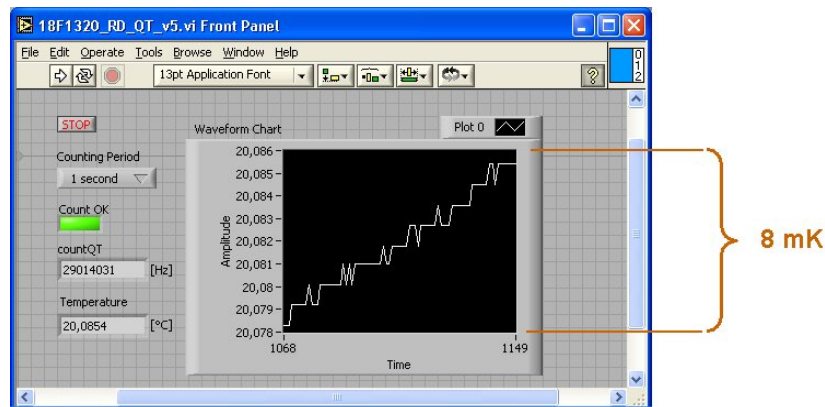


Figure 5.9. Application d'acquisition de température du capteur QT configurée à 1 seconde.

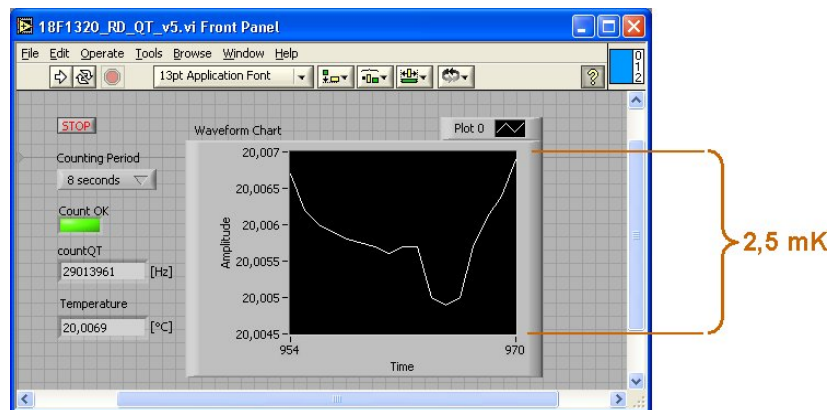


Figure 5.10. Application d'acquisition de température du capteur QT configuré à 8 secondes.

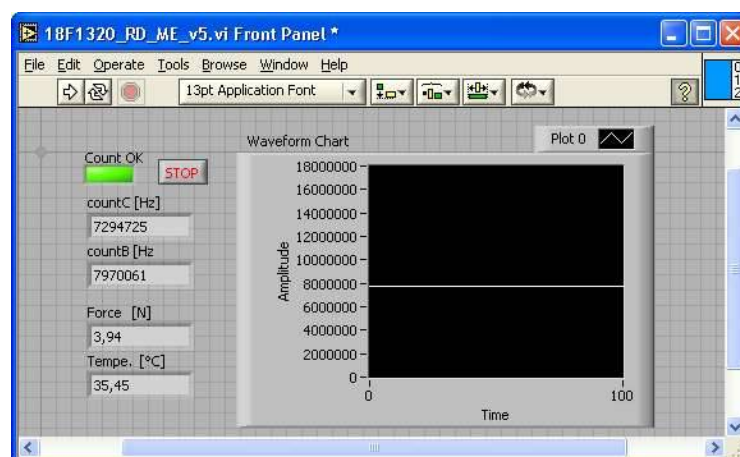


Figure 5.11. Application d'acquisition de force et température du capteur ME.

V.5 Réseau distribué de systèmes de mesure

Initialement le système de mesure a été conçu pour un échange simple de données par le port LPT d'un ordinateur (voir Figure 5.12). Ultérieurement on a choisi de développer un deuxième circuit électronique à base de microcontrôleur de type *maître* pour interfacer un réseau de systèmes à un port USB (*Universal Serial Bus*). Grâce à ses performances, ce protocole s'est imposé ces dernières années comme le standard en matière de communication entre ordinateur et périphériques.

La littérature dans le domaine est très riche [www.usb.org], [54] et s'adresse aux couches : physique, au protocole, aux pilotes (drivers) et aux logiciels client. En bref on peut énumérer les principales caractéristiques de l'USB :

- ❑ Auto détection et configuration (*hot plugging*). La première fois que le dispositif est connecté à un port USB, le système d'exploitation (Windows dans notre cas) ouvre une fenêtre pour faciliter l'installation du driver. Cette opération se fait une seule fois pour un port USB. Le dispositif est reconnu par son descripteur de dispositif dont on remarque le code VID (ID du vendeur) et le code PID (ID du fabricant).
- ❑ Topologie de type étoile. À la base, le contrôleur hôte réalise l'interface physique avec le bus et a la responsabilité d'assurer la conformité à la spécification du bus des paquets qui circulent sur le bus. Il existe la possibilité d'expansion par des *hubs*. La distance maximale entre un *hub* et un périphérique est de 5 mètres. Jusqu'à 5 hubs peuvent être reliés. Le nombre maximal de périphériques connectés à une racine (*root hub*) est de 128 dispositifs.
- ❑ Possibilité d'alimentation d'un dispositif directement par le port USB. Initialement la ligne de 5V offre un courant maximum de 100 mA mais, après branchement et énumération par l'hôte, le dispositif peut fournir jusqu'à 500 mA.
- ❑ Il y a trois vitesses de transfert : 1,5 Mb/s, 12 Mb/s et 480 Mb/s. Cette dernière vitesse, appelée *high speed*, correspond au protocole USB 2.0. La vitesse de 12 Mb/s (appelée *full speed*) sera utilisée dans notre application. La transmission se fait par un codage NRZI (*non*

return to zero inverted) avec bits de synchronisation. Le protocole USB est structuré en paquets de données et trames ; il fonctionne sur le principe du bus à jeton. Dans cette configuration un périphérique peut utiliser le bus à condition de détenir le jeton envoyé par l'hôte.

- Il existe plusieurs types de transfert des données, utilisables selon l'application :
 - Les transferts de contrôle sont utilisés par les pilotes de l'ordinateur pour la configuration ou l'obtention du statut des périphériques attachées;
 - Les transferts en mode interruption sont utilisés pour l'échange rapide de données prioritaires et de volume réduit (clavier, souris etc.) ;
 - Les transferts en bloc (*bulk*) de grand volume, avec une garantie de délivrement et à la vitesse correspondant à la bande passante disponible, sont utilisés dans des périphériques comme les imprimantes, les scanners ou les mémoires de masse ;
 - Les transferts isochrones sont utilisables pour les données fournies à une vitesse de transfert garantie (pour de la capture audio et vidéo par exemple). Dans ce cas, les données corrompues lors du transfert ne sont plus renvoyées.

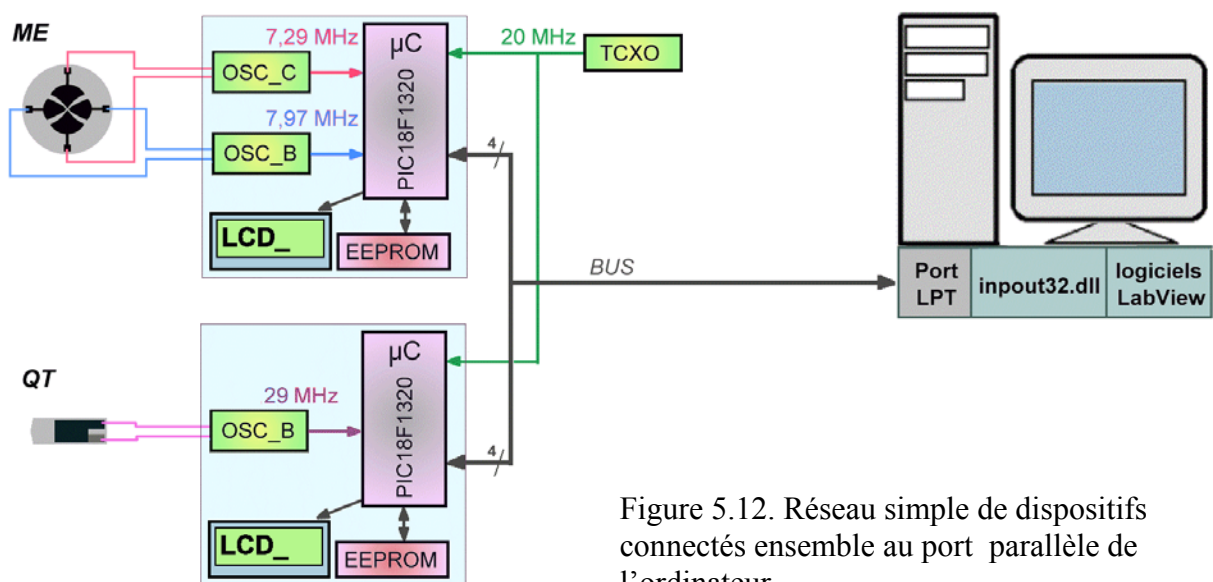


Figure 5.12. Réseau simple de dispositifs connectés ensemble au port parallèle de l'ordinateur.

Il existe plusieurs classes de communication USB supportées directement (sans installation de pilotes) par les systèmes d'exploitation Windows., dont en particulier: *audio*, *video*, *mass storage*,

HID (*Human Interface Device*), IrDA *Bridge, Communication Device* etc. Notre dispositif est conçu pour communiquer avec l'ordinateur suivant la classe HID.

La classe de dispositifs HID a été conçue principalement pour des périphériques d'entrée comme les claviers, les souris, les lecteurs de codes de barres etc. Le système d'exploitation Windows (98, 2000 et XP) inclut les pilotes HID. La communication avec le périphérique se fait par des fonctions API standard, dont l'avantage est que la partie de développement logiciel des nouveaux dispositifs qui supportent ce standard est minimale. Comme désavantage de la classe HID on remarque sa limitation de la vitesse à 64 kB/s, mais de toutes façons suffisante dans notre cas, où le volume de données à transmettre n'est pas grand.

Le dispositif HID envoie et reçoit les données sous forme de rapports, en utilisant des interruptions de transfert. Il y a trois types de rapports : d'entrée (*input*), de sortie (*output*) et de caractéristiques (*feature*). Les rapports d'entrée et de sortie assurent l'échange des données utiles entre un périphérique et son hôte. Le rapport de caractéristique est conçu pour un changement occasionnel de données, visant la dimension des rapports de données, le type VID et PID ou d'autres chaînes de caractères nécessaires à la configuration.

Notre dispositif maître réalisé est conçu avec le modèle de microcontrôleur PIC18F4550 compatible USB 2.0 *full speed*, qui possède au niveau physique un *transceiver*, un moteur d'interface série (SIE) et de la mémoire RAM nécessaire pour le *buffer* de données. Il est configuré avec le code de vendeur VID numéro 0x0925 et le code de fabricant PID 0x1299. L'alimentation du dispositif est extérieur, mais il est possible de la faire par le bus.

Le circuit maître peut communiquer avec jusqu'à quatre modules de mesure (esclaves), voir le schéma sur la Figure 5.14 (*SLOT* 1 à 4). Il possède un connecteur ICD2 pour la programmation, un connecteur USB (de type B), deux connecteurs (alimentation et données) pour un affichage LCD optionnel et quatre LEDs d'état du bus USB (déconnecté, connecté, occupé, en échange de données). De plus, il existe trois connecteurs supplémentaires *JP1*, *JP2* et *JP3* d'usage général, qui peuvent être utilisés pour différentes tâches. Les lignes du connecteur *JP2* peuvent être configurés en mode d'entrée analogique numérisée sous 10 bits.

Comme on le voit sur la figure 5.13, trois capteurs extérieurs ont été connectés pour la mesure de température, de pression atmosphérique et d'humidité relative. Ces capteurs sont utiles à l'étalonnage ou à la caractérisation des résonateurs ME ou QT. Le capteur de température est de type résistance platine PT100, modèle Honeywell HEL705-T de haute précision et de large plage

de température. Un amplificateur d'instrumentation est interposé entre ce capteur et l'entrée analogique du microcontrôleur. Comme capteur de pression barométrique on a utilisé le modèle Freescale MPX4115 micro-usiné en silicium, avec amplification intégrée. Le capteur intégré Sensyion SHT11 est à élément sensible capacitif pour la mesure d'humidité relative. Il est aussi capable de mesurer la température ambiante (mais moins précis que le PT100). Les signaux sont numérisés par l'électronique intégrée et envoyés par un bus dédié appelé *Sensibus*.

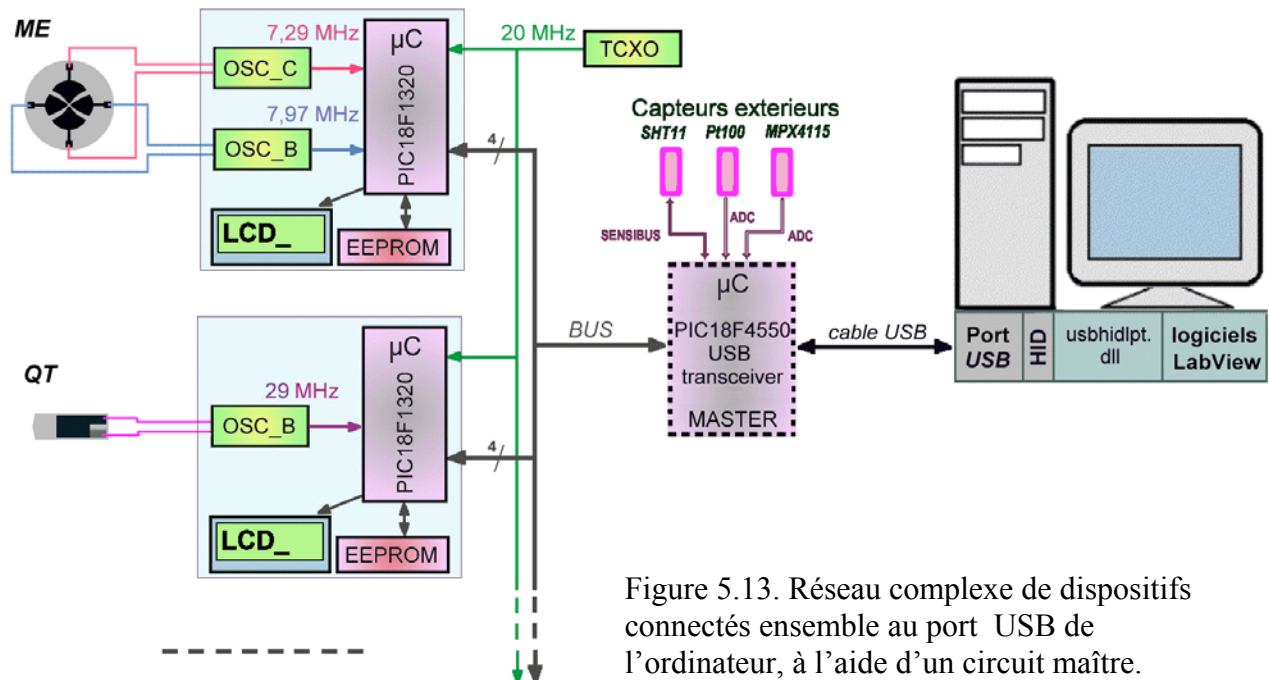


Figure 5.13. Réseau complexe de dispositifs connectés ensemble au port USB de l'ordinateur, à l'aide d'un circuit maître.

La partie de configuration des registres et de programmation du microcontrôleur PIC18F4550 a été simplifiée par la disponibilité des notes d'applications avec des exemples de connexions USB fournis par le fabricant du PIC - Microchip Technology [55-57].

Le dispositif maître contrôle le bus, il interroge l'état des dispositifs et peut céder son privilège de maître à un autre dispositif du même type (connecté à un autre ordinateur) à condition que le bus soit libre de tâches en cours.

Sur l'ordinateur une librairie de fonctions appelée «usbhidlpt.dll» a été développée. Les fonctions de cette librairie permettent d'appeler les fonctions API de la classe HID du système d'exploitation et permettent d'émuler un échange de données similaire au port LPT, pour des raisons de compatibilité avec les applications développées dans le cas du système de la Figure 5.12. De plus ces fonctions permettent d'interroger les trois capteurs extérieurs et de demander le contrôle de la ligne.

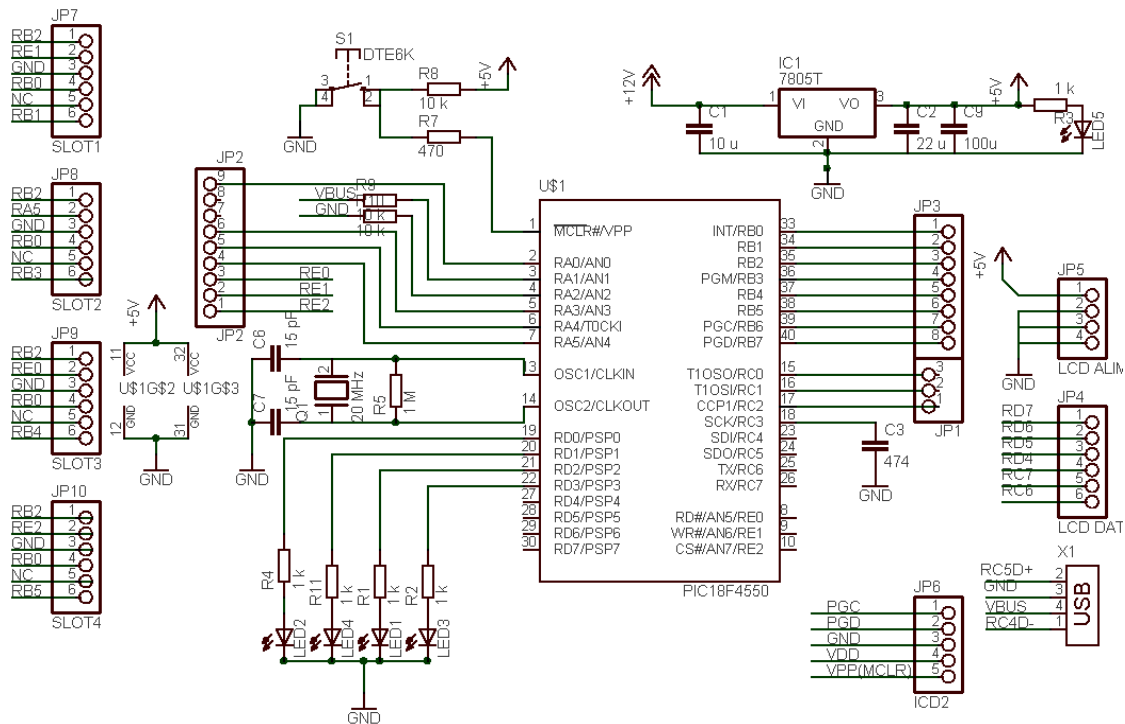


Figure 5.14. Schéma du circuit électronique maître.

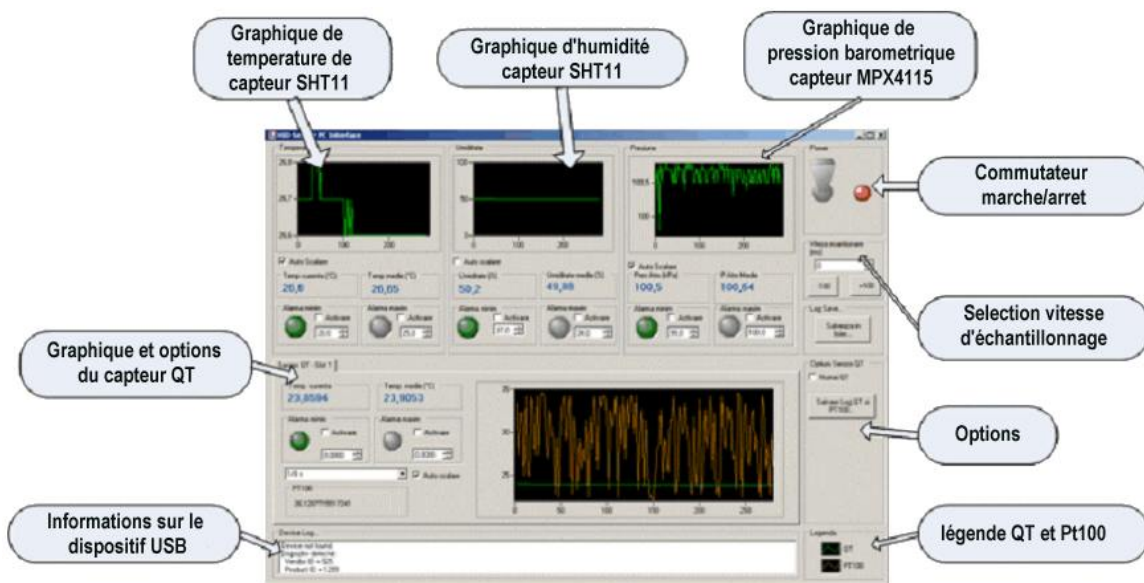


Figure 5.15. Exemple de logiciel d'acquisition par le port USB, réalisé sous C# et Measurement Studio.

V.6 Conclusion et perspectives

Un système électronique de mesure pour interfacer deux types de capteurs piézoélectriques résonants, QT et ME, a été développé dans ce chapitre. Les ressources électroniques choisies ont été minimales, pour mettre en évidence que le coût de tels systèmes de mesure à base des capteurs piézo-électriques résonants est facilement abordable pour des applications industrielles ou de recherche scientifique.

Comme les valeurs des résistances motionelles des résonateurs QT sont faibles, l'oscillateur le plus simple à réaliser est celui à portes logiques. Les capteurs ME demandent deux oscillateurs réalisés avec des transistors, accordés par des circuits passifs aux fréquences d'opération.

Le système piloté par microcontrôleur fait le comptage des signaux et convertit les fréquences en grandeurs physiques de sortie, température et/ou force dans notre cas, à base des tables d'étalonnage enregistrées en préalable dans une mémoire EEPROM externe. Les données numériques sont disponibles localement grâce à un affichage LCD et aussi via un bus de type SPI.

Dans une seconde étape, nous avons développé un réseau de dispositifs connecté à un ordinateur via le protocole HID-USB, et développé une série de logiciels d'acquisition, sous LabView, C#.NET et Delphi.

Le système satisfait aux objectifs fixés, il est capable de mesurer la température avec les capteurs QT avec une résolution de $0,0001\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour une période de comptage de 8 secondes. L'incertitude de mesure varie entre $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $0,001\text{ }^{\circ}\text{C}$ et dépend de l'exactitude de la caractéristique de transfert enregistrée et de la stabilité à long terme du résonateur et de la référence TCXO.

Comme perspectives de développement ultérieur on peut mentionner la conception d'un oscillateur de plus faible consommation, à contrôle automatique de gain, qui sera capable de compenser des changements de l'admittance des résonateurs QT – phénomène qui arrive dans le cas des activity-dips avant l'arrêt de l'oscillateur ou le saut en fréquence. Nous n'avons pas abordé dans ce mémoire l'étude de la dérive en fréquence et du vieillissement des résonateurs ou de bruit des oscillateurs. Après une série d'études et de tests des composants du système, et

compte tenu des variations de sensibilité des résonateurs par rapport à la température, un algorithme d'auto-évaluation de l'incertitude de mesure pourrait être implémenté dans le microcontrôleur.

La vitesse de transfert et les distances entre les dispositifs du réseau pourraient être améliorées en remplaçant le bus SPI par un réseau industriel de type CAN. La connexion avec l'ordinateur sera plus rapide en remplaçant le protocole HID-USB par un pilote USB spécialisé.

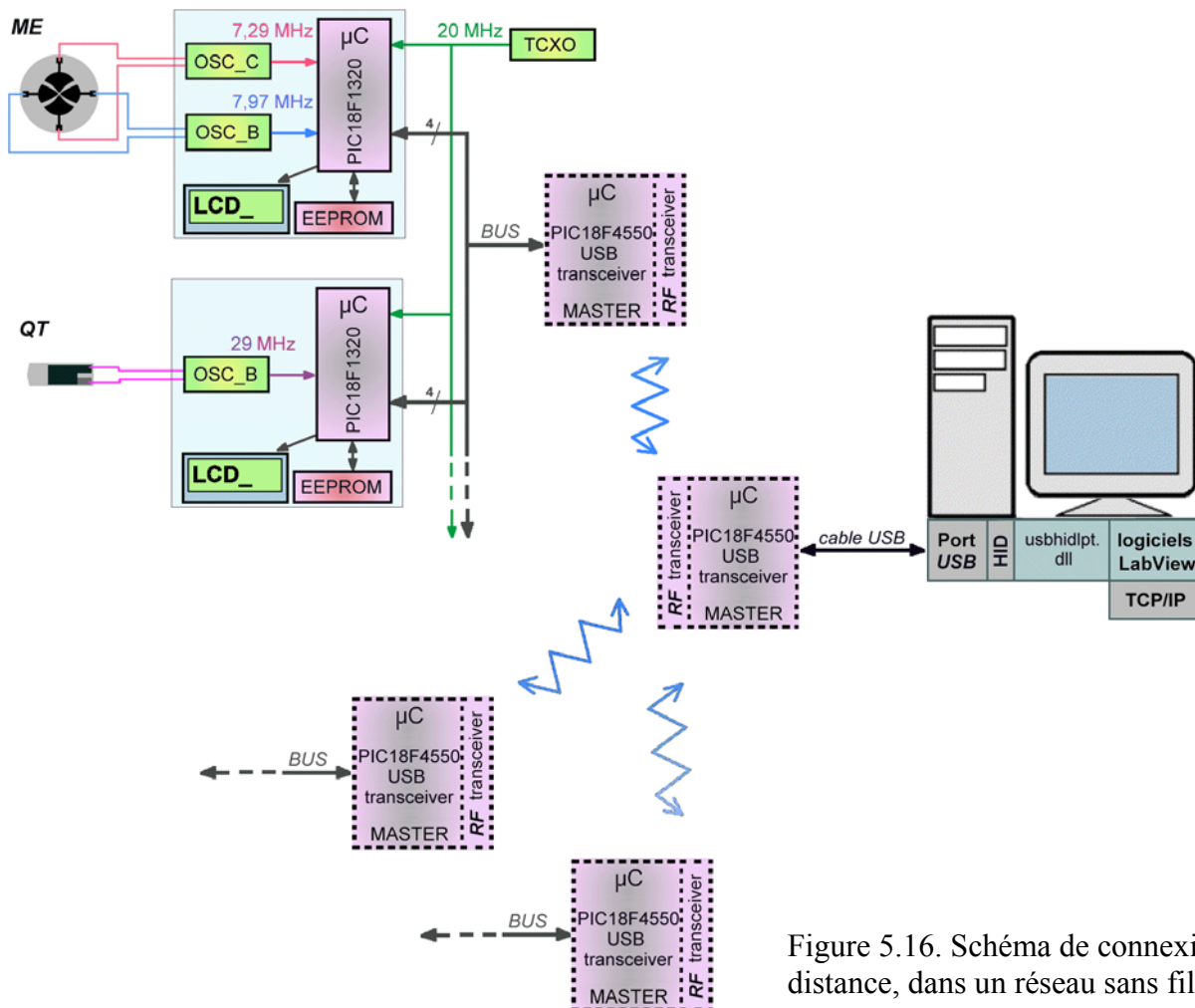


Figure 5.16. Schéma de connexion à distance, dans un réseau sans fil.

Le réseau distribué pourrait être encore développé par des liaisons sans fil, comme on voit sur la figure précédente, en ajoutant aux circuits des « transceivers » opérant aux fréquences commerciales (par exemple 433 MHz ou 2,4 GHz). A l'heure actuelle il existe plusieurs protocoles de communication «*wireless*», en particulier Bluetooth et ZigBee.

Le circuit maître envoie actuellement les données par bus USB mais, en ajoutant un contrôleur Ethernet au circuit maître existant, on pourrait réaliser des connexions TCP/IP directes.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Le présent mémoire de thèse intitulé « Utilisation des résonateurs piézoélectriques fonctionnant en mode d'épaisseur pour la réalisation de capteurs » s'est surtout attaché aux cas de la mesure de la température ou d'une force.

Les deux premiers chapitres ont fait appel à la théorie générale du résonateur piézoélectrique à ondes de cisaillement en épaisseur (TS- *thickness shear*) et à sa sensibilité à la température et aux forces statiques et aux principales méthodes de caractérisation utilisées, en insistant sur la topographie par diffraction de rayons X – méthode qui est très utile pour l'obtention de la distribution de l'amplitude du mode, des déformations internes ou des défauts cristallins. Le premier chapitre présente un résumé de la théorie générale des résonateurs piézoélectriques et le modèle de Tiersten et Stevens du résonateur à énergie piégée du type plan-convexe.

Le troisième chapitre a présenté la conception, la réalisation et les tests fonctionnels d'une structure résonante multi-électrodes (ME) fonctionnant en double-mode, pour la mesure compensée en température de la force. La sensibilité à la compression (ou traction) est expliquée par l'effet acousto-élastique. Le mémoire présente une méthode de dessin d'un jeu d'électrodes sur la surface d'un résonateur plan-convexe à énergie piégée opérant sur deux modes de cisaillement d'épaisseur (modes B et C). La particularité de ce capteur est que le quartz lui-même sert aussi comme sonde de température, et que les deux signaux sont isolés électriquement par des paires d'électrodes séparées. Cela a été possible par le choix de l'utilisation de modes anharmoniques au lieu des modes habituels. Les circuits électroniques sont ainsi simplifiés, et permettent l'utilisation de deux oscillateurs d'un schéma classique indépendants entre eux. Par le choix de la direction d'application de la force on obtient la séparation des deux sensibilités des modes et une précision maximale, un mode étant essentiellement sensible à la force et l'autre à la température.

Dans un premier temps, on a procédé au calcul de l'amplitude de vibration des modes anharmoniques à l'aide de la théorie de Stevens et Tiersten et de la théorie de Lewis. Le mémoire présente une série de spectres électriques et de topographies par diffraction de rayons X, nécessaires à l'évaluation des amplitudes de vibration des modes anharmoniques. Une fois le dessin des électrodes du résonateur optimisé conçu, les fonctions de transfert polynomiales du capteur ont été déterminées en vue de l'implémentation dans des algorithmes de conversion de bas niveaux (pour des microcontrôleurs par exemple).

Le quatrième chapitre intitulé « Séries d'investigations expérimentales des résonateurs thermosensibles miniaturisés en quartz (QT) et en orthophosphate de gallium (GT) » est essentiellement expérimental et reflète l'activité principale de l'auteur comme boursier dans le cadre du contrat Européen de recherche QxSens (G6RD-CT-2002-00648). Ces capteurs de température ont été conçus pour la mesure exacte de la température sur une large plage, surtout vers les températures cryogéniques, où les capteurs consacrés (carbone et Pt100 par exemple) n'offrent pas la précision souhaitée. L'étude a porté essentiellement sur le tracé des spectres électriques des résonateurs, les caractéristiques fréquence-température sur une plage allant de -195°C à $+125^{\circ}\text{C}$ et sur les topographies par rayon X des modes de vibration

Une grande partie des expériences a consisté à la recherche d'accidents possibles de type *activity-dip* dans la caractéristique de transfert température – fréquence. Un nombre de 10% des capteurs QT de type *strip* ont présentées de tels effets. Le phénomène est expliqué par le couplage entre le mode principal de cisaillement et des modes de flexion, qui arrive dans le cas de résonateurs de rapport largeur sur épaisseur (w/t) non-conforme aux valeurs prévues.

Les capteurs de température GT présentent la particularité d'utiliser comme matériau piézoélectrique l'orthophosphate de gallium qui est un matériau de synthèse récent et produit par AVL (en Autriche), présentant un facteur de couplage deux fois plus fort que celui du quartz, et qui en plus présente une transition de phase vers 970°C . Les capteurs QT ont une conception plus avancée, grâce à une conception miniaturisée sous forme de bande (*strip*) (LCEP Besançon) et à une technologie de fabrication minutieuse (AE-Lab ISSP-BAS Bulgarie). A l'heure actuelle les capteurs QT sont les plus petits résonateurs thermosensibles dans le monde (parmi ceux fonctionnant en mode de cisaillement d'épaisseur). Les perspectives d'implémentation des capteurs QT et GT dans des applications commerciales sont encourageantes.

Le dernier chapitre traite des aspects nécessaires à la conception des systèmes électroniques digitaux d'interface des capteurs piézoélectriques résonants et montre par un exemple les possibilités techniques de réalisation.

Au début, le chapitre présente des solutions de conception des oscillateurs pour les résonateurs QT et ME ; il faut savoir que les expériences antérieures ont été faites "en passif", dans des ponts de mesure en "PI". Les résonateurs QT peuvent fonctionner dans des oscillateurs commerciaux à portes logiques ; les capteurs ME demandent des schémas accordés en fréquence un peu plus avancés, mais pas critiques. Les résonateurs ME fonctionnent simultanément avec deux oscillateurs identiques (les valeurs des composants passifs des filtres diffèrent un peu) et électriquement isolées, leur intermodulation étant négligeable.

Le système de mesure est caractérisé par un bas coût et de bonnes performances; il permet d'interfacer les deux principaux types de capteurs présentés dans le mémoire : ME et QT. Il est aussi possible d'interfacer des capteurs GT sans intervenir au niveau programmation mais seulement par la configuration de la table d'étalonnage. Le système est à base de microcontrôleurs de moyenne gamme qui font le comptage des fréquences et déterminent la valeur de la température (à quatre décimales) et de la force (à deux décimales). Ces circuits peuvent être connectés dans un réseau de type maître – esclaves dont la connexion à l'ordinateur se fait par le port USB. La partie logicielle a été réalisée sous différents langages de programmation : langage d'assembleur, langage graphique LabView, langages visuels comme Delphi ou C#.NET. Cette partie de développement dans le cadre du mémoire de thèse met en évidence la simplicité d'interfaçage des capteurs piézoélectriques résonants.

Comme perspective d'évolution future, on pourrait citer le développement d'un capteur à électronique intégrée et sortie digitale pour la mesure compensée de force et température (ou pression et température), dont la construction du résonateur serait faite par usinage ultrasonore, ce qui permettrait des dimensions plus réduites et la réalisation de formes particulières optimisant la liaison du résonateur avec la partie exerçant (transmettant) la force à mesurer.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] R. J. Besson, J. J. Boy, B. Glotin, Y. Jinzaki, B. K. Sinha and M. Valdois, *A dual-mode thickness-shear quartz pressure sensor*, IEEE Trans. on U.F.F.C. p.548-591, (1993)
- [2] R. Bourquin, J.J. Boy, B. Dulmet, *SC-cut resonator with reduction of B-mode electrical response*, IEEE Int. Freq. Control Symp., p. 704-709, (1997)
- [3] R. Bourquin, B.Dulmet, *Force Sensitivity of trapped energy vibrations in a contoured resonator*, 41st Ann.Freq.Cont.Symp. p. 289-294, (1987)
- [4] B.Dulmet, R.Bourquin, N.Shibanova, *Frequency-output force sensor using a multimode doubly rotated quartz sensor*, Sensors and Actuators, A 48, p.109-116,(1995)
- [5] E. P. EerNisse, *Analysis of Thickness Modes of Contoured, DoublyRotated, Quartz resonators*, IEEE Trans. on U.F.F.C. p.1351-1361, (2001)
- [6] G. Genestier, *Application de la topographie par rayons X a l'etude des modes de vibration dans un resonateur a onde de volume*, These de doctorat, Université de Franche-Comté, Besançon (1982)
- [7] J. A. Lewis, *The effect of driving electrode shape on the electrical properties of piezoelectric crystals*, B.S.T.S. p.1259-1280, (1961)
- [8] J. M. Ratajski, *The force sensitivity of AT-cut crystals*, Proc 20th Ann.Freq. Symp NJ USA, p. 33-49 (1966)
- [9] B. K. Sinha, *Doubly Rotated Contoured Quartz Resonators*, IEEE Trans. on U.F.F.C. p.1162-1180, (2001)
- [10] D.S.Stevens, H.F.Tiersten, *An analysis of doubly rotated quartz resonators utilizing essentially thickness modes with transverse variation*, J.Acoust. Soc. Am., 79, p. 1811-1826, (1986)
- [11] J. Zelenka, *Piezoelectric Resonators and their Applications*, Czechoslovak Academy of Sciences, Prague (1986)
- [12] J.R. Vig and F.L. Walls, *A review of sensor sensitivity and stability*, IEEE Frequency Control Symposium, p. 30-33, (2000)

- [13] Y. Kim and J.R. Vig, *Experimental results on a quartz microresonator IR sensor*, IEEE Ultrasonics Symposium, p. 449-453 (1997)
- [14] W. Shockley, D. R. Curram, D. J. Koneval, *Energy trapping and related studies of multiple electrode filter crystals*, IEEE Frequency Control Symposium, p 88-126, (1963)
- [15] V. E. Bottom, *Introduction to Quartz Crystal Unit Design*, Van Nostrand Reinhold Company, p. 134-145 (1982)
- [16] A. Ballato, *Static and dynamic behaviour of quartz resonators*, IEEE Transactions on sonics and Ultrasonics vol. SU-26/no.4/ p.299-306 (1979)
- [17] R. Bechmann, *Frequency-temperature-angle characteristics of AT-type resonators made of natural and synthetic quartz*, Proc. IRE, vol.44, p.1600-1607, (1956)
- [18] R. Bechmann, A. D. Ballato, and T. J. Lukaszek, *Higher-order temperature coefficients of the elastic stiffness and compliances of alpha quartz*, "Proc. IRE., vol. 50, no. 8, pp.1812–1822, (1962).
- [19] C.A. Adams et. al., *X-Ray technology- A review*, 41th IEEE IFCS Proc., p. 249-257(1987)
- [20] A. Benjaminson, F. Rowland, *The development of the quartz resonator as a digital thermometer with a precision of 1×10^{-4}* , *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*, 4(1), Instrument Society of America, Pittsburgh, 701-708 (1972)
- [21] Bernard Dulmet, Lozan Spassov, Roger Bourquin, Alexandru Ivan, T. Angelov, Julian Lazarov, "*Design of New Miniature Resonant Temperature Sensor in NLC-cut of Quartz*", Proceedings to the 19th European Frequency and Time Forum EFTF, (2005)
- [22] I. A. Ivan, R. Bourquin, Gh. V. Cimpoca, "*Precise Temperature and Force Sensing with Quartz Thickness-Shear Resonators*", Proceedings to 51st IWK, Technische Universität Ilmenau, (2006)
- [23] R. Bourquin et. al., *Study of NLC-cut resonators by X-ray topography*, 16th EFTF Proc., p.D060-D063,(2002)
- [24] R. Bourquin, B.Dulmet, A.Ivan, J.P. Romand, *QxSens EC Project, P2 LCEP/ENSMM Mid Term Report*, (2003)
- [25] B. Dulmet et. al., *Investigations of activity-dips in thermo-sensitive quartz resonators at cryogenic temperature*, 15th EFTF Proc., p.79-83,(2001)
- [26] I. A. Ivan, R. Bourquin, B. Dulmet, "*Dual Mode, Multiple Electrodes Quartz Sensor*", Proceedings to the 2005 IEEE International Ultrasonics Symposium, p.1262-1265, (2005)
- [27] K. Haruta, W.J. Spencer, *X-Ray diffraction studies of vibrational modes*. IEEE IFCS Proc.
- [28] F. Krispel et. al., *Properties and applications of singlyrotated GaPO₄ resonators*, IEEE IFCS Proc., p.668-676, (2003)

- [29] I. Licea, *Fizica stării solide (Solid State Physics)*, Ed. Univ. din București, (1990)
- [30] L. Michalski, K. Eckersdorf, J. Kucharski, J. McGhee, *Temperature Measurement- Second Edition*, John Wiley & Sons Edition (2001)
- [31] C. Reiter et. al., *Crystal thermometer for temperatures up to 970 °C*, Sensors 2003 Proc. Nurnberg (2003)
- [32] L. Spassov et. al., *Investigations of electrical parameters and mode patterns of NLC quartz resonator at low temperature*, 18th EFTF Proc., p., (2004)
- [33] A. Thirard, *Etudes topographiques des vibrations de cisaillement d'épaisseur de résonateurs a quartz*, These de doctorat (1980)
- [34] T. Ueda, et. al. *Temperature sensor using a quartz tuning-fork resonator*, Proc . Tempmeko'96, 6th International Symposium on Temperature and Thermal Measurement in Industry and Science, Levrotto&Bella, Torino, 1255-1260 (1997)
- [35] R. Veltcheva, *Investigations of Temperature Sensors based on Thermosensitive Quartz Crystal Resonators – Summary of PhD Thesis*, Institute of Solid State Physics, Bulgarian Academy of Sciences, Sofia, (2003)
- [36] C.E. Wagner, R.A Young, *Amplitude distribution determination by an X-Ray diffraction technique*. IEEE IFCS Proc.
- [37] A. Ivan, R. Bourquin, B. Dulmet, *Investigations on Thermosensitive Resonators by X-Ray Topography*, 2nd International Symposium on Mechatronics, Microelectronics and New Materials, Targoviste (2004)
- [38] ***, *Publication and Proposed Revision of ANSI/IEEE Standard 176-1987: "ANSI/IEEE Standard on Piezoelectricity"*, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control - Vol. 43/5 (1996)
- [39] ***, *Standard definitions and methods of measurement for piezoelectric vibrators operating over the frequency range up to 30 MHz*, IEC-Publication 302 (1969)
- [40] ***, *Measurement of quartz crystal unit parameters by zero phase technique in a pi-network*, IEC 444-1,444-2 Standard, (1986)
- [41] ***, QxSens - 2nd year Annual Report, Partner2 ENSMM/LCEP, (2004)
- [42] R. Bourquin, B. Dulmet et G. Genestier, *Jumps in frequency temperature response of contoured resonators: an analysis performed with a perturbation model and X-ray patterns*, IEEE Ultrasonics Symposium, p.394-399 (1984)
- [43] B. Dulmet et F. Fichet, *Couplings of thickness vibrations in contoured resonators and their effect on frequency spectrum and frequency temperature behavior*, IEEE Ultrasonics Symposium, p.394-399 (1984)

- [44] G. A. Burnett, *Virtual Modes in AT-cut resonators*, IEEE International Frequency Control Symposium, p.152-161, (2002)
- [45] A.F.B. Wood and A. Seed, *Activity dips in AT-cut crystals*, IEEE Frequency Control Symp, p. 420-435 (1967)
- [46] R.C. Smythe, *Intermodulation in thickness shear resonators*, IEEE Frequency Control Symp, p.5-7, (1974)
- [47] A. Ballato and R. Tilton, *Ovenless activity-dip tester*, IEEE Frequency Control Symp, p. 102-107 (1977)
- [48] L. Raymond et.al. *Specification and measurement of the frequency versus temperature characteristics of crystal oscillators*, IEEE 43rd Annual Symposium on frequency Control, p.253-256 (1989)
- [49] M. Koyama, T. Uchida, *Study of analog type frequency- temperature characteristics measurement method for activity dips based on DLD jump*, IEEE International Frequency Control Symposium, p. 682-686, (1997)
- [50] E. Hafner, *I. Crystal Resonators*, IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, vol su-21, no.4 p. 220-237, (1974)
- [51] B. Dulmet, *Finite element analysis of activity-dips in BAW resonators and sensors*, IEEE International Frequency Control Symposium, p.179-190, (2002)
- [52] E.P. EerNisse, *Activity dips in FC-cut resonators from interaction with a modes at twice the frequency*, IEEE International Frequency Control Symposium, p. 331-333, (2000)
- [53] R. J. Matthys, *Crystal oscillator circuits*, Krieger Publishing Company, (1992)
- [54] Jan Axelson, *USB Complete – Everything you need to develop custom USB peripherals*. Third Edition, Lakeview Research LLV, (2005)
- [55] S. Katzen, *The Quintessential PIC Microcontroller*, Springer Verlag (2000)
- [56] ***, *PIC 18Fxxxx Data Sheet*, Microchip Technology, (2005)
- [57] ***, URL: <http://www.microchip.com> (lien “Application Notes”)
- [58] ***, URL: <http://www.piclist.com/techref> (exemples de code)
- [59] ***, URL: <http://www.ieee-uffc.org> (papiers UFFC)
- [60] ***, URL: <http://www.cmac.com/fcp/> (dispositifs piezoelectriques, TCXOs)
- [61] ***, URL: <http://www.honeywell.com> (capteurs divers)
- [62] ***, URL: <http://www.sensirion.com> (capteurs divers)
- [63] ***, URL: <http://www.ni.com> (LabView)

ANNEXES

ANNEXE A.1

Logiciels d'acquisition et/ou de traitement des données expérimentales

A) Lien de téléchargement des fichiers :

<http://solar.valahia.ro/A1.zip>

B) Macro VBA Excel qui trace automatiquement des spectres nécessaires à l'investigation des défauts de type *activity-dip*. Voir les figures 2.36 et 4.85 à 4.91.

```
Dim sro As String
Dim ro As Integer
Dim tempi As Double
Const cmaX = 64

Private Sub CommandButton1_Click()
    ActiveSheet.ChartObjects(1).Activate
    ActiveChart.Axes(xlValue).Select
    With ActiveChart.Axes(xlValue)
        .MinimumScale = 0
        .MaximumScale = 0.004
    End With
    For ro = 2 To cmaX
        Call graFic
    Next
End Sub

Private Sub CommandButton2_Click()
    ActiveSheet.ChartObjects(1).Activate
    ActiveChart.Axes(xlValue).Select
    With ActiveChart.Axes(xlValue)
        .MinimumScale = 0
        .MaximumScale = 0.004
    End With
    ro = Val(Cells(1, 1))
    ro = ro - 1
    If ro < 2 Then ro = 2
    Call graFic
End Sub

Private Sub CommandButton3_Click()
    ActiveSheet.ChartObjects(1).Activate
    ActiveChart.Axes(xlValue).Select
    With ActiveChart.Axes(xlValue)
        .MinimumScale = 0
        .MaximumScale = 0.004
    End With
    ro = Val(Cells(1, 1))
    ro = ro + 1
    If ro > cmaX Then ro = cmaX
    Call graFic
End Sub

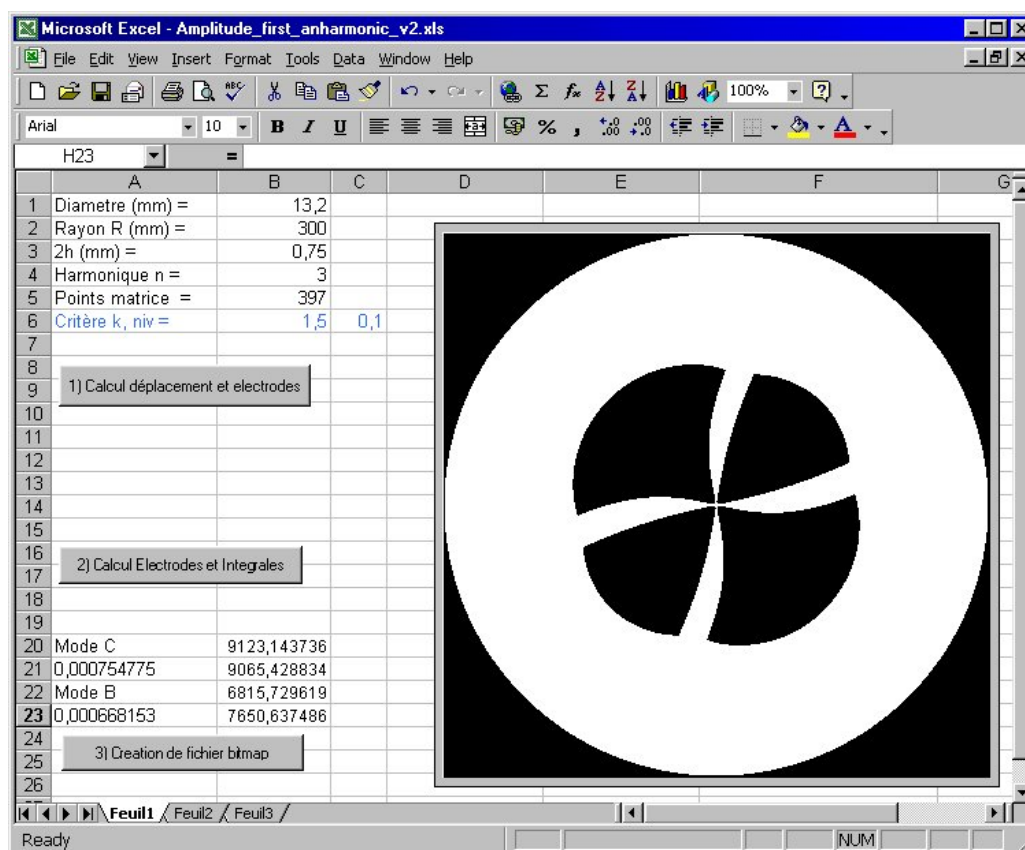
Sub graFic()
```

```
    sro = Trim(Str(ro))
    tempi = Int(100 * Cells(1, ro))
    tempe = Trim(Str(tempi / 100))
    ActiveChart.Shapes("Text Box 1").Select
    Selection.Characters.Text = "Temp= " & tempe & "°C (" & sro & ")"
    ActiveChart.SeriesCollection(1).Values = "=Feuil1!R2C" & sro & ":R501C" & sro
Cells(1, 1) = sro
    PauseTime = 0.5    ' Définit la durée.
    Start = Timer      ' Définit le début.
    Do While Timer < Start + PauseTime
        DoEvents      ' Donne le contrôle à d'autres processus
    Loop
End Sub
```

ANNEXE A.2

Logiciel pour la génération de la forme des électrodes des capteurs ME

A) Le fichier Excel



B) La macro VBA associée au fichier Excel

'Amplitude_first_anharmonic_v2.xls

```
Private X1, X3, X1p, X3p, iC, iB As Integer
Private d, np, k, niv, n, r, h As Double
Private uC301, uC310 As Double
Private uB301, uB310, Tmp, anC, anB As Double
Dim xx, xy, xw, xz, Temp, TempPar As String
```

```
Dim a As String
Dim constTB As Long
```

```
Const alphaC3 = 652790
Const betaC3 = 602110
Const alphaB3 = 628860
Const betaB3 = 877560
Const IntcondC = 1
Const IntcondB = 1
```

```
Const phiC = 0.83766 '48 deg
```

Const phiB = 0.75049 '43 deg

Private Sub CommandButton1_Click() ' Calcul déplacement et electrodes

```
Temp = 0
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donC301.dat" For Output As #1
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donC310.dat" For Output As #2
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donB301.dat" For Output As #3
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donB310.dat" For Output As #4
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donTemp.dat" For Output As #5
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donTempPar.dat" For Output As #7

ActiveSheet.Select
i = 1
d = CDBl(Cells(1, 2)) / 1000
r = CDBl(Cells(2, 2)) / 1000
h = CDBl(Cells(3, 2)) / 1000
n = CDBl(Cells(4, 2))
np = CDBl(Cells(5, 2))
k = CDBl(Cells(6, 2))
niv = CDBl(Cells(6, 3))

Cells(7, 1) = "Calcul en cours..."

For X3 = (d / 2) To (-d / 2) Step (-d / np)
xx = ""
xy = ""
xw = ""
xz = ""
Temp = ""
TempPar = ""
For X1 = (-d / 2) To (d / 2) Step (d / np)

If X3 * X3 + X1 * X1 <= d * d / 4 Then

X1p = X1 * Cos(phiC) + X3 * Sin(phiC) 'rotation mode C
X3p = -X1 * Sin(phiC) + X3 * Cos(phiC)

uC301 = 2 * Sqr(betaC3) * X3p * Exp(-0.5 * (alphaC3 * X1p * X1p + betaC3 * X3p * X3p))
uC310 = 2 * Sqr(alphaC3) * X1p * Exp(-0.5 * (alphaC3 * X1p * X1p + betaC3 * X3p * X3p))

X1p = X1 * Cos(phiB) + X3 * Sin(phiB) 'rotation mode B
X3p = -X1 * Sin(phiB) + X3 * Cos(phiB)

uB301 = 2 * Sqr(betaB3) * X3p * Exp(-0.5 * (alphaB3 * X1p * X1p + betaB3 * X3p * X3p))
uB310 = 2 * Sqr(alphaB3) * X1p * Exp(-0.5 * (alphaB3 * X1p * X1p + betaB3 * X3p * X3p))

'Cells(i, 4) = X1
'Cells(i, 5) = X3
'Cells(i, 6) = uC301
'Cells(i, 7) = uC310
'Cells(i, 8) = uB301
'Cells(i, 9) = uB310

xx = xx & Str(uC301) & vbTab
xy = xy & Str(uC310) & vbTab
xw = xw & Str(uB301) & vbTab
xz = xz & Str(uB310) & vbTab

'Temp = Temp & Str(Abs(uC310) - Abs(uB301)) & vbTab

If Abs(uC301) > Abs(k * uB310) Then
If Abs(uC301) > niv Then
Tmp = 4
Else
Tmp = 1
End If
Else
If Abs(uB310) > Abs(k * uC301) Then
If Abs(uB310) > niv Then
Tmp = 3
Else
Tmp = 1
End If
Else
Tmp = 1
End If
```

```
        End If
    End If
    Temp = Temp & Str(Tmp) & vbTab
    TempPar = TempPar & Trim(Str(Tmp))

    i = i + 1
Else

    xx = xx & vbTab
    xy = xy & vbTab
    xw = xw & vbTab
    xz = xz & vbTab
    Temp = Temp & vbTab
    TempPar = TempPar & "0"

End If

Next X1

Write #1, xx
Write #2, xy
Write #3, xw
Write #4, xz
Write #5, Temp
Write #7, TempPar
DoEvents

Next X3

Close #1
Close #2
Close #3
Close #4
Close #5
Close #7

Cells(7, 1) = ""

End Sub

Private Sub CommandButton2_Click() ' Calcul Electrodes et Integrales
Dim stepP, sigmaCs, sigmaCj, sigmaBs, sigmaBj As Double
Dim elec(1 To 1000, 1 To 1000) As Integer
Dim MyString As String

ActiveSheet.Select
i = 1
d = CDBl(Cells(1, 2)) / 1000
r = CDBl(Cells(2, 2)) / 1000
h = CDBl(Cells(3, 2)) / 1000
n = CDBl(Cells(4, 2))
np = CDBl(Cells(5, 2))
npp = CDBl(Cells(6, 2))

Cells(7, 1) = "Calcul en cours..."

stepP = d / np
anC = 0
anB = 0
sigmaCs = 0
sigmaCj = 0
sigmaBs = 0
sigmaBj = 0

Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donTempPar.dat" For Input As #6
Do While Not EOF(6) ' la fin du fichier?
    Input #6, MyString
    For j = 1 To Len(MyString) ' i est X3, j est X1
        elec(i, j) = Mid(MyString, j, 1)
    Next j

```

```
i = i + 1
Loop
Close #6

i = 0

For X3 = (d / 2) To (-d / 2) Step (-stepP)
i = i + 1
j = 0

For X1 = (-d / 2) To (d / 2) Step (stepP)
j = j + 1

If X3 * X3 + X1 * X1 <= d * d / 4 Then

X1p = X1 * Cos(phiC) + X3 * Sin(phiC) 'rotation mode C
X3p = -X1 * Sin(phiC) + X3 * Cos(phiC)

uC301 = 2 * Sqr(betaC3) * X3p * Exp(-0.5 * (alphaC3 * X1p * X1p + betaC3 * X3p * X3p))

X1p = X1 * Cos(phiB) + X3 * Sin(phiB) 'rotation mode B
X3p = -X1 * Sin(phiB) + X3 * Cos(phiB)

uB310 = 2 * Sqr(alphaB3) * X1p * Exp(-0.5 * (alphaB3 * X1p * X1p + betaB3 * X3p * X3p))

sigmaCj = sigmaCj + uC301 * uC301
sigmaBj = sigmaBj + uB310 * uB310

If elec(i, j) = 4 Then sigmaCs = sigmaCs + Abs(uC301)
If elec(i, j) = 3 Then sigmaBs = sigmaBs + Abs(uB310)

End If
Next X1
DoEvents
Next X3

anC = IntcondC * h * sigmaCs / sigmaCj
anB = IntcondB * h * sigmaBs / sigmaBj

Cells(20, 2) = sigmaCs
Cells(21, 2) = sigmaCj
Cells(22, 2) = sigmaBs
Cells(23, 2) = sigmaBj
Cells(21, 1) = anC
Cells(23, 1) = anB

Cells(7, 1) = ""

End Sub
```

Private Sub CommandButton3_Click() ' Creation de fichier bitmap

```
Dim elec(1 To 1000, 1 To 1000) As Integer

Cells(7, 1) = "Calcul en cours..."

Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donTempPar.dat" For Input As #6

i = 1
Do While Not EOF(6) ' Vérifie si la fin du fichier
Input #6, MyString
For j = 1 To Len(MyString) ' i est x3, j est X1
elec(i, j) = Mid(MyString, j, 1)
Next j
i = i + 1
Loop
Close #6

f = FreeFile
a = Space(FileLen("d:\aivan2\multielectrode_design\TempBlanc.bmp"))
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\TempBlanc.bmp" For Binary As #f
Get #f, , a
Close #f
```

```
constTB = FileLen("d:\aivan2\multielectrode_design\TempBlanc.bmp")

For i = 1 To 399
For j = 1 To 399

If elec(i, j) = 3 Or elec(i, j) = 4 Or elec(i, j) = 0 Then
seta i, j 'X3 , X1
End If
Next j
DoEvents
Next i

f = FreeFile
Open "d:\aivan2\multielectrode_design\donTempPar.bmp" For Binary As #f
Put #f, , a
Close #f

Image1.Picture = LoadPicture("d:\aivan2\multielectrode_design\donTempPar.bmp")
Cells(7, 1) = ""

End Sub

Sub seta(x, y)

by = CLng(constTB - 52 * (x + 1) + y \ 8) + 1
bi = 7 - y Mod 8
v = Not (2 ^ bi)
If v < 0 Then
v = v + 256
End If
Mid(a, by, 1) = Chr(Asc(Mid(a, by, 1)) And v)

End Sub
```

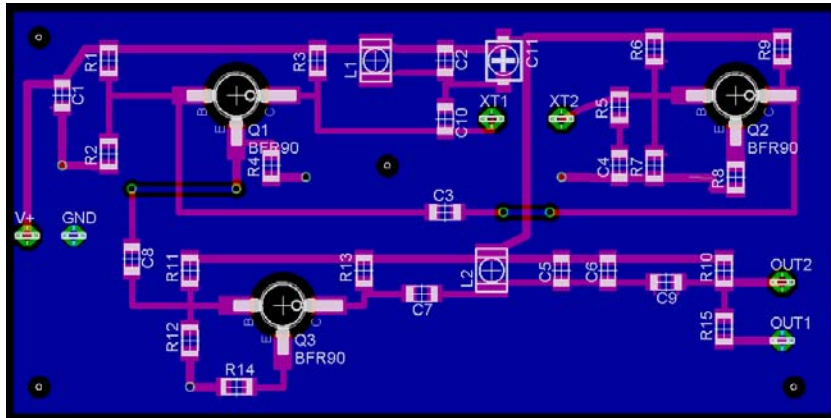
C) Lien de téléchargement du fichier Excel :

<http://solar.valahia.ro/A2.zip>

ANNEXE A.3

Typons des circuits électroniques imprimés

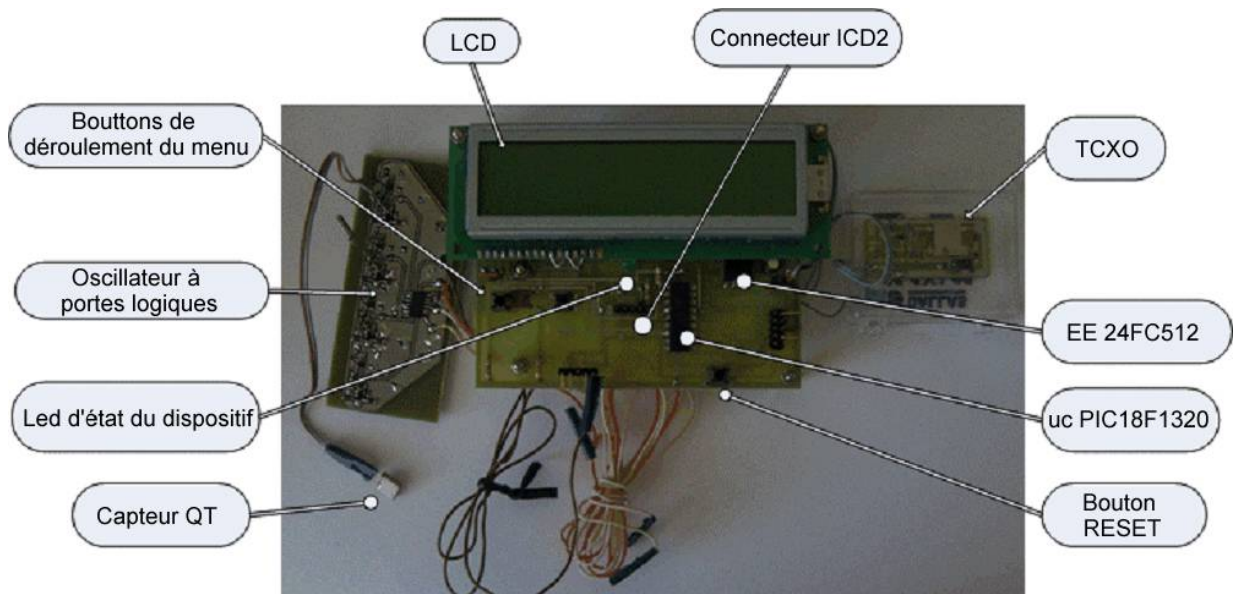
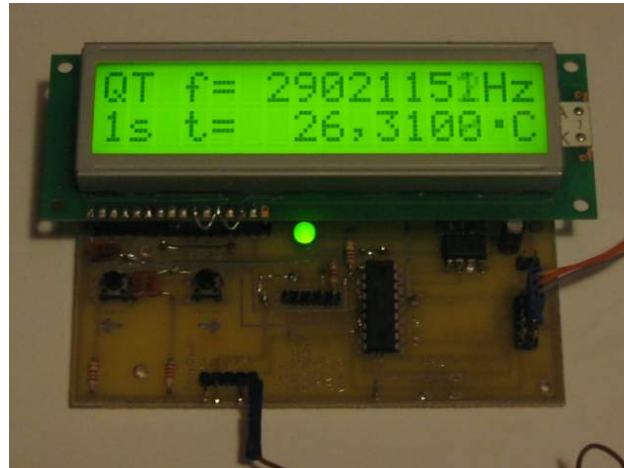
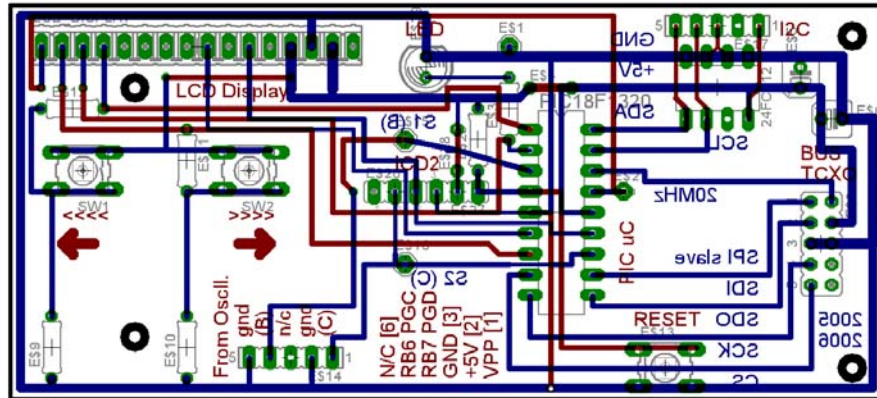
A) L'oscillateur Collpits à transistors pour le capteur ME.



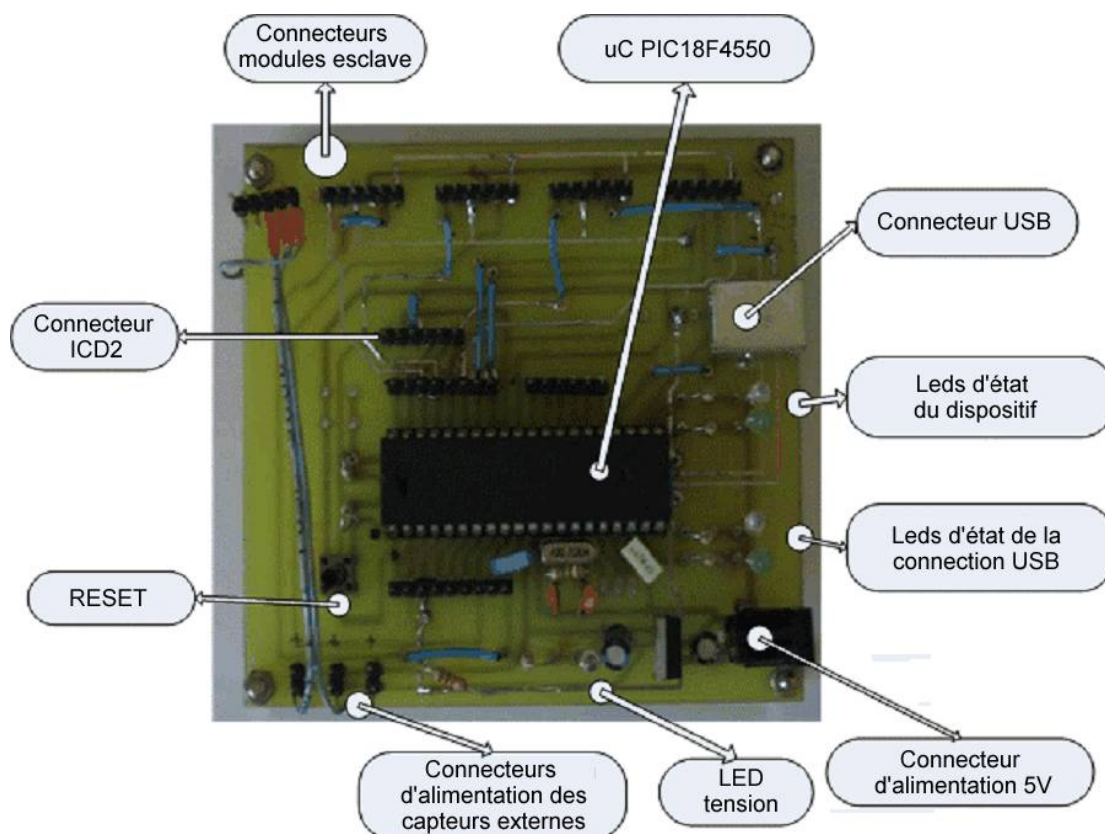
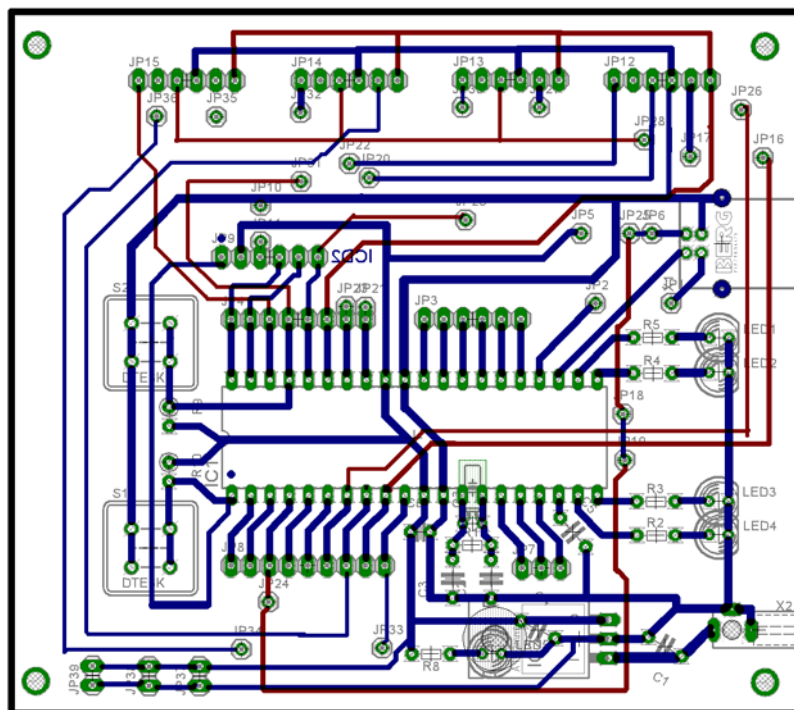
Valeurs des composants électroniques :

Q1, Q2, Q3 : BFR91 (ou BFR90).	R15 : 100K
R1, R11 : 42,2K	L1, L2 : 2,2 uH
R2, R12 : 17,8 K	C1 : 0,33uF
R3, R13 : 2,4 K	C2 : 150 pF
R4, R14, R9 : 1,1 K	C4 : 2,2 nF
R5 : 2K	C5 + C6 : 150 à 190 pF selon mode
R6 : 44,2 K	C3, C7, C10 : 33nF
R7 : 10,5 K	C8 : 3,3 nF
R8 : 0,11K	C9 : 12nF
R10 : 150K	C11 : 40 pF variable

B) Le circuit d'acquisition à microcontrôleur (esclave)



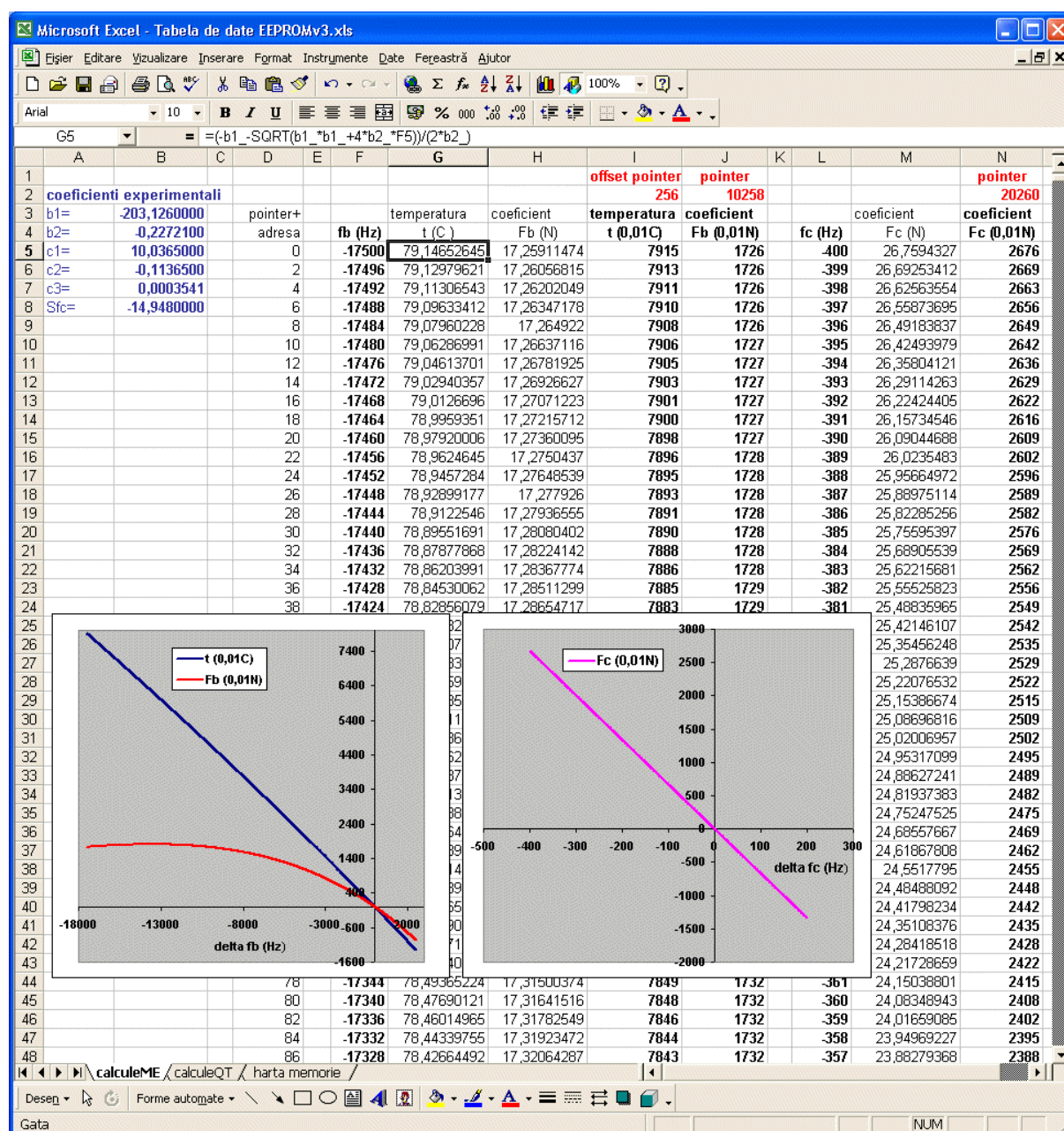
C) Le circuit à connexion USB (maître)



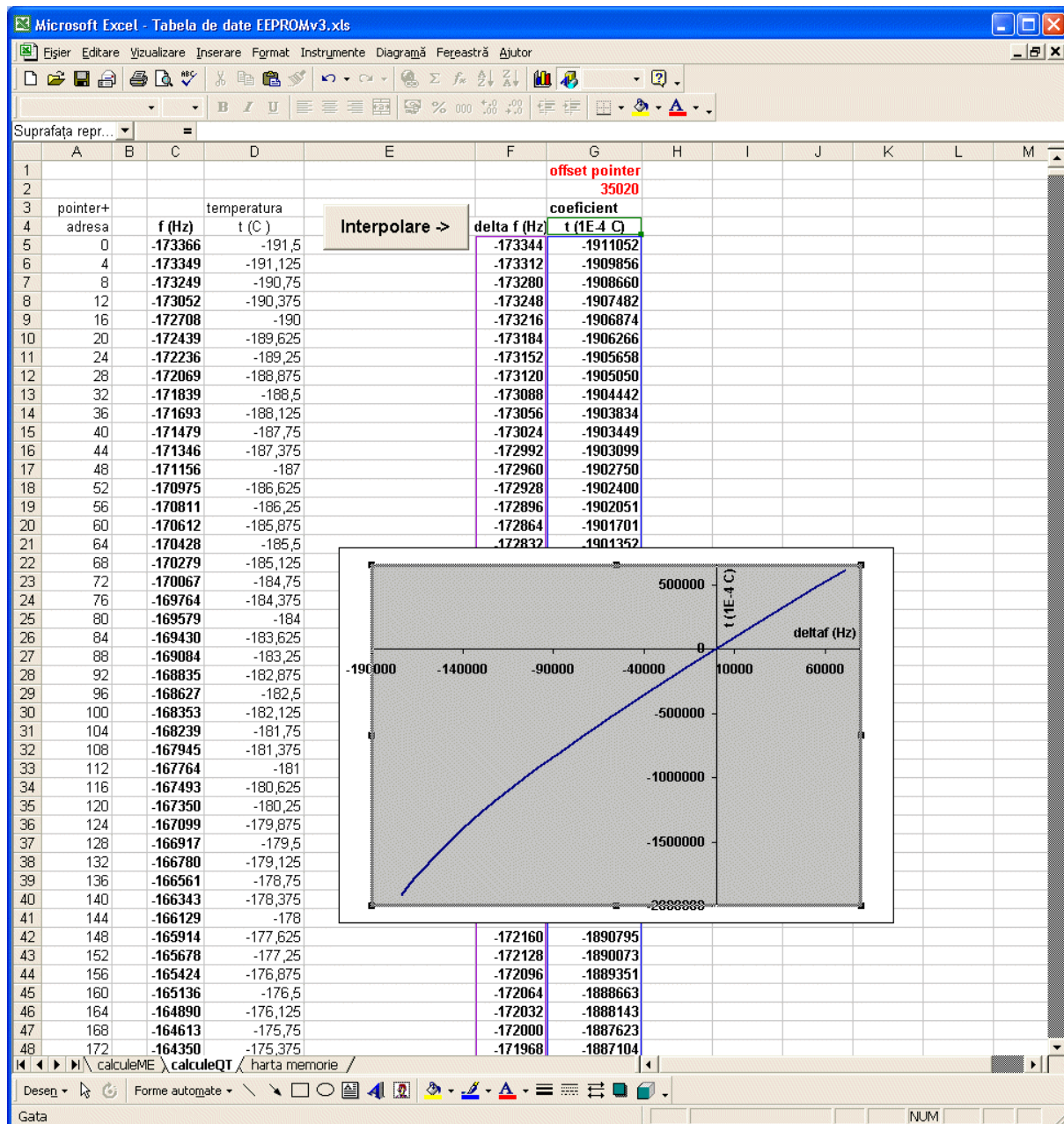
ANNEXE A.4

Tables d'étalonnage des capteurs QT et ME

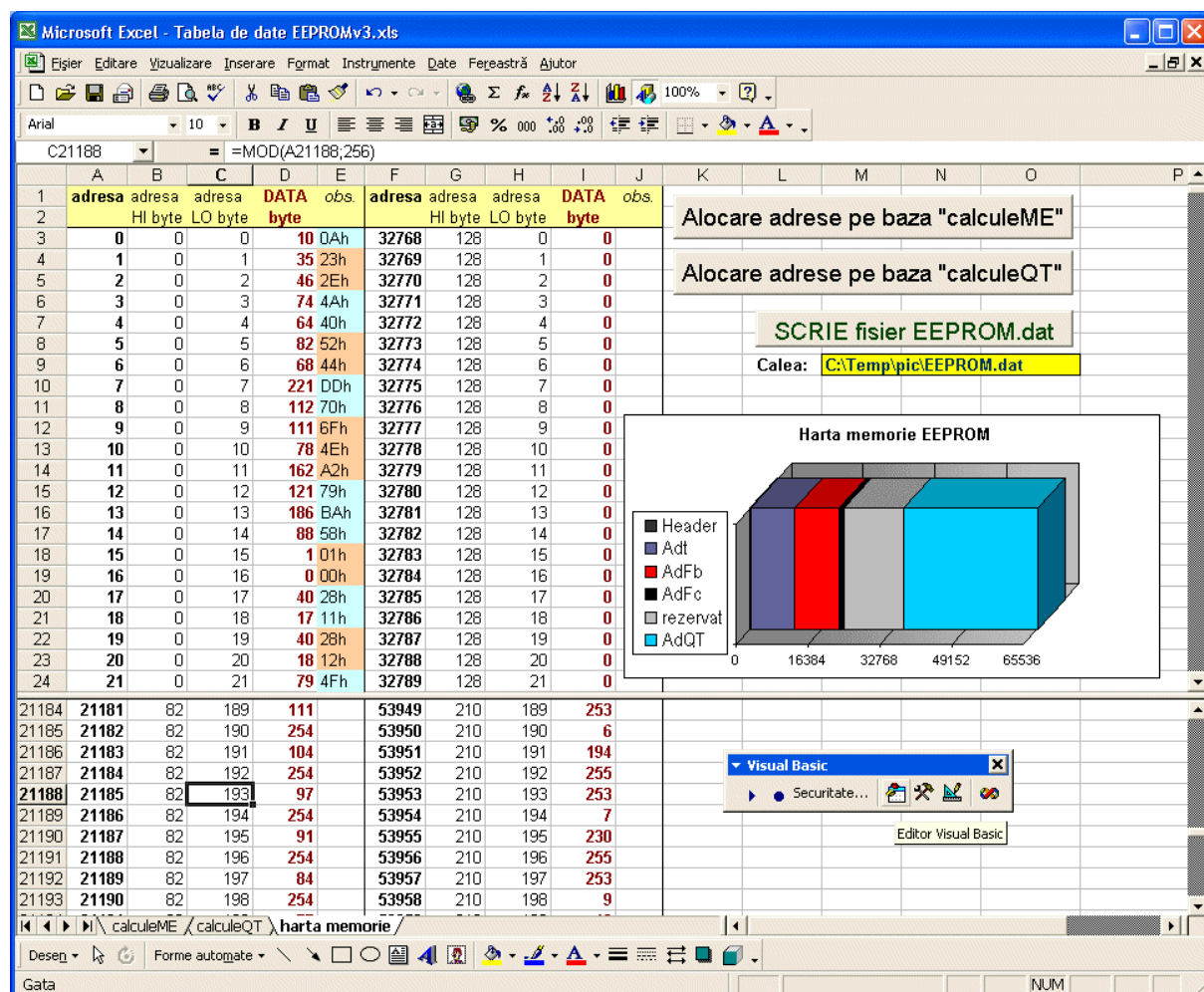
A) Feuille Excel pour le capteur ME (MultiElectrode). Le tableau de données est obtenu à base des formules et des coefficients expérimentaux du chapitre III et V



B) Feuille Excel pour la caractéristique de transfert du capteur QT. Au moyen de l'interpolation linéaire d'une caractéristique expérimentale generale on sort un tableau où les valeurs de la fréquence sont multiples de 32 Hz.



C) La table EEPROM finale



D) Source de la Macro VBA du fichier Excel d'étalonnage

```
Private Sub Interpolare_Click()
```

```
Dim i, j As Long
```

```
Dim f, t, fmin, fmax, tmin, tmax As Double
```

```
pointer = Sheets("calculeQT").Cells(2, 7).Value
```

```
i = 5
```

```
k = 5
```

```
While (Sheets("calculeQT").Cells(i, 3).Value <> "") And (Sheets("calculeQT"). _  
Cells(i + 1, 3).Value <> "")  
fmin = CDec(Cells(i, 3).Value)  
fmax = CDec(Cells(i + 1, 3).Value)  
tmin = CDec(Cells(i, 4).Value)  
tmax = CDec(Cells(i + 1, 4).Value)
```

```
f = Int(fmin / 32) * 32
```

```
Nouf:
```

```
f = f + 32 ' in ordinea crescatoare a frecventei  
If f >= fmax Then GoTo Gataf
```

```
t = tmin + (tmax - tmin) * (f - fmin) / (fmax - fmin)
Cells(k, 6).Value = f ' frecventa
Cells(k, 7).Value = Int(t * 10000) ' temperatura in 1E-04 C
k = k + 1
GoTo Nouf
```

```
Gataf:
i = i + 1
Wend
```

```
End Sub
```

```
Private Sub AlocME_Click()
```

```
For i = 3 To 30000
Cells(i, 4).Value = ""
Next i
```

```
pointer = Sheets("calculME").Cells(2, 9).Value
For i = 5 To 5005
If Sheets("calculME").Cells(i, 9).Value >= 0 Then
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int(Sheets("calculME ").Cells(i, 9). _
Value / 256) ' octetul HI"
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = Sheets("calculME").Cells(i, 9).Value _
Mod 256 ' octetul LO
Else 'negativ complement fata de 2 (aduna cu 10000h)
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int((Sheets("calculME").Cells(i, 9).Value _
+ 65536) / 256) ' octetul HI
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = (Sheets("calculME").Cells(i, 9).Value _
+ 65536) Mod 256 ' octetul LO
End If
Next i
```

```
pointer = Sheets("calculME").Cells(2, 10).Value
For i = 5 To 5005 ' domeniu
If Sheets("calculME").Cells(i, 10).Value >= 0 Then
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int(Sheets("calculME").Cells(i, 10).Value _
/ 256)
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = Sheets("calculME").Cells(i, 10).Value Mod 256
Else 'negativ complement fata de 2
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int((Sheets("calculME").Cells(i, 10).Value _
+ 65536) / 256)
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = (Sheets("calculME").Cells(i, 10).Value _
+ 65536) Mod 256
End If
Next i
```

```
pointer = Sheets("calculME").Cells(2, 14).Value
For i = 5 To 605
If Sheets("calculME").Cells(i, 14).Value >= 0 Then
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int(Sheets("calculME").Cells(i, 14).Value _
/ 256)
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = Sheets("calculME").Cells(i, 14).Value Mod 256
Else 'negativ complement fata de 2
Cells(pointer + 2 * i - 2 - 5, 4).Value = Int((Sheets("calculME").Cells(i, 14).Value _
+ 65536) / 256)
Cells(pointer + 2 * i - 1 - 5, 4).Value = (Sheets("calculME").Cells(i, 14).Value + 65536) Mod
256
End If
Next i

End Sub
```

```
Private Sub AlocQT_Click()
```

```
pointer = Sheets("calculQT").Cells(2, 7).Value
```

```
For i = 5 To 7633 ' domeniu
adr = pointer + 4 * i - 17 - 32768 ' coloana dreapta
If Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value >= 0 Then
Cells(adr, 9).Value = 0
Cells(adr + 1, 9).Value = Int(Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value / 65536)
```

```
Cells(adr + 2, 9).Value = Int((Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value Mod 65536) / 256)
Cells(adr + 3, 9).Value = Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value Mod 256
Else 'negativ complement fata de 2
Cells(adr, 9).Value = 255
Cells(adr + 1, 9).Value = Int((Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value + 16777216) / 65536)
Cells(adr + 2, 9).Value = Int(((Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value + 16777216) Mod _ 65536)
/ 256)
Cells(adr + 3, 9).Value = (Sheets("calculQT").Cells(i, 7).Value + 16777216) Mod 256
End If
Next i

End Sub

Private Sub wree_Click()

Open Cells(9, 13).Value For Output As #6

For i = 0 To 32767
Write #6, Val(Cells(i + 3, 4).Value)
Next i

For i = 0 To 32767 '+32768 - coloana dreapta
Write #6, Val(Cells(i + 3, 9).Value)
Next i

Close #6

End Sub
```

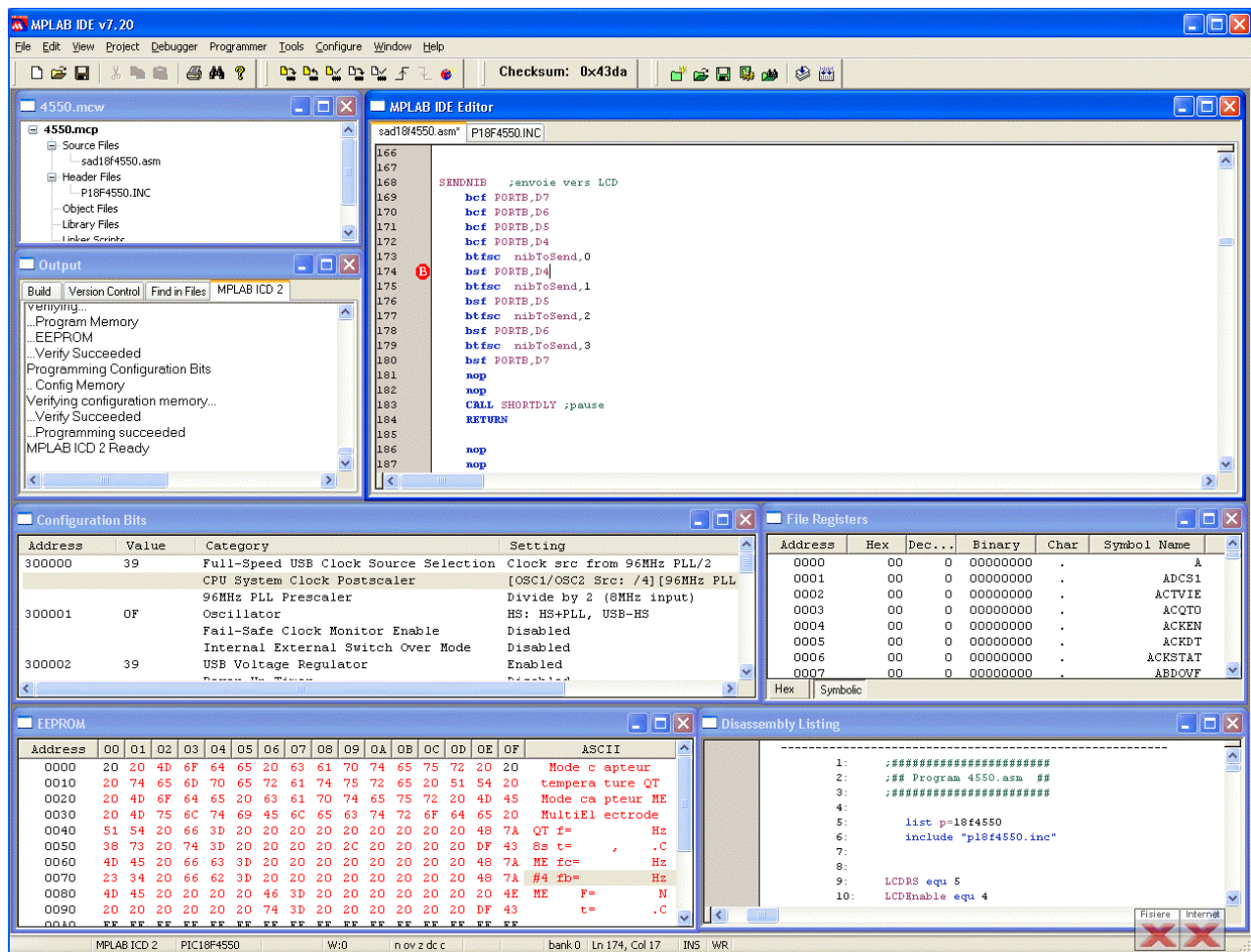
E) Lien de téléchargement du fichier d'étalonnage Excel :

<http://solar.valahia.ro/A4.zip>

ANNEXE A.5

Liste des programmes ASM et VI pour l'interfaçage des capteurs QT et ME

A) Capture d'écran de l'application MPLAB IDE



B) Liste des fichiers du projet ASM (dispositif esclave)

No.	Fichier	Description	Références
1	sad18f1320.asm	Fichier source principal. Fait le comptage des fréquences d'entrée, les conversions mathématiques par moyens d'interpolation, l'affichage des grandeurs de sortie sur le LCD, maîtrise l'interface de communication (bus)	---
2	P18F1320.inc	Fichier "include", déclaration de variables système, à ajouter obligatoirement	Inclus dans l'application « MPLAB IDE » (v7.20)

3	p18f1220_i2c.inc	Fichier contenant les routines de base de communication avec les mémoires EEPROM via l'interface I ² C	Microchip Application Note « Interfacing I ² C™ Serial EEPROMs to PIC18 Devices » (AN979)
4	MATH16.inc	Fichier "include", déclaration de variables pour les routines mathématiques	Microchip Application Note « Fixed Point Routines » (AN617)
5	FXDivision26.A16	Fichier contenant les routines de division mathématique en virgule fixe.	Microchip Application Note « Fixed Point Routines » (AN617)
6	PIC_EE_LCD_fr.MCH ou PIC_EE_LCD_en.MCH	Fichiers type tableau, contient les chaînes de caractères ASCII pour l'affichage au LCD	---

C) Liste des instructions en langage d'assembleur de la famille PIC18F – extraite de la référence [56]:

TABLE 20-1: PIC18FXXX INSTRUCTION SET

Mnemonic, Operands	Description	Cycles	Mnemonic, Operands	Description	Cycles
BYTE-ORIENTED FILE REGISTER OPERATIONS			CONTROL OPERATIONS		
ADDWF f, d, a	Add WREG and f	1	BC n	Branch if Carry	1 (2)
ADDWFC f, d, a	Add WREG and Carry bit to f	1	BN n	Branch if Negative	1 (2)
ANDWF f, d, a	AND WREG with f	1	BNC n	Branch if Not Carry	1 (2)
CLRF f, a	Clear f	1	BNN n	Branch if Not Negative	1 (2)
COMF f, d, a	Complement f	1	BNOV n	Branch if Not Overflow	1 (2)
CPFSEQ f, a	Compare f with WREG, skip =	1 (2 or 3)	BNZ n	Branch if Not Zero	1 (2)
CPFSGT f, a	Compare f with WREG, skip >	1 (2 or 3)	BOV n	Branch if Overflow	1 (2)
CPFSLT f, a	Compare f with WREG, skip <	1 (2 or 3)	BRA n	Branch Unconditionally	2
DECF f, d, a	Decrement f	1	BZ n	Branch if Zero	1 (2)
DECFSZ f, d, a	Decrement f, Skip if 0	1 (2 or 3)	CALL n, s	Call subroutine 1st word 2nd word	2
DCFSNZ f, d, a	Decrement f, Skip if Not 0	1 (2 or 3)	CLRWDT —	Clear Watchdog Timer	1
INCF f, d, a	Increment f	1	DAW —	Decimal Adjust WREG	1
INCFSZ f, d, a	Increment f, Skip if 0	1 (2 or 3)	GOTO n	Go to address 1st word 2nd word	2
INFSNZ f, d, a	Increment f, Skip if Not 0	1 (2 or 3)	NOP —	No Operation	1
IORWF f, d, a	Inclusive OR WREG with f	1	NOP —	No Operation	1
MOVF f, d, a	Move f	1	POP —	Pop top of return stack (TOS)	1
MOVFF f _s , f _d	Move f _s (source) to f _d (destination) 1st word 2nd word	2	PUSH —	Push top of return stack (TOS)	1
MOVWF f, a	Move WREG to f	1	RCALL n	Relative Call	2
MULWF f, a	Multiply WREG with f	1	RESET	Software device Reset	1
NEGF f, a	Negate f	1	RETFIE s	Return from interrupt enable	2
RLCF f, d, a	Rotate Left f through Carry	1			
RLNCF f, d, a	Rotate Left f (No Carry)	1			
RRCF f, d, a	Rotate Right f through Carry	1			
RRNCF f, d, a	Rotate Right f (No Carry)	1	RETLW k	Return with literal in WREG	2
SETF f, a	Set f	1	RETURN s	Return from Subroutine	2
SUBFWB f, d, a	Subtract f from WREG with borrow	1	SLEEP —	Go into Standby mode	1
SUBWF f, d, a	Subtract WREG from f	1			
SUBWFB f, d, a	Subtract WREG from f with borrow	1			
SWAPF f, d, a	Swap nibbles in f	1			
TSTFSZ f, a	Test f, skip if 0	1 (2 or 3)			
XORWF f, d, a	Exclusive OR WREG with f	1			
BIT-ORIENTED FILE REGISTER OPERATIONS			LITERAL OPERATIONS		
BCF f, b, a	Bit Clear f	1	ADDLW k	Add literal and WREG	1
BSF f, b, a	Bit Set f	1	ANDLW k	AND literal with WREG	1
BTFSC f, b, a	Bit Test f, Skip if Clear	1 (2 or 3)	IORLW k	Inclusive OR literal with WREG	1
BTFSS f, b, a	Bit Test f, Skip if Set	1 (2 or 3)	LFSR f, k	Move literal (12-bit) 2nd word to FSRx 1st word	2
BTG f, d, a	Bit Toggle f	1	MOVLB k	Move literal to BSR<3:0>	1
			MOVLW k	Move literal to WREG	1
			MULLW k	Multiply literal with WREG	1
			RETLW k	Return with literal in WREG	2
			SUBLW k	Subtract WREG from literal	1
			XORLW k	Exclusive OR literal with WREG	1
			DATA MEMORY ↔ PROGRAM MEMORY OPERATIONS		
			TBLRD*	Table read	2
			TBLRD*+	Table read with post-increment	
			TBLRD*-	Table read with post-decrement	

D) Chaînes de caractères ASCII sauvegardées dans la mémoire EEPROM du microcontrôleur

PIC_EE_LCD_fr.MCH - eeprom file - Français

Address	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09	0A	0B	0C	0D	0E	0F	ASCII
0000	49	6E	69	74	69	61	6C	69	73	61	74	69	6F	6E	2E	2E	Initialisation..
0010	41	64	72	65	73	73	65	3A	20	23	20	68	20	20	20	20	Adresse: # h
0020	20	20	4D	6F	64	65	20	63	61	70	74	65	75	72	20	20	Mode capteur
0030	20	74	65	6D	70	65	72	61	74	75	72	65	20	51	54	20	temperature QT
0040	20	4D	6F	64	65	20	63	61	70	74	65	75	72	20	4D	45	Mode capteur ME
0050	20	4D	75	6C	74	69	45	6C	65	63	74	72	6F	64	65	20	MultiElectrode
0060	51	54	20	66	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	QT f= Hz
0070	20	73	20	74	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	20	DF	43	s t= .C
0080	4D	45	20	66	63	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	ME fc= Hz
0090	20	73	20	66	62	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	s fb= Hz
00A0	4D	45	20	20	20	20	46	3D	20	20	20	20	20	20	20	4E	ME F= N
00B0	20	73	20	20	20	20	74	3D	20	20	20	20	20	20	DF	43	s t= .C
00C0	43	6F	6D	70	74	61	67	65	20	61	72	72	65	74	65	2E	Comptage arrete.
00D0	41	64	72	65	73	73	65	3A	20	23	20	68	2E	20	20	20	Adresse: # h.
00E0	43	6F	6D	6D	75	6E	69	63	61	74	69	6F	6E	20	65	6E	Communication en
00F0	63	6F	75	72	73	2C	70	61	74	69	65	6E	74	65	7A	21	cours,patientez!

PIC_EE_LCD_en.MCH - eeprom file - version en Anglais

Address	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09	0A	0B	0C	0D	0E	0F	ASCII
0000	49	6E	69	74	69	61	6C	69	73	69	6E	67	20	64	65	76	Initialising dev
0010	41	64	64	72	65	73	73	3A	20	23	20	68	20	20	20	20	Address: # h
0020	20	20	54	65	6D	70	65	72	61	74	75	72	65	20	20	20	Temperature
0030	20	51	54	20	73	65	6E	73	6F	72	20	6D	6F	64	65	20	QT sensor mode
0040	20	4D	75	6C	74	69	45	6C	65	63	74	72	6F	64	65	20	MultiElectrode
0050	20	4D	45	20	73	65	6E	73	6F	72	20	6D	6F	64	65	20	ME sensor mode
0060	51	54	20	66	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	QT f= Hz
0070	20	73	20	74	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	20	DF	43	s t= .C
0080	4D	45	20	66	63	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	ME fc= Hz
0090	20	73	20	66	62	3D	20	20	20	20	20	20	20	20	48	7A	s fb= Hz
00A0	4D	45	20	20	20	20	46	3D	20	20	20	20	20	20	20	4E	ME F= N
00B0	20	73	20	20	20	20	74	3D	20	20	20	20	20	20	DF	43	s t= .C
00C0	43	6F	75	6E	74	69	6E	67	20	73	74	6F	70	70	65	64	Counting stopped
00D0	41	64	64	72	65	73	73	3A	20	23	20	68	2E	20	20	20	Address: # h.
00E0	43	6F	6D	6D	75	6E	69	63	61	74	69	6F	6E	20	69	6E	Communication in
00F0	70	72	6F	67	72	65	73	73	2C	20	61	77	61	69	74	21	progress, await!

E) Lien de téléchargement du projet ASM :

<http://solar.valahia.ro/A51.zip>

F) Lien de téléchargement des logiciels LabView :

<http://solar.valahia.ro/A52.zip>

G) Liste des logiciels LabView de configuration ou d'acquisition de données et le protocole associé d'échange de données avec le dispositif esclave:

No.	Fichier « vi »	Protocole de communication :	Description
1	18F1320_Acknowledge.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confAck equ b'00000000' ; acknowledge device instruction</pre>	Le dispositif répond avec son Code d'Adresse (0h - Fh) S'utilise afin de vérifier si le dispositif est connecte physiquement.
2	18F1320_Reset.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confReset equ b'00001111' ; reset device instruction</pre>	Appelle la réinitialisation software du dispositif. Nécessaire après l'écriture en EEPROM afin de charger dans les registres de mémoire les nouveaux paramètres.
3	18F1320_Count_Stop.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confCntStp equ b'00000111' ; stop counters instruction</pre>	Arrête éventuellement tout comptage en cours et redonne le contrôle local. Affiche le message : « Comptage arrête »
4	18F1320_Write_CommPrgrs.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confComPrg equ b'00001100' ; display "Communication in progress"</pre>	Arrête le comptage local et écrit sur l'affichage le message : « Communication en cours, patientez ! » S'utilise lorsque le dispositif est occupe par un échange de données.
5	18F1320_Byte_WR_EE.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confWrEE equ b'00000010' ; write byte to I2C EEPROM instruction</pre>	Ecrit un octet de données dans la mémoire EEPROM I2C du circuit. La plage d'adresses se situe entre 0000h et FFFFh.
6	18F1320_Block_WR_EE.vi	Sous-vi appeles : 18F1320_Write_CommPrgrs.vi, 18F1320_Byte_WR_EE.vi, 18F1320_Count_Stop.vi.	Ecrit un fichier de données (format ASCII, un octet sur chaque ligne) dans la mémoire EEPROM I2C du circuit, à partir d'une adresse de base. Utilisé pour télécharger les tableaux de paramètres (eeprom.dat).

7	18F1320_Byte_RD_EE.vi	Diagramme de temps : Adresse EEPROM Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confRdEE equ b'00000011' ; read byte from I2C EEPROM instruction</pre>	Lit un octet de données de la mémoire EEPROM I2C du circuit. La plage d'addresses se situe entre 0000h et FFFFh.
8	18F1320_Block_RD_EE.vi	18F1320_Write_CommPrgrs.vi, 18F1320_Byte_RD_EE.vi, 18F1320_Count_Stop.vi.	Lit une plage de données de la mémoire EEPROM I2C.
9	18F1320_RD_ME.vi	Diagramme de temps : Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confCitME equ b'00000001' ; read MultiElectrode - 1s period</pre>	Après la reception de la constante b'0001', le dispositif effectue un comptage simultané des deux fréquences de l'oscillateur multielectrode convertisse les fréquences en grandeurs de sortie (force et température) et puis signale la disponibilité des résultats par un bit 'ACK'. Ensuite, le dispositif maître peut demander la séquence de d'envoi des résultats numériques.
10	18F1320_RD_QT.vi	I. Diagramme de temps (comptage 1/8 sec.): Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confFstQT equ b'00001001' ; read QT temp sensor- 1/8s period</pre> II. Diagramme de temps (comptage 1 seconde): Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confCitQT equ b'00001000' ; read QT temperature sensor- 1s period</pre> III. Diagramme de temps (comptage 8 secondes): Définition de constante associée (en ASM) : <pre>confSlwQT equ b'00001010' ; read QT temperature sensor- 8s period</pre>	Le dispositif commence la séquence de comptage de la fréquence de l'oscillateur QT. La période de comptage (1/8, 1 ou 8 seconde) est sélectionnée selon la commande (b'1001', b'1000' ou b'1010' respectivement). Après comptage, le dispositif effectue la conversion fréquence- température à partir des paramètres sauvegardés dans la mémoire EEPROM. La fin de conversion est signalée par un bit 'ACK'. Ensuite, le dispositif maître peut continuer la séquence de transmission de la fréquence (25 bits) et de la température (en 24 bits).

