

# Table des Matières

Liste des figures .....	v
Liste des tableaux .....	xii
Liste des abréviations.....	xiii
Glossaire .....	xiii
INTRODUCTION.....	1
<b>CHAPITRE I CARACTERISATION DE LA MATIERE MOLLE : SYSTEMES SANS CONTACT ASSOCIES POUR LA MICRO-RHEOLOGIE .....</b>	<b>5</b>
I.1 LES ENJEUX DE CARACTERISATION DE LA MATIERE MOLLE .....	6
I.2 SYSTEMES INSTRUMENTAUX ASSOCIES : DE LA STRUCTURE AUX PROPRIETES RHEOLOGIQUES .....	8
I.2.1 <i>Caractérisation structurale</i> .....	8
I.2.2 <i>Systèmes rhéologiques : vers des systèmes multi-physiques</i> .....	9
I.3 LA MICRO-RHEOLOGIE : UNE SCIENCE ADAPTEE .....	11
I.3.1 <i>Grandeurs rhéologiques caractéristiques</i> .....	11
I.3.2 <i>Propriétés viscoélastiques et temps de relaxation</i> .....	12
I.3.3 <i>Module complexe de cisaillement</i> .....	14
I.4 TECHNIQUES DE MESURES MICRO-RHEOLOGIQUES.....	15
I.4.1 <i>Principe de mesure ultrasonore à ondes de cisaillement</i> .....	16
I.4.2 <i>Modélisation des interactions entre le capteur et le matériau</i> .....	17
I.4.2.1 L'effet d'inertie .....	18
I.4.2.2 L'effet lié aux propriétés viscoélastiques du milieu .....	19
I.4.3 <i>Suivi des caractéristiques à l'échelle du micromètre</i> .....	20
I.5 CONCLUSION .....	22
I.6 REFERENCES.....	23
<b>CHAPITRE II NOUVEAU CAPTEUR ULTRASONORE POUR LA MICRO-RHEOLOGIE A COUPLAGE INDUCTIF : TSMMA .....</b>	<b>29</b>
II.1 CONCEPT DU CAPTEUR TSMMA CONTROLABLE A DISTANCE.....	31
II.1.1 <i>Choix de l'architecture RF résonante</i> .....	31
II.1.2 <i>Modèle électrique de l'élément RF</i> .....	34
II.1.2.1 Condition de résonance .....	35
II.1.2.2 L'impédance caractéristique .....	36
II.1.2.3 Pertes du résonateur et choix du diélectrique .....	37
II.1.2.4 Modèle électrique équivalent à éléments discrets du résonateur RF.....	38

II.1.3	<i>Schéma électrique élémentaire du TSMMA</i> .....	39
II.2	MISE EN ŒUVRE D'UN PREMIER TSMMA A L'AIDE D'UN RESONATEUR MULTI-TOUR .....	40
II.2.1	<i>Calcul de l'inductance équivalente totale du résonateur multi-tour</i> .....	41
II.2.2	<i>Paramètres du résonateur multi-tour</i> .....	42
II.3	VALIDATION DU SYSTEME DE CARACTERISATION PAR INDUCTION.....	43
II.3.1	<i>Méthode de mesure en transmission</i> .....	43
II.3.2	<i>Méthode de mesure en réflexion</i> .....	44
II.3.3	<i>Nouvelle méthode de mesure d'impédance par réflectométrie</i> .....	44
II.3.4	<i>Validation de la méthode de mesure avec le TSMMA</i> .....	46
II.3.5	<i>Mise en évidence de la mesure d'impédance du TSM par induction</i> .....	47
II.4	INDUCTION DIRECTE D'UN TSM A ELECTRODES EN ANNEAU .....	51
II.4.1	<i>Dimensionnement des résonateurs</i> .....	51
II.4.2	<i>Validation du principe de mesure</i> .....	54
II.5	VERS UN MICRO-RHEOMETRE A COUPLAGE INDUCTIF .....	55
II.5.1	<i>Modélisation électrique du capteur en charge</i> .....	55
II.5.2	<i>Validation du concept par la caractérisation de fluide visqueux</i> .....	57
II.5.2.1	Extraction du paramètre de viscosité pour des fluides newtoniens.....	57
II.5.2.2	Validation par le suivi de mélanges eau-glycérol.....	58
II.6	CONCLUSION .....	60
II.7	REFERENCES.....	61

<b>CHAPITRE III</b>	<b>IDENTIFICATION DES DIFFERENTS MODES DE PROPAGATION.....</b>	<b>65</b>
III.1	BANC INSTRUMENTAL LASER .....	66
III.1.1	<i>Vibromètre laser</i> .....	67
III.1.2	<i>Oscilloscope</i> .....	68
III.1.3	<i>Générateur d'impulsion</i> .....	68
III.1.4	<i>Platines de translation</i> .....	69
III.1.5	<i>Pilotage du banc instrumental</i> .....	69
III.2	TRAITEMENT DES SIGNAUX PAR TRANSFORMEE DE GABOR .....	71
III.3	ETUDE DU DISQUE : EXCITATION IMPULSIONNELLE .....	72
III.3.1	<i>Spécifications de capteur TSM</i> .....	72
III.3.2	<i>Dispositif instrumental</i> .....	73
III.3.3	<i>Réponse impulsionnelle : acquisition des signaux <math>S(x, y, t)</math></i> .....	74
III.3.4	<i>Analyse modale des signaux <math>W(x, y, \omega)</math></i> .....	77
III.3.5	<i>Comparaison avec la théorie classique des disques</i> .....	78
III.3.6	<i>Courbe de dispersion</i> .....	82
III.4	ETUDE EN REGIME SINUSOIDAL PERMANENT .....	86
III.4.1	<i>Fréquence de 294 kHz</i> .....	86
III.4.2	<i>Fréquence de 4,96 MHz</i> .....	87
III.5	ETUDE SUR L'INFLUENCE DE LA GEOMETRIE D'ELECTRODE .....	93
III.5.1	<i>Electrodes en disque</i> .....	93
III.5.2	<i>Electrodes en anneau</i> .....	95

III.6	CONCLUSION .....	97
III.7	REFERENCES.....	98
<b>CHAPITRE IV MISE EN ŒUVRE DU TSMMA ON-CHIP .....</b>		<b>101</b>
IV.1	CONCEPT DU TSMMA "ON-CHIP" .....	103
IV.2	MODELES MECANIQUES ET ELECTRIQUES DU TSMMA.....	106
IV.2.1	<i>Ligne de transmission mécanique du TSMMA .....</i>	107
IV.2.2	<i>Modèles électriques équivalent incluant la ligne de transmission RF .....</i>	108
IV.3	MISE EN ŒUVRE DES PREMIERS PROTOTYPES DE TSMMA "ON-CHIP" .....	112
IV.3.1	<i>Protocole de dépôt des électrodes sur le quartz .....</i>	114
IV.3.2	<i>Réalisation du premier prototype : le TSMMA à un tour.....</i>	115
IV.3.2.1	Architecture du TSMMA à un tour.....	115
IV.3.2.2	Mesure des caractéristiques du TSMMA à un tour.....	117
IV.3.2.3	Existence de doublet.....	119
IV.3.3	<i>Réalisation du second prototype : le TSMMA multi-tours .....</i>	121
IV.3.3.1	Détection électromagnétique par analyseur de réseaux .....	123
IV.3.3.2	Analyse mécanique par vibrométrie Laser sur un point.....	125
IV.3.3.3	Analyse spatiale à l'aide d'un scan complet .....	128
IV.4	CONCLUSION .....	132
IV.5	REFERENCES.....	133
<b>CONCLUSION.....</b>		<b>137</b>
<b>ANNEXE A MODELE ELECTRIQUE DU TSM .....</b>		<b>141</b>
A.1	PRINCIPE DU TSM .....	142
A.2	LE MODELE ELECTRIQUE EFFECTIF A CONSTANTES LOCALISEES .....	146
A.2.1	<i>Effets du milieu conducteur sur les propriétés statiques .....</i>	148
A.2.2	<i>Effets du milieu conducteur sur le comportement mécanique .....</i>	149
A.3	EFFETS MECANIQUES LIES A LA CHARGE.....	155
A.4	REFERENCES.....	156
<b>ANNEXE B TRANSFORMEE DE GABOR.....</b>		<b>159</b>
B.1	TRANSFORMEE DE GABOR 1D.....	160
B.2	TRANSFORMEE DE GABOR 2D.....	162
B.3	TRANSFORMEE DE GABOR 3D.....	166
B.4	SIMULATION ACOUSTIQUE : SOURCES REPARTIES SUR UN ANNEAU .....	172
B.5	REFERENCES.....	174
<b>ANNEXE C PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE FABRICATION .....</b>		<b>175</b>
C.1	PREPARATION DES SUBSTRATS .....	176
C.2	DEPOT DE METAL PAR EVAPORATION.....	177

C.3	DEPOT D'UNE COUCHE DE RESINE.....	178
C.4	IMPRESSION DES MOTIFS .....	178
C.5	GRAVURE HUMIDE .....	179

# Liste des figures

Figure I-1 :	Microstructures de matériaux de la famille des "matières molles" : A- Micelles géantes vues au microscope électronique [12]; B- Structure d'un gel de carbopol [13]; C- Emulsion concentrée vue au microscope confocal; D- Gel colloïdal vu au microscope confocal. ....	7
Figure I-2 :	Exemple de modèle mécanique représentatif des matériaux viscoélastiques isotropes : modèle généralisé de Maxwell. Ce modèle est constitué de n branches de Maxwell en parallèle ayant chacune un module de rigidité $G_i$ et une viscosité $\eta_i$ propre. ....	13
Figure I-3 :	Représentation schématique du matériau dans le domaine temporel.....	14
Figure I-4 :	Module complexe de cisaillement : fonction de transfert équivalente. Notons que par identification avec la loi de Newton, on peut définir une viscosité complexe $\eta^*$ également caractéristique des matériaux viscoélastiques. ....	15
Figure I-5 :	Banc de mesure rhéologique haute fréquence.....	16
Figure I-6 :	Admittance $Y_e$ dans le plan complexe du quartz chargé (a) par un gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ; taux d'hydrolyse = 8 ; Température = $25^\circ\text{C}$ ) ; (b) par un yaourt élaboré à partir d'un lait acidifié ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ; Température = $37,5^\circ\text{C}$ ). $[Si]_0$ est la concentration molaire de Silice, $[GDL]$ est la concentration molaire de GDL (glucono- $\delta$ -lactone). ....	17
Figure I-7 :	Effet d'inertie liée aux aspérités dans le cas des fluides. ....	19
Figure I-8 :	Variation typique de partie réelle $R_{load}$ et de la partie imaginaire $X_{load}$ à 6 MHz (a) par un gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ; Taux d'hydrolyse = 8 ; Température = $25^\circ\text{C}$ ) ; (b) par un lait ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ; Température = $37,5^\circ\text{C}$ ). ....	21
Figure I-9 :	Variation typique du module élastique $G'$ et du module visqueux $G''$ à 6 MHz pour (a) par le gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ; Taux d'hydrolyse = 8 ; Température = $25^\circ\text{C}$ ) ; (b) par le yaourt ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ; Température = $37,5^\circ\text{C}$ ). ....	21
Figure I-10 :	(a) Evolution d'un gel hybride de PHEA/SiO <sub>2</sub> à différents taux de silice [57] ; (b) comportement viscoélastique typique d'une restructuration lors de la formation de yaourt [46].....	22
Figure II-1 :	Concept du capteur TSMMA : schéma éclaté des éléments principaux. ....	31
Figure II-2 :	Résonateur à capacité d'accord localisée. ....	32
Figure II-3 :	Antennes monolithiques basées sur les lignes de transmissions : (a) géométrie double face à capacités localisées, (b) résonateur à capacités réparties simple tour, (c) résonateur à capacités réparties multi-tour, (d) résonateur simple face avec capacités inter-digitées.....	33

Figure II-4 :	(a) Résonateur RF en bracelet et (b) résonateur RF plan multi-tour.....	34
Figure II-5 :	Principe du résonateur inductif rayonnant : a) ligne rétro-bouclée avec $l_f$ (longueur moyenne de la ligne), $I_1$ , $I_2$ (courants dans les 2 conducteurs), $B_1$ (champ magnétique induit); b) ligne de transmission déroulée avec $I$ (courant total), $h$ (épaisseur du diélectrique), $Z_0$ (impédance caractéristique), $w_b$ (largeur du conducteur).....	34
Figure II-6 :	Schéma électrique équivalent du circuit double bande avec une fente. $M$ est la mutuelle entre les deux circuits. $L_{f1}$ et $L_{f2}$ sont les inductances de chaque bande conductrice.....	35
Figure II-7 :	Circuit électrique équivalent à éléments discrets du résonateur RF à vide.....	38
Figure II-8 :	Circuit équivalent élémentaire pour l'excitation à distance du résonateur TSM ...	39
Figure II-9 :	Transducteur en vue de dessus (a), en vue de dessous (b), et en vue de côté (c)....	40
Figure II-10 :	Résonateur RF multi-tour (vue en coupe transversale).....	41
Figure II-11 :	Circuit électrique équivalent des éléments localisés sensibles au champ magnétique RF couplé à la sonde.....	45
Figure II-12 :	Technique de mesure inductive.....	46
Figure II-13 :	(a) Module d'impédance $ Z $ (échelle linéaire) et (b) argument d'impédance $\arg(Z)$ du résonateur RF seul et du capteur TSMMA complet (résonateur RF + TSM). .....	47
Figure II-14 :	Module d'impédance $ Z $ sans l'influence de résonance électromagnétique du capteur complet (résonateur RF + TSM). .....	48
Figure II-15 :	(a) Module d'impédance et (b) phase d'impédance en fonction de la fréquence autour de $f_I$ de la mesure d'impédance du capteur complet (résonateur RF + TSM).....	50
Figure II-16 :	(a)Module d'impédance et (b) phase d'impédance en fonction de la fréquence autour de $f_{II}$ de la mesure d'impédance du capteur complet (résonateur RF + TSM).....	50
Figure II-17 :	Schéma du quartz résonant à 9 MHz. ....	52
Figure II-18 :	Le capteur totalement inductif composé de deux résonateurs distincts - 1. L'élément sensible au champ magnétique RF; 2. Le disque de quartz de coupe AT excité par électrodes en forme de boucle (le résonateur TSM); 3. La sonde permettant une mesure par réflectométrie.....	53
Figure II-19 :	Technique de mesure magnéto acoustique inductif.....	54
Figure II-20 :	Réponses typiques du résonateur RF, du TSMMA à vide puis chargé par de l'eau pure : réponses autour de 99 MHz dans le plan complexe et en fonction de la fréquence.....	55
Figure II-21 :	Circuit équivalent du capteur RF chargé par un fluide visqueux. $L_0$ est l'inductance statique des boucles.....	56
Figure II-22 :	La racine carrée de produit de masse volumique-viscosité en fonction de la partie réelle de l'admittance d'entrée de la sonde pour des mélanges eau-glycérol entre 0%	

et 70% .....	59
Figure II-23 : La viscosité expérimentale en fonction de tableaux pour 0% à 70% de glycérol dans des mélanges d'eau-glycérol.....	59
Figure III-1 : Banc expérimental. ....	67
Figure III-2 : Interface graphique de la manipulation du banc de mesure sans translation. ....	70
Figure III-3 : Interface graphique de la manipulation du banc suivant les axes X et Y. ....	70
Figure III-4 : La zone balayée pour le vibromètre laser.....	73
Figure III-5 : Les photos de dispositif instrumental.....	73
Figure III-6 : (a) Le signal $S(x_0, y_0, t)$ avec $x_0 = 3,5\text{mm}$ et $y_0 = 3,5\text{mm}$ ; (b) le spectre du signal $S(x_0, y_0, t)$ .....	75
Figure III-7 : Images des signaux spatio-temporels $S(x, y, t)$ de détection par l'excitation impulsionnelle.....	76
Figure III-8 : Images des signaux spatio-fréquentiels $W(x, y, \omega)$ en basse fréquence.....	77
Figure III-9 : Les modes propres de flexion d'un disque avec un bord libre dans une gamme de fréquences comprise entre 0 et 400 kHz. (a) Mode(1,1), 40 kHz ; (b) Mode(2,2), 70 kHz ; (c) Mode(3,2), 100 kHz ; (d) Mode(1,2), 120 kHz ; (e) Mode(2,3), 150 kHz ; (f) Mode(3,3), 230 kHz ; (g) Mode(4,3), 250 kHz ; (h) Mode(5,3), 300 kHz.....	81
Figure III-10 : (a) Résultat expérimental : le signal spatio-fréquentiel $W(x, y, \omega)$ en $f = 300\text{ kHz}$ ; (b) résultat théorique : la mode propre de flexion d'un disque en $f = 300\text{ kHz}$ .....	82
Figure III-11 : Les courbes de dispersion théoriques des ondes de Lamb du quartz (le nombre d'onde $k_t$ en fonction de la fréquence $f$ ).....	84
Figure III-12 : Les courbes de dispersion théoriques des ondes de Lamb du quartz (la vitesse de phase $c^{ph}$ en fonction du produit de $f \cdot d$ ).....	84
Figure III-13 : La courbe de dispersion théorique (noire) et la courbe de dispersion expérimentale (verte).....	85
Figure III-14 : Images des signaux nombre de l'onde-fréquentiels $K(k_x, k_y, \omega)$ dans une gamme de fréquences comprise entre 1 MHz et 8 MHz. (a) $f = 1\text{ MHz}$ ; (b) $f = 2\text{ MHz}$ ; (c) $f = 3\text{ MHz}$ ; (d) $f = 4\text{ MHz}$ ; (e) $f = 5\text{ MHz}$ ; (f) $f = 6\text{ MHz}$ ; (g) $f = 7\text{ MHz}$ ; (h) $f = 8\text{ MHz}$ .....	86
Figure III-15 : Images des signaux $S(x, y, t)$ de détection par l'excitation sinusoïdale en fréquence de 294 kHz.....	87
Figure III-16 : Images des signaux spatio-temporels $S(x, y, t)$ de détection par l'excitation sinusoïdale en fréquence de 4,96 MHz.....	88
Figure III-17 : (a1) Le signal spatio-temporel $S(x, y, t)$ à l'instant $t = 0,04\text{ }\mu\text{s}$ ; (a2) le signal $a(t)$	

pour le point en rouge de $X = 2,5$ mm et $Y = 7,5$ mm ; (a3) le spectre du signal $a(t)$ ; (b1) le signal spatio-temporel $S(x, y, t)$ à l'instant $t = 0,14$ $\mu$ s ; (b2) le signal $b(t)$ pour le point en rouge de $X = 7,5$ mm et $Y = 7,5$ mm ; (b3) le spectre du signal $b(t)$ .....	89	
Figure III-18 :	(a) Le signal spatio-fréquentiel $W(x, y, \omega)$ en fréquence de 5 MHz ; (b) le signal filtré de (a) par un filtre passe-bas 2D à réponse impulsionnelle finie ; (c) la soustraction de (a) à (b) ; (d) Le signal nombre de l'onde-fréquentiel $K(k_x, k_y, \omega)$ de (a) ; (e) le $K(k_x, k_y, \omega)$ de (b) ; (f) le $K(k_x, k_y, \omega)$ de (c). ..	90
Figure III-19 :	Les signaux $W(x, y, \omega)$ en fréquence de (a) 5 MHz, (b) 10 MHz, (c) 15 MHz et (d) 20 MHz.....	91
Figure III-20 :	Les signaux $K(k_x, k_y, \omega)$ en fréquence de (a) 5 MHz, (b) 10 MHz, (c) 15 MHz et (d) 20 MHz.....	91
Figure III-21 :	Dispositif expérimental mis en œuvre pour excitation à distance du transducteur.	92
Figure III-22 :	(a) Résultats expérimentaux pour une excitation sinusoïdale à distance à 4,96 MHz ; (b) rappels sur les résultats expérimentaux pour une excitation sinusoïdale en contact à 4,96 MHz.....	93
Figure III-23 :	L'analyse de Gabor de la configuration des électrodes en disque pour $f = 5$ MHz..	94
Figure III-24 :	Les dimensions du capteur TSM de 9 MHz avec les électrodes de la géométrie de l'anneau.....	95
Figure III-25 :	Images des signaux spatio-temporels $S(x, y, t)$ de détection du capteur TSM de 9 MHz avec les électrodes de la géométrie de l'anneau. ..	96
Figure III-26 :	L'analyse de Gabor de la configuration des électrodes annulaires. En haut, $f = 0,8$ MHz et de gauche à droite pour le temps de 0 $\mu$ s, 1 $\mu$ s et 2 $\mu$ s. En bas, $f = 2,1$ MHz et de gauche à droite pour le temps de 0 $\mu$ s, 1 $\mu$ s et 2 $\mu$ s. ....	96
Figure IV-1 :	Concept du TSMMA "on-chip" : architecture éclatée. ....	103
Figure IV-2 :	Le TSMMA en tant que générateur d'onde mécanique.....	104
Figure IV-3 :	Le TSMMA utilisé en tant que capteur.....	106
Figure IV-4 :	Schéma équivalent du transducteur à quartz de coupe AT d'un point de vue mécanique. ..	108
Figure IV-5 :	Schéma électrique équivalent de la ligne RF à substrat de quartz de coupe AT....	109
Figure IV-6 :	Modèles électriques équivalents du TSMMA : a) Représentation BVD équivalente. b) Représentation électromécanique équivalente du transducteur piézoélectrique : Modèle de Mason à 3 ports (un accès électrique, deux accès mécaniques).....	111
Figure IV-7 :	Installation de wafer sur le couvercle et Vue intérieur de l'évaporateur.....	114
Figure IV-8 :	Plaques chauffantes et tournette pour la fabrication de la couche de résine. ....	115
Figure IV-9 :	Photo et image 3D du premier prototype TSMMA à un tour.....	116

Figure IV-10 :	Mesure de l'impédance d'entrée de la sonde couplée au TSMMA uni-tour ( $f_0 = 194\text{MHz}$ et $Q_0 = 53$ ).....	117
Figure IV-11 :	Zoom sur les harmoniques mécaniques : a) harmonique 51, b) harmonique 53, c) harmonique 55, d) harmonique 57. ....	118
Figure IV-12 :	Extraction de la variation mécanique (hors influence de la résonance électromagnétique) a) à l'harmonique 51, b) à l'harmonique 53. ....	119
Figure IV-13 :	Prototype de TSMMA multi-tours .....	122
Figure IV-14 :	Transducteur TSMMA multi-tour : (a) vue de dessus, (b) vue de dessous, (c) vue sur la tranche.....	123
Figure IV-15 :	Mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour.....	123
Figure IV-16 :	Zoom sur les résonances intéressantes dans la mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour. ....	125
Figure IV-17 :	Dispositif expérimental mis en œuvre pour une excitation à distance du transducteur TSMMA multi-tour. ....	126
Figure IV-18 :	Résultats de mesure du signal détecté avec l'analyseur de spectre pour le transducteur TSMMA multi-tour.....	126
Figure IV-19 :	Résultats de détection de crête entre la détection des ondes ultrasonores et la détection des résonances électromagnétique autour de 18,15MHz du transducteur TSMMA multi-tour. ....	127
Figure IV-20 :	(a) Résultat du scan complet sur toute la surface du transducteur (50 mm×50 mm) avec un pas spatial de 0,25 mm à l'instant $t=10\text{ ns}$ ; (b) repérage de la zone du scan complet (en ligne verte) et du scan sur une partie (en tiret-point vert). ....	129
Figure IV-21 :	(a) Résultats de signal $S(x, y, t_0)$ détecté par un scan complet de laser ; (b) Signal temporel et (c) son spectre d'un point marqué en croix rouge sur (a). ....	129
Figure IV-22 :	Signal nombre de l'onde-fréquentiels $K(k_x, k_y, \omega)$ à la fréquence de 18MHz pour le transducteur EMUS multi-tour, (a) avec le pas spatial de 0,1mm, et (b) avec le pas spatial de 0,05mm. ....	131
Figure A-1 :	Schéma à trois vues et les dimensions du capteur TSM. ....	143
Figure A-2 :	Modification des lignes de champ électrique liée aux propriétés électriques du matériau en contact avec le transducteur.....	145
Figure A-3 :	Un circuit équivalent étendu de Butterworth-Van-Dyke modifié (BVDm) pour le résonateur TSM. ....	154
Figure B-1 :	(a) Le signal temporel 1D avec 3 impulsions de (b) $80\text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$ , (c) $400\text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$ et (d) $80\text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$ .....	160

Figure B-2 :	Différents types de fenêtres pour la transformée de Gabor.....	161
Figure B-3 :	(a) Le signal $S(\omega, t)$ après la transformée de Gabor 1D; (b) la répartition stationnaire des fréquences.....	162
Figure B-4 :	(a) Le signal 2D de $S(t, x)$ avec deux impulsions de $40 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ et $100 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ ; (b) le signal de $S(\omega, x)$ ; (c) le signal de $S(\omega, k)$ ; (d) le signal de $S(t, k)$ .....	165
Figure B-5 :	Les signaux $S(t, k)$ et $S(t, x)$ pour des fréquences sélectionnées. ....	165
Figure B-6 :	Les signaux $S(t_i, x, \omega_0, k)$ en fonction du temps pour $100 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ (a1), (a2), (a3) et pour $40 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ (b1), (b2), (b3). ....	166
Figure B-7 :	Le schéma d'analyse de la transformée de Gabor 3D. ....	167
Figure B-8 :	Le signal simulé en 3D de $S(x, y, t)$ .....	169
Figure B-9 :	Le signal $W(x, y, \omega)$ en fonction de fréquence.....	169
Figure B-10 :	Le signal $K(kx, ky, \omega)$ en fonction de fréquence. ....	169
Figure B-11 :	Le signal $N(kx, ky, t)$ en fonction du temps.....	170
Figure B-12 :	Le signal $E(kx, ky, t, \omega_1)$ avec la fréquence $f_1 = 12,5 \text{ MHz}$ en fonction du temps. ....	170
Figure B-13 :	Le signal $F(x, y, t, \omega_1)$ avec la fréquence $f_1 = 12,5 \text{ MHz}$ en fonction du temps....	171
Figure B-14 :	Le signal $G(x, y, t, kx, ky, \omega)$ avec la fréquence $12,5 \text{ MHz}$ en fonction du temps. ....	171
Figure B-15 :	(a) Toutes les images à gauche sont les simulations des ondes acoustiques circulaires sur un anneau avec les sources ponctuelles ( $S_i$ ) réparties à certain angle ( $\Phi = 36^\circ, 144^\circ, 252^\circ$ , et $360^\circ$ ). (b) Toutes les images à droite sont la somme de sources ponctuelles ( $S_i$ ) précédentes.....	173
Figure C-1 :	Bâti d'évaporation (à gauche) et panneau de contrôle de la machine (à droite) ..	177

# Liste des tableaux

Tableau II-1 :	Paramètres du résonateur RF multi-tour.....	43
Tableau II-2 :	Les valeurs tabulées de la masse volumique ( $\rho$ ) et la viscosité dynamique ( $\eta$ ) pour les mélanges eau-glycérol à 25°C. ....	58
Tableau IV-1 :	Paramètres intrinsèques du quartz de coupe AT.....	104
Tableau IV-2 :	Paramètres de transducteur TSMMA visé à la fréquence haute de résonance électromagnétique.....	116
Tableau IV-3 :	Valeurs des doublets de résonances pour les harmoniques 51 et 53.....	119
Tableau IV-4 :	Paramètres du TSMMA multi-tour réalisé. ....	122
Tableau IV-5 :	Valeurs des fréquences et harmoniques correspondantes pour les résonances intéressantes dans la mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour..	124
Tableau IV-6 :	Paramètres et ses valeurs pour les crêtes signifiantes des résultats de détection du transducteur TSMMA multi-tour. ....	128
Tableau A-1 :	Liste des paramètres utilisés. ....	146
Tableau A-2 :	Paramètres effectifs étendues de modèle BVD.....	154
Tableau B-1 :	Caractéristiques des trois impulsions simulées I, II et III pour la simulation 1D.	160
Tableau B-2 :	Caractéristiques de deux impulsions simulées IV et V. ....	163
Tableau B-3 :	Détails de simulation 2D pour le temps et l'espace.....	163
Tableau B-4 :	Caractéristiques de deux ondes simulées I et II.....	166
Tableau B-5 :	Détails de simulation 3D pour le temps et l'espace.....	166
Tableau B-6 :	Paramètres et valeurs de la simulation.....	172

# Liste des abréviations

1D :	une Dimension
2D :	deux Dimensions
3D :	trois Dimensions
BVD :	Butterworth-Van-Dyke
BVDm :	Butterworth-Van-Dyke modifié
CND :	Contrôle Non Destructif
DPSM :	Distributed Point Source Method
EMAT :	ElectroMagnetic Acoustic Transducers
EMAR :	ElectroMagnetic Acoustic Resonance
EMUS :	ElectroMagnetic UltraSonic
FFT :	Fast Fourier Transform
GBF :	Générateur de Basses Fréquences
GPIB :	General Purpose Interface Bus
GUIDE :	GUI Development Environment
IFFT :	Inverse Fast Fourier Transform
IRM :	Imagerie par Résonance Magnétique
PCE :	Piezoelectric Constitutive Equation
PTFE :	Polytetrafluoroethylene
QCM :	Quartz Crystal Microbalance
RF :	Radiofréquence
RMN :	Résonance Magnétique Nucléaire
RMS :	Root Mean Square
SAN :	Small-Angle Neutron
SAW :	Surface Acoustic Wave
SAX :	Small-Angle X-ray
SH :	Shear Horizontal
STFT :	Short-Time Fourier Transform
TEM :	Transverse ElectroMagnetic
TM :	Transverse Magnetic
T/R :	Transmitter/Receiver
TSM :	Thickness Shear Mode
TSMMA :	Thickness Shear Mode Magneto-Acoustic
USV :	Ultrasonic Speckle Velocimetry
WFT :	Windowed Fourier Transform

# Glossaire

$A_q$ :	Surface de l'électrode
$a$ :	Rayon du disque
$B_I$ :	Champ magnétique induit
$C_0$ :	Capacité statique du quartz
$C_1$ :	Capacité totale du circuit électrique équivalent du résonateur RF
$C_{qI}$ :	Capacité dynamique du quartz dans l'air
$c$ :	Vitesse du son dans l'air
$c_0$ :	Vitesse de la lumière
$c_l$ :	Vitesse des ondes transversales dans le quartz
$c_q$ :	Vitesse de propagation de l'onde dans le quartz
$c_t$ :	Vitesse des ondes longitudinales dans le quartz
$c^{ph}$ :	Vitesse de phase de l'onde
$D$ :	Rigidité en flexion
$D_y$ :	Champ électrique de déplacement dans la direction y
$E$ :	Champ électrique
$E$ :	Module d'Young
$e_q$ :	Constante piézoélectrique
$f_{0RF}$ :	Fréquence de résonance fondamentale RF
$f_s$ :	Fréquence de résonance série
$f_p$ :	Fréquence de résonance parallèle
$f_{m_N}$ :	Fréquence de résonance mécanique fondamentale et ses harmoniques du quartz
$G^*$ :	Module complexe de cisaillement
$G'$ :	Module d'élasticité du matériau
$G''$ :	Module visqueux du matériau
$G_0$ :	Rigidité statique
$[GDL]$ :	Concentration molaire de GDL (glucono- $\delta$ -lactone)
$h$ :	Epaisseur du quartz (chapitre 1, chapitre 4, annexe A)
$h$ :	Epaisseur du diélectrique (chapitre 2)
$h_b$ :	Epaisseur de la bande de conducteur
$h_{eff}$ :	Epaisseur effective
$h_{film}$ :	Epaisseur du film mince déposé
$I$ :	Courant total dans les conducteurs de la ligne (chapitre 2)
$I$ :	Courant traversant le substrat (annexe A)
$I_1, I_2$ :	Courant dans les conducteurs de la ligne
$I_n$ :	Fonction de Bessel modifiée de première espèce
$J_n$ :	Fonction de Bessel de première espèce
$K_{eff}^2$ :	Coefficient complexe de couplage électromécanique effectif du quartz
$k$ :	Nombre d'onde
$k_{eff}^*$ :	Vecteur d'onde complexe effective

$k_q$ :	Vecteur d'onde dans le quartz
$L_I$ :	Inductance traversée par le courant total
$L_i$ :	Retard spatial entre chaque source ponctuelle pour la simulation
$L_{f1}, L_{f2}$ :	Inductance d'un circuit de chacune bande
$L_{q1}$ :	Inductance dynamique du quartz dans l'air
$l_f$ :	Longueur moyenne de la ligne
$M$ :	Mutuelle entre les deux circuits
$M_{n1}, M_{n2}$ :	Moment de flexion radiale
$N$ :	Nombre de tours (chapitre 2)
$N$ :	Nombre d'harmonique et nombre entier impair positif (chapitre 4, annexe A)
$P_c$ :	Pertes dans le conducteur
$Q$ :	Coefficient de qualité du résonateur
$Q_{max}$ :	Coefficient de qualité maximum du résonateur
$r$ :	Distance à l'origine
$r_0$ :	Rayon de l'anneau pour la simulation
$R_0$ :	Résistance statique liée aux pertes diélectriques
$R_I$ :	Résistance totale du circuit électrique équivalent du résonateur RF
$R_c$ :	Résistance du conducteur
$R_{load}$ :	Partie réelle de l'impédance $Z_{load}$ liée aux uniques effets viscoélastiques
$R_{q1}$ :	Résistance dynamique du quartz dans l'air
$[Si]_0$ :	Concentration molaire de Silice
$Si$ :	Sources ponctuelles réparties sur un anneau pour la simulation
$S_c$ :	Section droite du conducteur
$t$ :	Temps
$T_q$ :	Contrainte de cisaillement à l'intérieur du quartz
$U$ :	Différence de potentiels sinusoïdale entre les électrodes (annexe A)
$U_0$ :	Tension statique du quartz
$U_1, U_2$ :	Tension aux bornes de chacune des fentes
$U_m$ :	Tension motionnelle du quartz
$u$ :	Déplacement dans la direction $x$ de l'élément de quartz
$V_{n1}, V_{n2}$ :	Cisaillement radiale de Kelvin-Kirchhoff
$W$ :	Déplacement latéral du disque dans la direction $Z$
$w_b$ :	Largeur du conducteur
$X_{load}$ :	Partie imaginaire de l'impédance $Z_{load}$ liée aux uniques effets viscoélastiques
$Y_e$ :	Admittance électrique du quartz
$Z_0$ :	Impédance caractéristique de la ligne de transmission
$Z_e$ :	Impédance électrique d'entrée du quartz
$Z_{eff}$ :	Impédance mécanique caractéristique équivalente du quartz
$Z_L$ :	Impédance mécanique du matériau en contact avec l'électrode
$Z_{load}$ :	Impédance électrique liée au matériau en contact avec le quartz
$Z_m$ :	Impédance électrique dynamique du quartz
$Z_m^0$ :	Impédance électrique de la branche dynamique à vide du quartz
$Z_{masse}$ :	Impédance mécanique liée à l'effet de masse

$Z_q$ :	Impédance mécanique caractéristique du quartz
$Z_{q0}$ :	Impédance électrique statique du quartz
$Z_{vs}$ :	Impédance caractéristique du matériau
$\alpha$ :	Pertes le long de la ligne
$\alpha_N$ :	Valeur du coefficient de $N^{\text{ième}}$ harmonique
$\beta$ :	Vecteur d'onde électromagnétique
$\gamma$ :	Déformation
$\gamma_{kl}$ :	Tenseur des déformations du second ordre
$\delta$ :	Angle de perte du diélectrique
$\epsilon_r$ :	Permittivité du diélectrique
$\epsilon_q$ :	Permittivité du quartz
$\epsilon_{\text{eff}}^*$ :	Permittivité effective complexe
$\epsilon'$ :	Partie réelle de $\epsilon_{\text{eff}}^*$
$\epsilon''$ :	Partie imaginaire de $\epsilon_{\text{eff}}^*$
$\eta$ :	Viscosité dynamique
$\eta_q$ :	Viscosité dynamique du quartz
$\mu_0$ :	Constante magnétique
$\mu_q$ :	Rigidité du quartz
$\nu$ :	Coefficient de Poisson
$v_1, v_2$ :	Vitesse de déplacement de l'électrode
$\rho_c$ :	Résistivité du conducteur
$\rho_{\text{film}}$ :	Masse volumique du film mince déposé
$\rho_{\text{mat}}$ :	Masse volumique du matériau en contact
$\rho_q$ :	Masse volumique du quartz
$\sigma$ :	Contrainte
$\sigma_{ij}$ :	Tenseur des contraintes du second ordre
$\sigma_1, \sigma_2$ :	Contrainte uniforme appliquée sur l'électrode
$\sigma_{\text{mat}}$ :	Conductivité du matériau
$\sigma_{\text{air}}$ :	Conductivité de l'air
$\Phi_i$ :	Position angulaire de chaque source
$\omega$ :	Pulsation angulaire



# Introduction

La description et la compréhension des comportements viscoélastiques de la "matière molle" présentent un enjeu industriel considérable tant par l'étendue des produits et matériaux concernés, que par l'intérêt scientifique suscité depuis plusieurs décennies. Entre liquide et solide, les propriétés viscoélastiques de ces matériaux permettent de décrire non seulement l'état de la matière à l'échelle considérée (consistance, capacité à s'écouler, stabilité), mais peuvent être corrélées à des informations structurelles selon l'échelle d'investigation. Du fait du grand nombre de grandeurs d'influence mises en jeu (énergétiques, temporelles), de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique, les systèmes instrumentaux classiques de rhéologie ne suffisent pas.

Les travaux présentés dans ce document s'inscrivent dans la suite logique des recherches développées au sein du laboratoire SATIE - UMR8029 (*Systèmes et Applications des Technologies de l'Information et de l'Energie*). Ils ont été développés particulièrement au sein du groupe II (*Instrumentation et Imagerie*) du Pôle SIAME (*Systèmes d'Information et d'Analyse Multi-Echelles*) dont la thématique du laboratoire consiste à réaliser des systèmes instrumentaux pour la caractérisation mécanique et électrique des matériaux complexes. L'objectif ambitieux de cette thèse est d'utiliser l'ensemble des savoir-faire du laboratoire en lien avec l'instrumentation acoustique, électromagnétique RF (*radiofréquence*), et optique, pour mettre au point une nouvelle génération de capteurs multimodaux pour l'étude rhéologique des matériaux complexes.

Outre la conception du nouveau système de contrôle à distance, les modèles électriques et mécaniques ont été développés afin de caractériser le capteur, identifier les grandeurs d'influence et afin d'envisager la mesure à distance des propriétés viscoélastiques à l'échelle microscopique de matériaux complexes.

Ce manuscrit est donc rédigé en quatre parties.

Le premier chapitre décrit les enjeux de la caractérisation de la matière molle et la difficulté d'en extraire de manière absolue les propriétés viscoélastiques. La complexité des interactions intrinsèques mises en jeu ne permet pas aux instruments actuels d'en comprendre tous les mécanismes. Afin de mieux cerner le caractère innovant et l'intérêt du capteur proposé, la complémentarité des différentes techniques classiquement utilisées sont présentées. La technique micro-rhéologique ultrasonore utilisée au laboratoire est plus particulièrement détaillée. Des résultats préliminaires avec des capteurs à ondes de cisaillement, justifiant l'intérêt de ce type de mesure, fixent le contexte scientifique et applicatif dans lequel s'inscrit le travail de thèse.

Le deuxième chapitre expose le concept du nouveau capteur magnéto-acoustique à excitation inductive recherché. Cette nouvelle génération de capteur à ondes de cisaillement est conçue pour être utilisée par induction RF, entre quelques MHz et quelques centaines de MHz. D'un point de vue fonctionnel, ce capteur est constitué de trois éléments : une sonde RF utilisée en Emission/Réception, un résonateur à fort facteur de qualité rayonnant un champ magnétique RF intense et un transducteur piézoélectrique à quartz de coupe AT utilisé en tant que générateur et capteur à ondes ultrasonores de cisaillement. Une étude théorique de chacun des éléments permet d'extraire un modèle du nouveau système de contrôle non destructif proposé. Cette étude montre comment, à partir de l'impédance électrique du système complet, on peut extraire la viscosité complexe d'un fluide ou matériau complexe en contact avec le capteur. Les mesures effectuées sur des mélanges étalons montrent une très bonne correspondance avec les résultats théoriques, validant dans le même temps le concept présenté.

Le capteur nécessite néanmoins une phase d'optimisation notamment à cause de l'architecture nécessaire pour une conception miniaturisée en un seul tenant. Le troisième chapitre est donc consacré à une étude du comportement acoustique du système en visualisant les ondes pouvant être générées sur le substrat de quartz et leur interaction avec les électrodes. Plusieurs configurations sont étudiées permettant progressivement de passer d'un capteur classique à un capteur sensible aux rayonnements magnétiques utilisant des électrodes en

forme d'anneau. Les mesures de vibration par vibrométrie laser montrent que des ondes de Lamb sont générées dans une large gamme de fréquence (de 100 kHz à 20 MHz). L'analyse spatiale de la réponse impulsionnelle par transformée de Gabor 3D localise la source de ces ondes sur le bord des électrodes.

Le quatrième chapitre finalise cette thèse. Il présente l'intégration du résonateur RF sur l'élément piézoélectrique via l'utilisation judicieuse d'électrodes circulaires. Un modèle basé sur le couplage de deux lignes de transmissions (l'un électromagnétique et l'autre acoustique) permet d'expliquer le mode de fonctionnement du nouveau capteur intégré baptisé TSMMA "on-chip" (*Thickness Shear Mode Magneto-Acoustic sensor*). Pour valider le concept, deux prototypes sont réalisés : l'un uni-tour et l'autre multi-tours, utilisent simultanément les propriétés des antennes RF utilisées en IRM (*Imagerie par Résonance Magnétique*), et celle des capteurs piézoélectriques à onde de cisaillement. Une analyse expérimentale alliant mesure d'impédance et vibrométrie laser permettent de valider le modèle et d'ouvrir les pistes nécessaires à une optimisation du capteur.

Enfin, une conclusion générale permet de dégager les principaux résultats de ces différentes études et dessine les perspectives de ce travail. Les résultats obtenus dans une gamme de fréquences sélectionnée (entre 5 et 20 MHz) permet notamment d'envisager des mesures micro-rhéologiques.



---

# Chapitre I Caractérisation de la matière molle : systèmes sans contact associés pour la micro-rhéologie

---

## Sommaire

I.1	LES ENJEUX DE CARACTERISATION DE LA MATIERE MOLLE .....	6
I.2	SYSTEMES INSTRUMENTAUX ASSOCIES : DE LA STRUCTURE AUX PROPRIETES RHEOLOGIQUES	8
I.2.1	<i>Caractérisation structurale</i> .....	8
I.2.2	<i>Systèmes rhéologiques : vers des systèmes multi-physiques</i> .....	9
I.3	LA MICRO-RHEOLOGIE : UNE SCIENCE ADAPTEE .....	11
I.3.1	<i>Grandeurs rhéologiques caractéristiques</i> .....	11
I.3.2	<i>Propriétés viscoélastiques et temps de relaxation</i> .....	12
I.3.3	<i>Module complexe de cisaillement</i> .....	14
I.4	TECHNIQUES DE MESURES MICRO-RHEOLOGIQUES .....	15
I.4.1	<i>Principe de mesure ultrasonore à ondes de cisaillement</i> .....	16
I.4.2	<i>Modélisation des interactions entre le capteur et le matériau</i> .....	17
I.4.2.1	L'effet d'inertie .....	18
I.4.2.2	L'effet lié aux propriétés viscoélastiques du milieu .....	19
I.4.3	<i>Suivi des caractéristiques à l'échelle du micromètre</i> .....	20
I.5	CONCLUSION .....	22
I.6	REFERENCES .....	23

Ce premier chapitre a pour objectif de décrire succinctement les enjeux de caractérisation de la matière molle et la difficulté d'en extraire de manière absolue les propriétés viscoélastiques. Malgré les avancées en matière d'instrumentation, la complexité des interactions mises en jeu au sein de la matière molle ne permet pas aux instruments actuels d'en comprendre tous les mécanismes. La tendance est d'ailleurs de coupler différentes techniques qui permettaient de remonter soit à la structure, soit aux propriétés d'écoulement macroscopiques. Afin de mieux cerner le caractère innovant et l'intérêt du capteur développé dans le cadre de cette thèse, la complémentarité de ces différentes techniques classiquement utilisées est présentée. Une approche théorique originale décrivant les propriétés rhéologiques dynamiques du fluide complexe par une fonction de transfert d'un système mécanique linéaire équivalent permet de retracer les fondements théoriques sur lesquels s'appuie la technique micro-rhéologique ultrasonore retenue dans le cadre de cette thèse. La description, *in fine*, du principe de mesure de ce système de caractérisation ultrasonore et des résultats préliminaires fixe le contexte scientifique et applicatif dans lequel s'inscrit le travail de thèse.

## I.1 Les enjeux de caractérisation de la matière molle

La description et le contrôle des propriétés de la "matière molle" présentent un enjeu industriel considérable tant par l'étendue des produits et matériaux concernés, que par l'intérêt scientifique mis en lumière par Pierre-Gilles de Gennes dans les années 1980. Ces matériaux complexes (aussi appelés fluides complexes) sont en effet des systèmes multiphasiques (émulsions, suspensions colloïdales et granulaires, suspensions de fibres, de polymères, ou d'exopolymères (biofilms), gels, matériaux hybrides organiques-inorganiques...) aux comportements macroscopiques entre la physique des liquides et la physique des solides [1], [2]. En fonction de l'application et de la fonctionnalité recherchée, l'optimisation du procédé de fabrication (souvent initié en phase liquide) permet d'obtenir un produit final dont les propriétés et la texture sont contrôlées. Les matériaux hybrides organiques-inorganiques, par exemple, permettent aujourd'hui d'accroître le panel d'applications grâce à des méthodes d'élaboration par chimie douce [3]. Ils présentent l'avantage de combiner les bénéfices des molécules organiques avec ceux des matrices minérales, sans altérer leurs propriétés

respectives [4]–[8]. On trouve donc aujourd'hui ce type de matériaux tant dans les produits de soins (mousses à raser, gels douche), les produits d'entretien (silicones et matières plastiques dérivées du pétrole, peintures, cires), les produits agroalimentaires (sauces, gélatines, mayonnaise, yaourts), que les produits pharmaceutiques et biologiques (biomatériaux, gélules, polymers-base drug delivery [9]–[11]).

A l'instar de la complexité croissante de leur structure interne, les techniques d'optimisation nécessaires se complexifient. Elles doivent assurer leur étude et leur analyse multi-échelle, en reliant leurs comportements macroscopiques aux phénomènes physico-chimiques intrinsèques plus microscopiques.

A l'échelle la plus petite, l'agencement de la structure interne<sup>1</sup> dépend des énergies d'interaction mises en jeu entre entités (liaisons H, interactions de Van der Waals, etc...). Leur faible intensité énergétique comparable à l'énergie thermique à température ambiante justifie le caractère malléable généralement observé macroscopiquement pour ces fluides complexes.

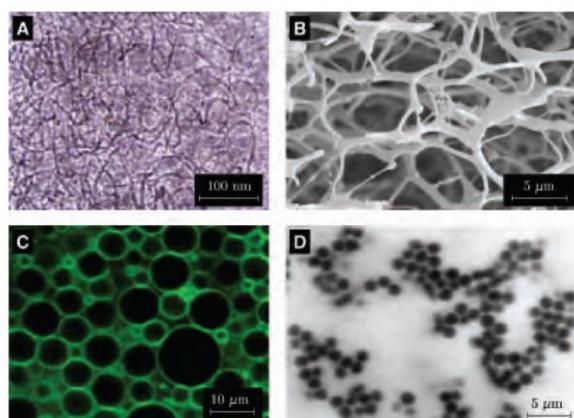


Figure I-1 : Microstructures de matériaux de la famille des "matières molles" : A- Micelles géantes vues au microscope électronique [12]; B- Structure d'un gel de carbopol [13]; C- Emulsion concentrée vue au microscope confocal; D- Gel colloïdal vu au microscope confocal.

De fait, des réorganisations importantes peuvent être observées sous l'effet de faibles variations de l'environnement (température, concentration, pH) ou de faibles sollicitations extérieures (contrainte mécanique, champ électrique, champ magnétique). Cet état de fait se vérifie d'autant plus que les effets entropiques et enthalpiques sont du même ordre de grandeur. On comprend alors que les conditions initiales et les premières étapes d'élaboration de ces produits jouent un rôle crucial sur la structure finale. On comprend aussi que ces structures puissent évoluer en fonction des sollicitations extérieures.

<sup>1</sup> La structure interne est constituée d'un ensemble de particules organiques et/ou inorganiques composées de monomères immersés dans un liquide (voir la Figure I-1).

Dans ce contexte, la mise au point de méthodes rigoureuses de caractérisation et de mesure de leurs comportements micrométriques, de leurs modélisations macroscopiques, ainsi que le développement d'approches permettant de relier la structure et l'organisation des éléments moléculaires aux propriétés macroscopiques, est un enjeu capital.

## **I.2 Systèmes instrumentaux associés : de la structure aux propriétés rhéologiques**

Du fait du grand nombre de grandeurs d'influence mises en jeu (énergétiques, temporelles) et des échelles concernées (de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique), il est difficile de donner une liste exhaustive des techniques expérimentales disponibles pour les caractériser. Il existe en effet un grand nombre de moyens de caractériser ces matériaux en fonction de l'échelle investiguée [14]. Néanmoins, afin de placer dans son contexte le système instrumental développé dans cette thèse, il convient de citer les principaux moyens d'investigation et de souligner très brièvement leur complémentarité.

### **I.2.1 Caractérisation structurale**

A l'échelle microscopique, la matière molle est largement investiguée par la plupart des systèmes de spectroscopie et d'imagerie modernes. Un livre en deux volumes est d'ailleurs consacré au détail de ces techniques [15]. Les structures colloïdales sont ainsi essentiellement caractérisées par spectroscopie et imagerie par RMN (*Résonance Magnétique Nucléaire*), par microscopie optique, et par microscopie proche infrarouge [16], [17]. Selon le temps nécessaire pour acquérir une image, d'autres techniques de microscopie sont plutôt employées telles que la microscopie électronique ou acoustique [18], [19]. Elles permettent notamment de suivre l'évolution de la structure aux différentes phases de formation.

Dans une plus grande échelle d'investigation, des techniques, utilisant la caractérisation des ondes optiques (ondes évanescentes ou dispersion de lumière), permettent de mesurer la taille moyenne des particules en solution [20]. Suivant la concentration des matériaux, les méthodes de spectroscopie ultrasonore et de spectroscopie électroacoustique, permettent de fournir des informations de dimension particulaire plus fiables à partir des phénomènes de dispersion [21].

Même si toutes ces mesures sont complémentaires, il est toutefois difficile d'en extraire une relation objective entre les informations structurales et leur comportement rhéologique quelle que soit l'échelle d'investigation. Dans cette optique, l'utilisation des rayons X, Neutron petits angles (SAX ou *Small-Angle X-ray*) ou grand angles (SAN ou *Small-Angle Neutron*), permet de déterminer les différentes dimensions structurales caractéristiques allant du nanomètre au micromètre [22]. Mais pour relier les informations macroscopiques (apparence, consistance, viscoélasticité apparente, stabilité) aux informations structurales, des techniques couplées ont vu le jour.

## I.2.2 Systèmes rhéologiques : vers des systèmes multi-physiques

Entre liquide et solide, les propriétés rhéologiques de ces matériaux s'avèrent être des caractéristiques clés permettant de les analyser. Elles permettent en effet de décrire non seulement l'état de la matière à l'échelle considérée (consistance, capacité à s'écouler, stabilité) mais peuvent être corrélées à des informations structurales dans l'échelle d'investigation considérée.

Compte tenu des interactions multi-échelles en jeu, les outils de mesure classique en rhéologie (viscosimètres capillaires, à chute de bille, rhéomètres rotatifs) ne suffisent pas à eux seuls pour faire une étude rhéologique complète de la matière molle [23]. Le couplage de techniques de mesure d'écoulement à certaines des techniques précédentes apportent des informations comportementales de la structure sous l'action de l'écoulement [23]. Il offre l'opportunité d'établir expérimentalement la relation entre l'écoulement, son action sur la structure du matériau et la conséquence en termes de comportement rhéologique.

Ces techniques multi-physiques utilisent dans leur principe, d'une part une sollicitation mécanique appliquant une contrainte ou une déformation favorisant l'écoulement, et d'autre part une partie de mesure (souvent sans contact) du paramètre physique souhaité à l'échelle micrométrique. Une revue détaillée de ces techniques, réalisée en 2012 dans le cadre des travaux du groupe français de rhéologie [24], permet d'en synthétiser leur complémentarité.

Outre les techniques optiques directes ou de microscopie sous écoulement, les techniques de diffusion sous écoulement s'appuyant sur les différences d'indice de réfraction assurent un suivi temporel de la structure (à l'échelle des entités diffusantes) sous l'action de l'écoulement. Certaines hypothèses à la base de la rhéométrie basse fréquence ont pu ainsi être mises en défaut expérimentalement, conduisant à remettre en cause l'analyse classique du

comportement rhéologique de certains matériaux. Du point de vue de l'instrumentation, ces techniques rhéo-optiques ont notamment pu montrer l'existence d'hétérogénéités de champ d'écoulement engendrant en rhéométrie classique des erreurs de mesure et d'interprétation importantes.

De ce fait, il est apparu important d'avoir une cartographie des champs de vitesses de déformation : la connaissance du champ de vitesse local et de la contrainte résultante permet de construire les courbes de viscosité en fonction du taux de cisaillement local. Ce type d'étude ouvre effectivement un champ d'investigation important contribuant à l'amélioration de la compréhension des interactions intrinsèques.

La rhéométrie par RMN s'inscrit totalement dans cette dynamique. L'apport de la rhéo-RMN va d'ailleurs au-delà puisqu'elle donne accès à plusieurs grandeurs caractéristiques simultanément (vitesse, concentration, et données structurales) [25], [26]. Elle permet grâce à l'IRM (*Imagerie par Résonance Magnétique*) de l'hydrogène en particulier d'imager la majorité des fluides complexes du marché. Les produits exclus sont ceux qui interagissent directement avec les champs électromagnétiques : fluides trop conducteurs électriquement (solutions salines très concentrées), ferro-fluides, suspensions de particules fortement paramagnétiques.

Les techniques rhéo-ultrasonores à ondes de compression peuvent alors prendre le relais avec, dans certaines conditions, la possibilité d'obtenir de meilleures résolutions spatiales et temporelles [27], [28]. La technique USV (*Ultrasonic speckle velocimetry*) s'appuyant sur l'effet doppler est par exemple particulièrement adaptée pour caractériser l'écoulement d'un fluide. Les réflexions multiples des ondes ultrasonores de compression (speckle) hautes fréquences ( $> \text{MHz}$ ) permettent alors de déterminer la distribution locale de la vitesse dans le fluide complexe sous cisaillement [29]. Ce speckle traduit en effet la répartition des différents diffuseurs structuraux le long du faisceau ultrasonore. Par interprétation des corrélations entre deux speckles obtenus après deux tirs consécutifs, il est possible de déterminer le profil de vitesse sous écoulement avec une résolution spatiale de quelques dizaines de micromètres.

La vélocimétrie ultrasonore peut ainsi être couplée pour des mesures de vitesses locales au cours d'expériences de rhéométrie standard. Cette technique impulsionale de mesure de temps de vol nécessite néanmoins une quantité d'énergie mécanique suffisante et est difficile à déployer "in situ" dans leurs versions couplées. Pourtant les ondes ultrasonores peuvent être utilisées pour des mesures rhéologiques "in-situ" et les systèmes instrumentaux associés peuvent à eux seuls mesurer des comportements à l'échelle millimétrique ou en deçà [30]–

[34]. Le nouveau système développé dans cette thèse s'inscrit potentiellement dans ce double objectif. Il s'appuie sur une technique de micro-rhéologie ultrasonore à ondes de cisaillements développée au laboratoire pour étudier en régime harmonique les fluides complexes [35], [36].

## I.3 La micro-rhéologie : une science adaptée

### I.3.1 Grandeurs rhéologiques caractéristiques

En mécanique des fluides comme en mécanique des solides, il est possible de décrire le comportement d'un matériau visqueux (fluide) ou d'un matériau élastique (solide) au travers de relations reliant la contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\gamma$ .

Le principe fondamental de la dynamique établit des équations communes aux fluides et aux solides reliant ces grandeurs à celle qui traduit la conservation de la quantité de mouvement. Sous une forme locale, il décrit les déplacements ou les vitesses d'un élément de volume infinitésimal en fonction des contraintes associées.

Si l'ensemble des contraintes dans le milieu est parfaitement connu, la solution de cette équation différentielle permet, en théorie, de connaître le déplacement de chaque particule dans l'espace et dans le temps. Elle permet en l'occurrence d'en déduire l'équation de propagation de l'onde de pression, si la perturbation est suffisamment faible.

Du point de vue instrumental, il est difficile d'accéder aux valeurs des contraintes dans le milieu. Au mieux, seules les contraintes aux limites du matériau peuvent être imposées et mesurées. Les seules informations accessibles sont donc intégratives. On considère alors le matériau complexe comme un milieu équivalent homogène et isotrope. Les caractéristiques rhéologiques telles que la viscosité et l'élasticité se déduisent alors des résultats connus de la théorie des fluides et des solides [37] :

- Pour un fluide (uniquement visqueux), c'est le taux de déformation (ou vitesse de déformation) qui est proportionnel à la contrainte (loi de Newton).
- Dans le cas des solides (élastiques), la déformation s'exprime directement en fonction de la contrainte (loi de Hooke).

Le comportement de nos matériaux viscoélastiques nécessite une combinaison des deux

approches.

### I.3.2 Propriétés viscoélastiques et temps de relaxation

Pour la matière molle, la contrainte résultante à une déformation dépend de l'enchainement des interactions entre éléments de volume. En phase sol (liquide incluant des macromolécules en solution), le comportement du milieu aux différentes échelles s'approche de celui d'un fluide homogène. On caractérise alors ce fluide par son aptitude à s'écouler. En régime dynamique linéaire<sup>2</sup>, le lien entre la contrainte et la déformation est représentatif de l'inertie du fluide. Tant que les macromolécules sont suffisamment petites, le fluide peut être considéré comme un fluide newtonien : la contrainte est donc directement proportionnelle au gradient de vitesse (c'est-à-dire au taux de cisaillement).

Lors du processus d'interconnexion des macromolécules, ce facteur de proportionnalité (appelé viscosité dynamique  $\eta$ ) n'est plus constant en fonction du taux de cisaillement. Le matériau est alors plus rigide : les forces entropiques, perpendiculaires au cisaillement, tendent à restaurer la forme initiale des macromolécules ou de la structure. Ce comportement élastique, connu en particulier pour les solides, n'implique néanmoins pas que la contrainte et provoque instantanément une déformation (ou vice versa). Dans le cas des matériaux viscoélastiques, la déformation continue d'évoluer pendant un temps caractéristique alors même que la contrainte appliquée est annulée.

Dans le cas des petites déformations et des petites contraintes, ce comportement s'explique en théorie par une interdépendance de l'ensemble des interactions inter et intra-macromoléculaires : les effets liés à la rigidité  $G$  et à la viscosité se superposent alors. Le lien entre la contrainte et la déformation dans ce type de matériaux viscoélastiques isotropes peut alors être décrit par l'équation différentielle généralisée suivante [38] :

$$\sigma_{ij} + \sum_m A_m \frac{\partial^m \sigma_{ij}}{\partial t^m} = G_0 \gamma_{kl} + \sum_n B_n \frac{\partial^n \gamma_{kl}}{\partial t^n} \quad (1-1)$$

où  $G_0$  est la rigidité statique,  $t$  le temps,  $\sigma_{ij}$  et  $\gamma_{kl}$  représentent les tenseurs des contraintes et des déformations du second ordre<sup>3</sup>. Les coefficients  $A_m$  et  $B_n$  sont des constantes correspondant respectivement à l'ordre  $m$  et  $n$ . Ces ordres n'ont pas de signification physique

<sup>2</sup> Les phénomènes de convection sont négligeables

<sup>3</sup> Notons que nous omettons les symboles somme en utilisant la convention de sommation d'Einstein. Ainsi dans l'espace  $i, j$  varient de 1 à 3 avec  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$  en vertu de la conservation de la matière. Idem pour  $\gamma_{kl}$ .

évidente, mais ils permettent d'expliciter les différents temps caractéristiques représentatifs des interactions multiples dans le matériau.

La modélisation des liens temporels entre la contrainte et la déformation du matériau s'apparente alors aux études des systèmes linéaires connus dans l'étude des systèmes asservis. L'étude en régime transitoire du matériau est d'ailleurs un des moyens classiquement utilisés en rhéologie pour caractériser la viscosité et la rigidité globale du matériau. Les matériaux viscoélastiques sont par exemple approchés par des modèles mécaniques simplifiés, de Kelvin-Voigt (plutôt pour les solides) ou de Maxwell (plutôt pour les liquides), à l'aide de ressorts et d'amortisseurs.

Ils permettent d'approcher la réponse indicielle par une somme d'exponentielles amorties de temps caractéristiques propres.

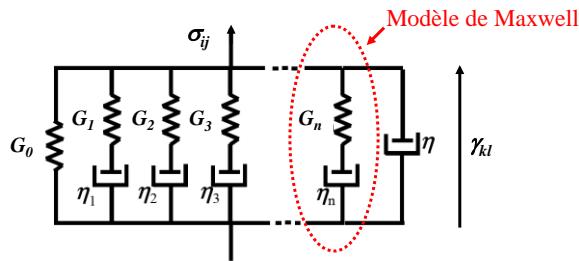


Figure I-2 : Exemple de modèle mécanique représentatif des matériaux viscoélastiques isotropes : modèle généralisé de Maxwell. Ce modèle est constitué de  $n$  branches de Maxwell en parallèle ayant chacune un module de rigidité  $G_i$  et une viscosité  $\eta_i$  propre.

A en croire les études statistiques faites par P. E. Rouse pour les polymères, le nombre de temps caractéristiques significatifs est proche de l'infini car il dépend de l'échelle d'observation considérée [39]. Pour caractériser les fluides complexes, une distribution continue des temps de relaxation est donc plus appropriée.

Le matériau peut être présenté comme un système linéaire dont la fonction de transfert relie la contrainte à la déformation. Le lien temporel est en effet défini à partir d'un produit de convolution :

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t g(t-t') \frac{\partial \gamma(t')}{\partial t'} dt' \quad (1-2)$$

$g(t)$  étant le module continu de relaxation des contraintes de cisaillement défini par :

$$g(t) = \int_0^{\infty} G(\tau) e^{-\frac{t}{\tau}} d\tau \quad (1-3)$$

où  $G(\tau) d\tau = \frac{\eta}{\tau} d\tau$  et représente les contributions à la viscosité totale  $\eta$  de tous les éléments de Maxwell, dont les temps de relaxation sont compris entre  $\tau$  et  $\tau + d\tau$ .

La représentation schématique suivante du matériau viscoélastique caractérisé par le module de relaxation  $g(t)$  est alors pertinente.

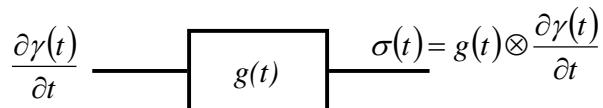


Figure I-3 : Représentation schématique du matériau dans le domaine temporel.

Expérimentalement, l'identification dans le domaine temporel de cette fonction est très compliquée. Il est plus confortable d'utiliser l'hypothèse de causalité de  $g(t)$  afin de chercher à caractériser le matériau dans le domaine spectral.

### I.3.3 Module complexe de cisaillement

En régime harmonique, le produit de convolution s'écrit en fonction de la pulsation  $\omega$ . En introduisant les notations complexes, ce produit devient :

$$\tilde{\sigma}(t, \omega) = \tilde{\gamma}(t, \omega) \left( j\omega \int_0^{\infty} g(u) e^{(-j\omega u)} du \right). \quad (1-4)$$

Par identification avec la loi de Hooke, la grandeur complexe macroscopique qui peut caractériser le matériau viscoélastique est donnée par le module complexe de cisaillement  $G^*(\omega)$  (correspondant au terme entre parenthèses dans l'équation (1-4)). Il est analogue à une rigidité complexe apparente reliant la contrainte à la déformation et correspond à la transformée de Fourier du module de relaxation :

$$G^*(\omega) = G'(\omega) + jG''(\omega) = j\omega \int_0^{\infty} g(t) e^{(-j\omega t)} dt. \quad (1-5)$$

Le module de conservation  $G'(\omega)$ , en phase avec la déformation, est associé à la réponse

élastique mesurant la rigidité du matériau. Ce module est aussi appelé le module élastique. Le module de perte  $G''(\omega)$  étant en quadrature avec la déformation, est associé au taux de déformation. Il est représentatif, de ce fait, du comportement visqueux du matériau.  $G''(\omega)$  est d'ailleurs également appelé module visqueux. D'un point de vue énergétique, il est courant que l'angle de perte mécanique soit considéré. Il est donné par :

$$\tan \delta = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad (1-6)$$

Accéder au module complexe de cisaillement  $G^*(\omega)$ , à l'aide d'un système instrumental, revient à étudier le matériau viscoélastique en régime harmonique établi. Il nous donne une image des interactions de la structure dans une échelle d'investigation donnée, liée à la fréquence d'oscillation de la déformation.

Comme tout système linéaire en régime harmonique, un matériau viscoélastique peut être symbolisé dans le domaine spectral, par la fonction de transfert reliant la contrainte à la déformation (ou au taux de déformation).

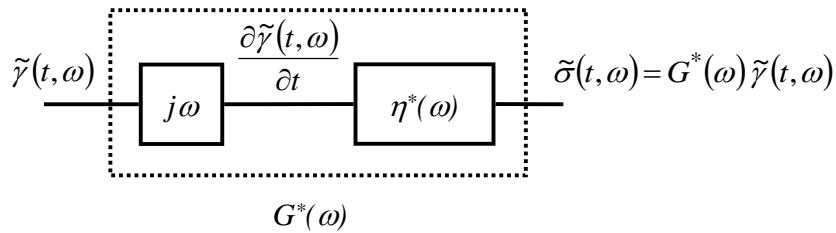


Figure I-4 : Module complexe de cisaillement : fonction de transfert équivalente. Notons que par identification avec la loi de Newton, on peut définir une viscosité complexe  $\eta^*$  également caractéristique des matériaux viscoélastiques.

## I.4 Techniques de mesures micro-rhéologiques

Suivant la fréquence d'investigation, on peut isoler un spectre étroit de constantes de temps représentatives de l'échelle d'investigation. Une des techniques expérimentales qui permet de remonter à des informations micro-rhéologiques pouvant illustrer cette théorie dans un large spectre est optique. Elle utilise le mouvement brownien des particules pour remonter statistiquement aux propriétés viscoélastiques en fonction de la fréquence et notamment à l'échelle micrométrique [40]–[42]. Cette méthode nécessitant un savoir-faire très important reste néanmoins peu utilisée malgré sa résolution. L'extraction fastidieuse des informations à partir des données numériques nécessite en fait une analyse complexe et couteuse en

ressources informatiques justifiant très certainement son utilisation limitée. Le principe retenu dans cette thèse est plutôt qualifiable de micro-rhéologie active. Pour assurer à l'échelle micrométrique le suivi d'un fluide complexe, on utilise une onde ultrasonore de cisaillement à une fréquence de quelques MHz.

#### I.4.1 Principe de mesure ultrasonore à ondes de cisaillement

La technique de mesure de la réponse à une contrainte de cisaillement harmonique appliquée, s'inspire de la technique microbalance utilisant un résonateur à quartz de coupe AT [43], [44]. Une première adaptation du capteur et du modèle mécanique et électrique a été nécessaire pour remonter à l'évolution des modules  $G'(\omega)$  et  $G''(\omega)$ .

Par son mouvement de cisaillement harmonique, ce type de résonateur peut générer des ondes de cisaillement lorsqu'il est en contact avec un fluide complexe. L'onde propagée étant forcement évanescante le capteur ne peut fonctionner qu'en Emission/Réception. Le dépôt du fluide sur l'une des faces modifie en effet les conditions d'adaptation d'impédance. Il engendre une variation des conditions de résonance du résonateur à quartz due à l'onde de cisaillement dans le matériau.

Dues aux propriétés piézoélectriques du capteur, ces informations sont accessibles par une mesure de l'impédance électrique du quartz autour de sa fréquence de résonance. Compte tenu des forts coefficients de qualités que peuvent atteindre ces capteurs, les valeurs d'impédance autour de la résonance sont particulièrement faibles. La réponse à la résonance est alors souvent noyée dans le bruit électronique. Il devient préférable de mesurer l'admittance électrique du quartz notée  $Y_e$  lorsque celui-ci est immergé dans une cellule contenant le matériau étudié (voir figure ci-dessous).

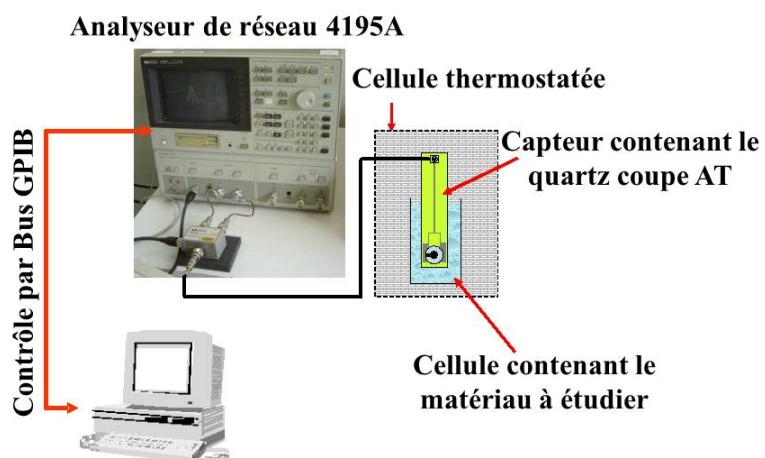


Figure I-5 : Banc de mesure rhéologique haute fréquence.

L'ensemble "cellule-capteur" est maintenu à température fixe de façon à minimiser les effets indésirables dus à la variation de température. Les mesures à intervalle de temps régulier permettent d'assurer le suivi de l'admittance au cours de la formation du matériau. Les tracés ci-dessous montrent l'évolution typique de l'admittance, dans un plan complexe, pour deux fluides complexes en formation : un gel de silice et un yaourt [45], [46].

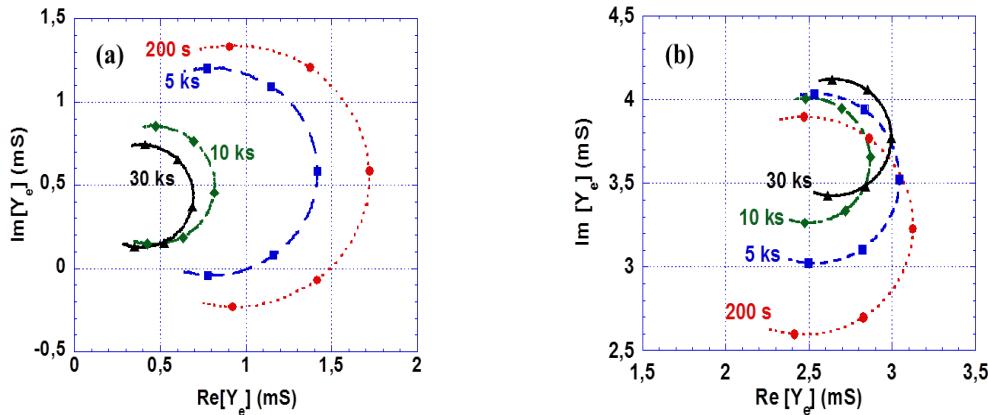


Figure I-6 : Admittance  $Y_e$  dans le plan complexe du quartz chargé (a) par un gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ; taux d'hydrolyse = 8 ; Température = 25°C) ; (b) par un yaourt élaboré à partir d'un lait acidifié ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  ; Température = 37,5°C).  $[Si]_0$  est la concentration molaire de Silice,  $[GDL]$  est la concentration molaire de GDL (glucono- $\delta$ -lactone).

Chaque portion de cercle correspond à la réponse fréquentielle de l'admittance autour de la résonance (ici 6 MHz) à un instant précis du processus de formation. Entre la première mesure en phase liquide (à  $t = 200 \text{ s}$ ), et la dernière mesure en phase gel (à  $t = 30 \text{ ks}$ ), le diamètre des cercles diminue quel que soit le processus de gélification étudié. En revanche, selon la forme des électrodes [47], [48], l'évolution des caractéristiques électriques de chacun des matériaux, modifie la position des cercles de manière différente et significative. La modélisation des interactions électriques et mécaniques entre le transducteur et le matériau est donc nécessaire pour caractériser sa structuration. Ce travail de modélisation et l'étude de validité d'un nouveau modèle électrique a été réalisé dans le cadre d'une thèse antérieure du laboratoire pour des électrodes classiques dont la forme est décrite dans l'annexe A [35].

L'impédance mécanique équivalente à la surface du quartz dépend surtout des interactions mécaniques entre le capteur et le matériau.

#### I.4.2 Modélisation des interactions entre le capteur et le matériau

Différentes approches développées dans la littérature permettent de modéliser le comportement mécanique du transducteur chargé. Elles utilisent une représentation équivalente constituée soit d'une ligne de transmission mécanique [49], soit d'un circuit

électrique à éléments localisés autour de la fréquence résonance [50]. La validité des équivalences dépend de la nature du matériau en contact et limite son utilisation à la caractérisation des liquides peu visqueux (non conducteurs) ou des gaz en contact avec le quartz [51].

Pour nos matériaux viscoélastiques, deux problèmes majeurs se posent :

- La mesure est perturbée par un effet d'inertie qui dépend à la fois des propriétés viscoélastiques du matériau et des aspérités de l'électrode en contact.
- Les propriétés électriques du matériau au cours de leur formation sont susceptibles d'évoluer et de modifier les conditions de propagation de l'onde mécanique dans le capteur, affectant de manière significative sa sensibilité.

Le modèle démontré en annexe A tient compte de ces effets afin d'extraire le plus précisément possible l'évolution des propriétés viscoélastiques du matériau en contact.

Du point de vue mécanique, on peut assimiler le transducteur à quartz à une ligne de transmission d'impédance caractéristique  $Z_q$  et de longueur  $h$  (épaisseur de l'élément piézoélectrique). Les conditions de résonance dépendent de la désadaptation d'impédance mécanique aux extrémités (au niveau des électrodes). Lorsque le capteur est uniquement au contact de l'air (transducteur à vide), les bornes de la ligne de transmission sont court-circuitées. En charge (en présence du matériau), la ligne est chargée par une impédance mécanique caractéristique des interactions entre le capteur et le matériau. A la surface de contact, cette impédance s'exprime par le rapport entre la contrainte appliquée et la vitesse de déplacement au niveau de l'électrode. Ceci explique, d'une certaine manière, que les conditions de résonance du capteur soient modifiées par les caractéristiques du matériau en contact. Une description macroscopique des interactions permet de distinguer deux effets.

#### I.4.2.1 L'effet d'inertie

Il peut s'expliquer en utilisant l'étude réalisée par Sauerbrey [43] pour la microbalance à quartz chargée par un film mince parfaitement rigide. Dans ce cas, le mouvement du film mince reste synchrone avec celui de l'électrode et de même amplitude. Le rapport entre la contrainte et la vitesse dépend alors de la masse volumique  $\rho_{film}$  et de l'épaisseur  $h_{film}$  du film déposé. L'impédance mécanique à la surface de l'électrode ne dépend alors que de l'inertie du matériau (par analogie avec la microbalance cet effet est appelé effet de masse) :

$$Z_{masse} = j \omega \rho_{film} h_{film} \quad (1-7)$$

Il en est de même si le fluide complexe est déposé sur l'électrode [52], [53]. Dû à l'état de surface de l'électrode, on peut distinguer deux zones du fluide pour lesquelles les réponses à la sollicitation sinusoïdale sont différentes. La première est une zone dans laquelle le fluide est piégé dans les aspérités ; le comportement du fluide dans cette zone est par conséquent comparable à celui d'un film rigide. La seconde répond à la sollicitation selon les lois de propagation des ondes dans le fluide ; le comportement est alors uniquement lié aux propriétés viscoélastiques du fluide complexe.

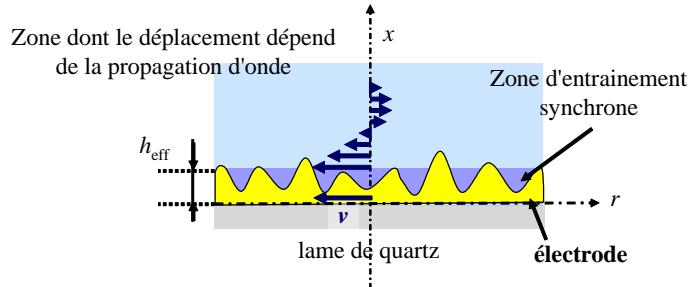


Figure I-7 : Effet d'inertie lié aux aspérités dans le cas des fluides.

La délimitation entre ces deux zones n'est évidemment pas clairement définie. Il est commode de définir néanmoins une épaisseur effective  $h_{\text{eff}}$  les délimitant. A l'échelle de la particule, cette épaisseur dépend des liaisons entre les particules du matériau qui impliquent un déplacement homogène identique à celui de l'électrode. Du point de vue macroscopique, elle est principalement liée au rapport entre le volume total du liquide piégé et l'aire de l'électrode en contact avec le liquide.

L'effet de masse s'ajoute donc à l'effet dû aux propriétés viscoélastiques du matériau.

#### I.4.2.2 L'effet lié aux propriétés viscoélastiques du milieu

La sollicitation sinusoïdale de l'électrode en contact avec le matériau viscoélastique impose une onde ultrasonore. Si l'on ne tient compte que des effets liés à la propagation de l'onde ultrasonore, l'impédance mécanique à la surface de l'électrode est alors celle de l'impédance caractéristique du matériau, soit :

$$Z_{\text{vs}} = \left( \rho_{\text{mat}} G^*(\omega) \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1-8)$$

où  $\rho_{\text{mat}}$  est la masse volumique du matériau en contact. En introduisant les modules élastiques et visqueux, l'équation devient alors :

$$Z_{\text{vs}} = \sqrt{\frac{\rho_{\text{mat}} (|G^*(\omega)| + G'(\omega))}{2}} + j \sqrt{\frac{\rho_{\text{mat}} (|G^*(\omega)| - G'(\omega))}{2}} \quad (1-9)$$

**Dans le cas d'un fluide newtonien** (liquide uniquement visqueux), l'eau par exemple,  $G'(\omega)$  est nul et  $G''(\omega)$  ne dépend que de la viscosité dynamique  $\eta$  et de la fréquence d'excitation. **Les parties réelle et imaginaire de l'impédance sont alors égales**. Si le liquide est faiblement visqueux, les faibles variations de la fréquence (inférieures à 1% autour de la fréquence de résonance), impliquent que l'impédance mécanique dépend essentiellement de  $\sqrt{\rho_{\text{mat}} \eta}$  conformément aux résultats observés dans la littérature [50], [54].

De ces deux effets, il en résulte que le transducteur en contact avec le matériau est, du point de vue mécanique, analogue à une ligne de transmission chargée par une impédance mécanique totale donnée par :

$$Z_L = \sqrt{\frac{\rho_{\text{mat}} (|G^*(\omega)| + G'(\omega))}{2}} + j \left( \sqrt{\frac{\rho_{\text{mat}} (|G^*(\omega)| - G'(\omega))}{2}} + \omega \rho_{\text{mat}} h_{\text{eff}} \right) \quad (1-10)$$

Cette expression constitue une généralisation de toutes les expressions de la littérature qui ne traitent que des cas particuliers. En utilisant le modèle électrique décrit en annexe A, l'impédance électrique de la charge de surface est directement proportionnelle, à une constante de transformation électromécanique prêt (voir équation A-36).

#### I.4.3 Suivi des caractéristiques à l'échelle du micromètre

A partir des réponses électriques du capteur à vide puis en charge au cours de la formation du matériau, l'identification systématique des différents éléments du circuit permet de caractériser l'évolution du matériau. On en déduit, en particulier, l'impédance électrique  $Z_{\text{load}}$  qui dépend des effets inertIELS et des effets purement viscoélastiques du matériau en contact.

Dans le cas des gels et yaourts élaborés à partir d'eau (pris en exemples précédemment), le fluide est considéré comme un liquide newtonien au début de la phase liquide. C'est à partir de cette étape que les effets inertIELS peuvent être extraits. Les parties réelle  $R_{\text{load}}$  et imaginaire  $X_{\text{load}}$  de l'impédance électrique liée aux uniques effets viscoélastiques peuvent ainsi être isolées pour suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques du matériau.

Grâce à la prise en compte des effets électriques, les valeurs  $R_{\text{load}}$  et  $X_{\text{load}}$  permettent de suivre les premières étapes du gel de silice en formation ou du yaourt obtenu à partir de l'acidification du lait. Ces valeurs sont représentées en fonction du temps du processus sur les

courbes suivantes.

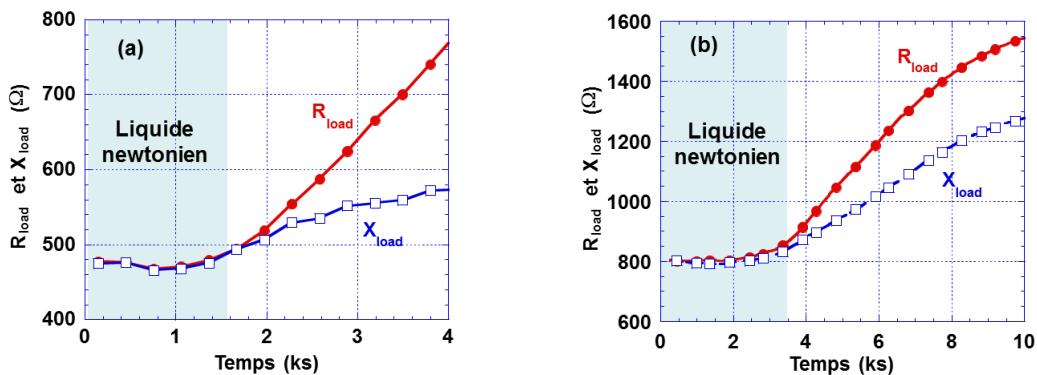


Figure I-8 : Variation typique de partie réelle  $R_{load}$  et de la partie imaginaire  $X_{load}$  à 6 MHz (a) par un gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ; Taux d'hydrolyse = 8 ; Température = 25°C) ; (b) par un lait ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  ; Température = 37,5°C).  $[Si]_0$  est la concentration molaire de Silice,  $[GDL]$  est la concentration molaire de GDL (glucono- $\delta$ -lactone)

Sur les deux courbes on remarque que  $R_{load}$  et  $X_{load}$  se superposent jusqu'à un temps caractéristique de la gélification. Cet instant est représentatif de l'apparition de propriétés élastiques des matériaux.

Les variations des parties réelles et imaginaires  $R_{load}$  et  $X_{load}$  de l'impédance autour des fréquences de résonance, permettent de calculer les évolutions des modules élastique  $G'$  et visqueux  $G''$  correspondants. Les figures ci-dessous montrent l'évolution typique de ces deux paramètres en fonction du temps pour un gel de silice et un yaourt en formation à 6 MHz (fréquence fondamentale).

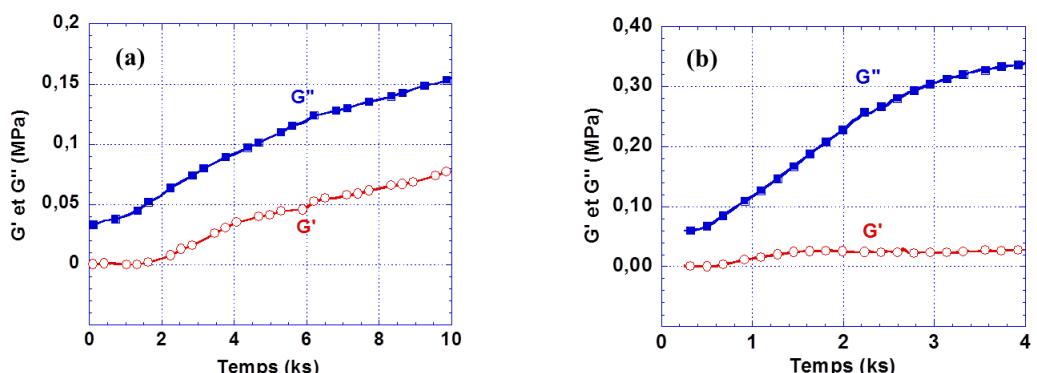


Figure I-9 : Variation typique du module élastique  $G'$  et du module visqueux  $G''$  à 6 MHz pour (a) par le gel de silice ( $[Si]_0 = 1,6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ; Taux d'hydrolyse = 8 ; Température = 25°C) ; (b) par le yaourt ( $[GDL] = 26 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  ; Température = 37,5°C).

Dans le cas de matériaux plus complexes tels que des matériaux hybrides dans lesquels deux réseaux sont interpénétrés, l'analyse micro-rhéologique permet de déceler l'effet de la cinétique de structuration des différents réseaux (Figure I-10 (a)) voire de restructurations dans le cas des yaourts en formation (Figure I-10 (b)). Comme le montre cette dernière figure, on peut remarquer, qu'au cours de l'acidification du lait (donc de la gélification en yaourt),

l'angle de perte passe par un minimum avant d'atteindre un palier. Ce minimum est en fait représentatif des restructurations à l'échelle micrométrique expliquées et observées par ailleurs lorsque la température d'incubation ou lorsque l'acidification sont très fortes [55], [56].

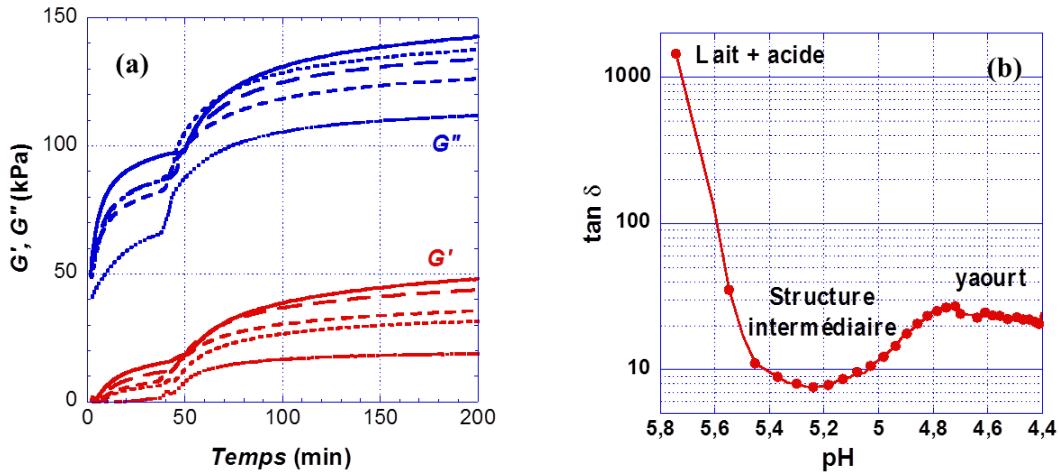


Figure I-10 : (a) Evolution d'un gel hybride de PHEA/ $SiO_2$  à différents taux de silice [57] ; (b) comportement viscoélastique typique d'une restructuration lors de la formation de yaourt [46].

## I.5 Conclusion

Quels que soient le fluide complexe innovant développé et l'application visée, les conditions initiales d'élaboration influent considérablement sur les propriétés viscoélastiques finales, la texture du matériau et son application. Les techniques de mesure couplées et notamment micro-rhéologiques sont d'évidence les plus adaptées non seulement pour progresser en matière de compréhension des mécanismes d'interactions intrinsèques, mais également pour optimiser l'élaboration du matériau qui devient de plus en plus sophistiquée.

La technique ultrasonore développée au laboratoire permet ainsi d'optimiser ce type de matériaux grâce à un suivi en temps réel de sa formation à l'échelle micrométrique. Son principe de mesure et les ressources instrumentales nécessaires sont suffisamment simples et portables pour envisager de l'implanter "in-situ". Pour les applications alimentaires ou en lien avec les sciences du vivant, il est néanmoins préférable d'avoir une mesure sans contact non invasive pour des raisons d'hygiène ou d'accessibilité. L'inconvénient majeur pour l'implanter est donc précisément le mode d'excitation du capteur ultrasonore qui nécessite un contrôle filaire. **Lever ce verrou est précisément la motivation première du travail de thèse présenté dans les chapitres suivants.**

## I.6 Références

- [1] E. Brézin, *Demain, la physique*, O. Jacob S. France, 2004, p. 377.
- [2] P.-G. de Gennes, *Scaling Concepts in Polymer Physics*. 1979, p. 324.
- [3] C. J. Brinker, *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*. 1990, p. 908.
- [4] C. Sanchez, “State of the art developments in functional hybrid materials,” *J. Mater. Chem.*, vol. 15, no. 35–36, p. 3557, 2005.
- [5] C. Sanchez, B. Julián, P. Belleville, and M. Popall, “Applications of hybrid organic–inorganic nanocomposites,” *J. Mater. Chem.*, vol. 15, no. 35–36, p. 3559, 2005.
- [6] F. Mammeri, E. Le Bourhis, L. Rozes, and C. Sanchez, “Mechanical properties of hybrid organic–inorganic materials,” *J. Mater. Chem.*, vol. 15, no. 35–36, p. 3787, 2005.
- [7] P. Gomez-Romero and C. Sanchez, “Hybrid materials. Functional properties. From Maya Blue to 21st century materials,” *New J. Chem.*, vol. 29, no. 1, p. 57, 2005.
- [8] C. Sanchez, P. Belleville, M. Popall, and L. Nicole, “Applications of advanced hybrid organic–inorganic nanomaterials: from laboratory to market.,” *Chem. Soc. Rev.*, vol. 40, no. 2, pp. 696–753, Feb. 2011.
- [9] G. Vilar, J. Tulla-Puche, and F. Albericio, “Polymers and drug delivery systems.,” *Curr. Drug Deliv.*, vol. 9, no. 4, pp. 367–94, Jul. 2012.
- [10] N. Martinho, “Recent Advances in Drug Delivery Systems,” *J. Biomater. Nanobiotechnol.*, vol. 02, no. 05, pp. 510–526, 2011.
- [11] H. Belatel, M. Boissière, E. Caplain, N. Wilkie-Chancellor, S. Serfaty, and V. Larreta-Garde, “Photostimulable Hydrogel for Drug delivery,” in *E-MRS (European Materials Research Society) Spring Meeting, Strasbourg*, 2012, pp. 14–18 mai–14–18 mai.
- [12] T. M. Clausen, P. K. Vinson, J. R. Minter, H. T. Davis, Y. Talmon, and W. G. Miller, “Viscoelastic micellar solutions: microscopy and rheology,” *J. Phys. Chem.*, vol. 96, no. 1, pp. 474–484, Jan. 1992.
- [13] J.-Y. Kim, J.-Y. Song, E.-J. Lee, and S.-K. Park, “Rheological properties and microstructures of Carbopol gel network system,” *Colloid Polym. Sci.*, vol. 281, no. 7, pp. 614–623, Jul. 2003.
- [14] J. Dodds, G. Rasteiro, B. Scarlett, R. Weichert, and R. Williams, “From Particle Size Analysis (PSA 1970) to Particulate Systems Analysis (PSA 2003),” *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 82, no. 12, pp. 1533–1540, Dec. 2004.

- [15] R. Borsali and R. Pecora, *Soft-Matter Characterization*, Springer. 2008, p. 1452 In 2 volumes.
- [16] A. D. Dinsmore, E. R. Weeks, V. Prasad, A. C. Levitt, and D. A. Weitz, “Three-Dimensional Confocal Microscopy of Colloids,” *Appl. Opt.*, vol. 40, no. 24, p. 4152, 2001.
- [17] V. V. Tsukruk and S. Singamaneni, *Scanning Probe Microscopy of Soft Matter: Fundamentals and Practices*. Wiley-VCH; 1 edition, 2011, p. 661.
- [18] schatten, *Scanning Electron Microscopy for the Life Sciences*. Cambridge: Cambridge University Press, 2012.
- [19] A. S. Dukhin and P. J. Goetz, *Characterization of Liquids, Nano- and Microparticulates, and Porous Bodies using Ultrasound*. Elsevier, 2010, p. 518.
- [20] Bru P., Brunel L., Buron H., Cayré I., Ducarre X., Fraux A., Mengual O., Meunier G., de Sainte Marie A., and Snabre P., *Particle Sizing and Characterization*, vol. 881. Washington, DC: American Chemical Society, 2004, pp. 45–60.
- [21] A. S. Dukhin and P. J. Goetz, “Acoustic and electroacoustic spectroscopy for characterizing concentrated dispersions and emulsions.,” *Adv. Colloid Interface Sci.*, vol. 92, no. 1–3, pp. 73–132, Sep. 2001.
- [22] M. Ballauff, “SAXS and SANS studies of polymer colloids,” *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, vol. 6, no. 2, pp. 132–139, May 2001.
- [23] J.-L. Grossiord and A. Ponton, *La mesure en Rhéologie: des avancées récentes aux perspectives*. France: EDP Sciences, 2013, p. 384.
- [24] E. Peuvrel-Disdier, S. Manneville, G. Ovarlez, F. Pignon, and S. Rodts, “Apport de techniques couplées (diffusion de rayonnements, résonance magnétique, vélocimétrie ultrasonore) à la rhéologie,” *Rhéologie*, vol. 21, pp. 36–67, 2012.
- [25] D. Bonn, S. Rodts, M. Groenink, S. Rafaï, N. Shahidzadeh-Bonn, and P. Coussot, “Some Applications of Magnetic Resonance Imaging in Fluid Mechanics: Complex Flows and Complex Fluids,” *Annu. Rev. Fluid Mech.*, vol. 40, no. 1, pp. 209–233, Jan. 2008.
- [26] P. T. Callaghan, “Rheo NMR and shear banding,” *Rheol. Acta*, vol. 47, no. 3, pp. 243–255, Mar. 2008.
- [27] T. Gallot, C. Perge, V. Grenard, M.-A. Fardin, N. Taberlet, and S. Manneville, “Ultrafast ultrasonic imaging coupled to rheometry: principle and illustration.,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 84, no. 4, p. 045107, Apr. 2013.
- [28] L. Sandrin, S. Manneville, and M. Fink, “Ultrafast two-dimensional ultrasonic speckle velocimetry: A tool in flow imaging,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, no. 8, p. 1155, 2001.

- [29] S. Manneville, L. Bécu, and A. Colin, “High-frequency ultrasonic speckle velocimetry in sheared complex fluids,” *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, vol. 28, no. 3, pp. 361–373, Aug. 2004.
- [30] B. Cros, M. Pauthe, M. Rguiti, and J. Y. Ferrandis, “On-line characterization of silica gels by acoustic near field,” *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 76, no. 1–3, pp. 115–123, Jun. 2001.
- [31] M. Toubal, B. Nongaillard, E. Radziszewski, P. Boulenguer, and V. Langendorff, “Ultrasonic monitoring of sol–gel transition of natural hydrocolloids,” *J. Food Eng.*, vol. 58, no. 1, pp. 1–4, Jun. 2003.
- [32] G. Robin, F. V Meulen, L. Haumesser, J. Fortineau, G. Feuillard, N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, and P. Griesmar, “Monitoring of the nonlinear coefficient during silica gel formation using an ultrasonic self-calibrated method,” *Ultrasonics*, pp. 825–828, 2010.
- [33] N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, S. Serfaty, and P. Griesmar, “Lamb Wave Sensor for Viscous Fluids Characterization,” *IEEE Sens. J.*, vol. 9, no. 9, pp. 1142–1147, Sep. 2009.
- [34] N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, S. Serfaty, P. Griesmar, E. Caplain, J.-Y. Le Huérou, and M. Gindre, “Lamb mode reflections at the end of a plate loaded by a viscoelastic material.,” *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e863–8, Dec. 2006.
- [35] C. G. M. Ould Ehssein, “Système instrumental pour la rhéologie ultrasonore,” Université de Cergy-Pontoise, 2006.
- [36] E. Caplain, J.-M. Ringeard, S. Serfaty, L. Martinez, N. Wilkie-Chancellier, and P. Griesmar, “Microrheological monitoring of life cycle of yeast cell *Saccharomyces Cerevisiae*,” in *2011 IEEE International Ultrasonics Symposium*, 2011, pp. 1514–1517.
- [37] G. Duvaut, *Mécanique des milieux continus*, Dunod. Fance, 2001, p. 294.
- [38] R. M. Christensen, *Theory of Viscoelasticity*. 2003, p. 364.
- [39] P. E. Rouse, “A Theory of the Linear Viscoelastic Properties of Dilute Solutions of Coiling Polymers,” *J. Chem. Phys.*, vol. 21, no. 7, p. 1272, 1953.
- [40] T. Mason and D. Weitz, “Optical Measurements of Frequency-Dependent Linear Viscoelastic Moduli of Complex Fluids,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 74, no. 7, pp. 1250–1253, Feb. 1995.
- [41] J. Apgar, Y. Tseng, E. Fedorov, M. B. Herwig, S. C. Almo, and D. Wirtz, “Multiple-particle tracking measurements of heterogeneities in solutions of actin filaments and actin bundles.,” *Biophys. J.*, vol. 79, no. 2, pp. 1095–106, Aug. 2000.
- [42] M. H. Lee, D. H. Reich, K. J. Stebe, and R. L. Leheny, “Combined passive and active microrheology study of protein-layer formation at an air–water interface.,” *Langmuir*, vol. 26, no. 4, pp. 2650–8, Feb. 2010.

- [43] G. Sauerbrey, “Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung,” *Zeitschrift für Phys.*, vol. 155, no. 2, pp. 206–222, Apr. 1959.
- [44] D. A. Buttry and M. D. Ward, “Measurement of interfacial processes at electrode surfaces with the electrochemical quartz crystal microbalance,” *Chem. Rev.*, vol. 92, no. 6, pp. 1355–1379, Sep. 1992.
- [45] C. Ould Ehssein, S. Serfaty, P. Griesmar, J. Y. Le Huerou, L. Martinez, E. Caplain, N. Wilkie-Chancellier, M. Gindre, G. Gouedard, and P. Figuiere, “Kinetic study of silica gels by a new rheological ultrasonic investigation.,” *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e881–5, Dec. 2006.
- [46] C. Ould-Ehssein, S. Serfaty, P. Griesmar, J.-Y. Le Huérou, E. Caplain, L. Martinez, N. Wilkie-Chancellier, and M. Gindre, “Ultrasonic monitoring of yoghurt formation by using AT-cut quartz: lighting of casein micelles interactions process during the acidification.,” *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e875–9, Dec. 2006.
- [47] M. Rodahl, F. Höök, and B. Kasemo, “QCM Operation in Liquids: An Explanation of Measured Variations in Frequency and Q Factor with Liquid Conductivity.,” *Anal. Chem.*, vol. 68, no. 13, pp. 2219–27, Jul. 1996.
- [48] A. C. DE PAULA, M. FERRARI, D. M. SOARES, and V. FERRARI, “Modelling and Experiments on a Quartz Crystal Resonator Sensor for Conductivity Measurements of Low-Concentration Ionic Solutions,” *Sensors Transducers J.*, vol. 71, no. 9, pp. 711–720, 2006.
- [49] W. Mason, *Crystal physics of interaction processes*. New York edt: Academic Pr., 1966.
- [50] R. W. Cernosek, S. J. Martin, A. R. Hillman, and H. L. Bandey, “Comparison of lumped-element and transmission-line models for thickness-shear-mode quartz resonator sensors,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 45, no. 5, pp. 1399–1407, Sep. 1998.
- [51] H. L. Bandey, S. J. Martin, R. W. Cernosek, and a R. Hillman, “Modeling the Responses of Thickness-Shear Mode Resonators under Various Loading Conditions.,” *Anal. Chem.*, vol. 71, no. 11, pp. 2205–14, Jun. 1999.
- [52] A. Bund and G. Schwitzgebel, “Viscoelastic properties of low-viscosity liquids studied with thickness-shear mode resonators.,” *Anal. Chem.*, vol. 70, no. 13, pp. 2584–8, Jul. 1998.
- [53] M. V Voinova, M. Jonson, and B. Kasemo, “Missing mass effect in biosensor’s QCM applications.,” *Biosens. Bioelectron.*, vol. 17, no. 10, pp. 835–41, Oct. 2002.
- [54] A. Arnau, Y. Jiménez, and T. Sogorb, “Thickness-shear mode quartz crystal resonators in viscoelastic fluid media,” *J. Appl. Phys.*, vol. 88, no. 8, p. 4498, 2000.
- [55] D. S. Horne, “Casein Interactions: Casting Light on the Black Boxes, the Structure in Dairy Products,” *Int. Dairy J.*, vol. 8, no. 3, pp. 171–177, Mar. 1998.

- [56] T. Moschakis, “Microrheology and particle tracking in food gels and emulsions,” *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, vol. 18, no. 4, pp. 311–323, Aug. 2013.
- [57] J.-M. Ringeard, “Synthèse de matériaux hybrides par procédé sol-gel : optimisation des interactions biomolécules-matrice,” Université de Cergy-Pontoise, 2013.



---

# Chapitre II Nouveau capteur ultrasonore pour la micro-rhéologie à couplage inductif : TSMMA

---

## Sommaire

II.1	CONCEPT DU CAPTEUR TSMMA CONTROLABLE A DISTANCE.....	31
II.1.1	<i>Choix de l'architecture RF résonante.....</i>	31
II.1.2	<i>Modèle électrique de l'élément RF .....</i>	34
II.1.2.1	Condition de résonance .....	35
II.1.2.2	L'impédance caractéristique .....	36
II.1.2.3	Pertes du résonateur et choix du diélectrique .....	37
II.1.2.4	Modèle électrique équivalent à éléments discrets du résonateur RF.....	38
II.1.3	<i>Schéma électrique élémentaire du TSMMA .....</i>	39
II.2	MISE EN ŒUVRE D'UN PREMIER TSMMA A L'AIDE D'UN RESONATEUR MULTI-TOUR .....	40
II.2.1	<i>Calcul de l'inductance équivalente totale du résonateur multi-tour .....</i>	41
II.2.2	<i>Paramètres du résonateur multi-tour .....</i>	42
II.3	VALIDATION DU SYSTEME DE CARACTERISATION PAR INDUCTION.....	43
II.3.1	<i>Méthode de mesure en transmission.....</i>	43
II.3.2	<i>Méthode de mesure en réflexion .....</i>	44
II.3.3	<i>Nouvelle méthode de mesure d'impédance par réflectométrie .....</i>	44
II.3.4	<i>Validation de la méthode de mesure avec le TSMMA.....</i>	46
II.3.5	<i>Mise en évidence de la mesure d'impédance du TSM par induction .....</i>	47
II.4	INDUCTION DIRECTE D'UN TSM A ELECTRODES EN ANNEAU .....	51
II.4.1	<i>Dimensionnement des résonateurs .....</i>	51
II.4.2	<i>Validation du principe de mesure .....</i>	54
II.5	VERS UN MICRO-RHEOMETRE A COUPLAGE INDUCTIF .....	55
II.5.1	<i>Modélisation électrique du capteur en charge .....</i>	55
II.5.2	<i>Validation du concept par la caractérisation de fluide visqueux.....</i>	57
II.5.2.1	Extraction du paramètre de viscosité pour des fluides newtoniens.....	57
II.5.2.2	Validation par le suivi de mélanges eau-glycérol.....	58
II.6	CONCLUSION .....	60
II.7	REFERENCES.....	61

Les capteurs et systèmes de CND (*Contrôle Non Destructif*) à génération d'ondes ultrasonores et à couplage inductif les plus connus font partie de la famille des EMAT (*ElectroMagnetic Acoustic Transducers*) [1], [2]. Ils utilisent les forces de Lorentz pour générer des ondes ultrasonores à la surface du matériau. Le type d'ondes ultrasonores est contrôlé à distance par la conjonction de deux champs : un champ magnétique statique dont l'orientation est judicieusement imposée ; et un champ électromagnétique RF (*radiofréquence*) engendrant des courants de Foucault induits dans le matériau. Cette technique, à priori séduisante, car totalement sans contact, reste néanmoins d'une utilisation limitée. Les EMAT sont en effet énergétiquement peu performants impliquant une sensibilité très faible (amplitude des signaux captés de l'ordre de quelques  $\mu\text{V}$ ). Même si des variantes telles que les EMAR (*ElectroMagnetic Acoustic Resonance*) ont permis d'améliorer le rapport signal sur bruit, la difficulté de fabrication de ce type de transducteurs ne permet pas à l'heure actuelle de faire un saut technologique ouvrant le spectre applicatif. Leur utilisation n'est possible que pour des matériaux fortement conducteurs (pipelines, structures métalliques ...) [3], [4]. Compte tenu de la conductivité électrique classique des fluides complexes, le niveau d'énergie transmis dans le fluide ne permettrait pas de remonter aux propriétés viscoélastiques. Les transducteurs ultrasonores à ondes de cisaillement en contact restent de fait les seuls envisageables.

Si l'on se réfère au capteur TSM (*Thickness Shear Mode*) présenté dans le chapitre précédent et plus particulièrement à son modèle électrique équivalent présenté dans l'annexe A, l'existence d'une résistance statique parallèle  $R_0$  relativement élevée (d'environ  $100 \text{ k}\Omega$ ) laisse néanmoins envisager la possibilité de coupler un système inductif permettant un contrôle à distance.

Ce chapitre expose l'étude d'un nouveau concept de capteur électromagnétique-acoustique, commandé à distance par induction, pour la micro-rhéologie. Ce capteur basé sur un résonateur RF couplé à un TSM, désigné

capteur TSMMA (*Thickness Shear Mode Magneto-Acoustic*), est relativement complexe. Deux architectures différentes y sont proposées. Le système de mesure et le modèle électrique équivalent, permettant d'extraire de la mesure électrique les propriétés micro-rhéologiques, y sont détaillés. Enfin, une étape expérimentale de mesure d'impédancemétrie en présence de fluides newtoniens (mélanges eau-glycérol) validera le concept.

## II.1 Concept du capteur TSMMA contrôlable à distance

Afin d'être utilisé dans des zones inaccessibles ou d'éviter les contacts électriques avec la matière molle étudiée, le principe de base du TSMMA s'appuie sur le couplage de deux éléments : l'élément générateur d'ondes ultrasonores de cisaillement qui reste le disque de quartz en coupe AT (voir annexe A), puis son interconnexion avec une bobine inductive.

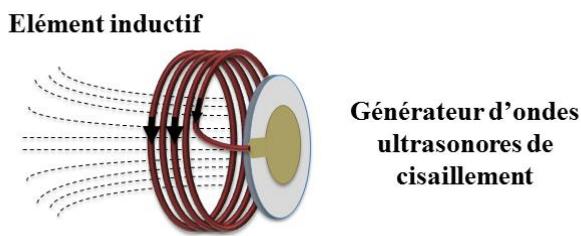


Figure II-1 : Concept du capteur TSMMA : schéma éclaté des éléments principaux.

Le TSM étant conçu pour résonner mécaniquement entre 5 et 6 MHz suivant l'épaisseur du substrat de quartz choisi, le système inductif proposé doit être sensible à un champ magnétique RF. Celui-ci doit en effet se comporter comme un générateur de courant, la difficulté consistant à générer une intensité de courant suffisamment importante pour exciter le TSM à la fréquence de résonance fondamentale ou aux harmoniques impaires.

### II.1.1 Choix de l'architecture RF résonante

Afin de fournir un courant suffisamment fort, la bobine doit donc être conçue pour résonner dans la même gamme de fréquence de résonance que le TSM. L'intensité du courant

induit ne dépend plus uniquement de l'intensité du champ magnétique RF induit, mais dépend également du coefficient de qualité du résonateur RF.

Dans cette gamme de fréquences (1 MHz - quelques centaines de MHz), plusieurs études dédiées à l'instrumentation pour l'IRM (*Imagerie par Résonance Magnétique*) ont montré qu'un résonateur constitué d'un élément inductif ayant une capacité d'accord localisée était peu efficace, tant du point de vue de l'homogénéité du champ rayonné que du coefficient de qualité obtenu [5], [6].

**Condensateur localisé**

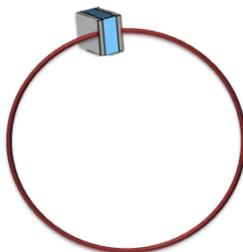


Figure II-2 : Résonateur à capacité d'accord localisée.

Compte tenu de la qualité des condensateurs et de la répartition des courants dans l'inductance, les coefficients de qualité obtenus dépassent rarement la centaine. Par ailleurs dans une perspective de miniaturisation ou même d'intégration en un même bloc du résonateur RF et du résonateur TSM, il est préférable d'utiliser des architectures monolithiques. Les architectures monolithiques auto-résonantes ont néanmoins l'inconvénient de résonner à des fréquences relativement élevées surtout si les dimensions restent proches de celles des TSM utilisés (au maximum quelques centimètres de diamètre). Cette contrainte exclut de fait la plupart des architectures coplanaires. D'autres structures monolithiques ont été proposées dans la littérature pour l'IRM. On distingue des structures à éléments localisés et d'autres à éléments distribués basées sur le principe des lignes de transmission (voir la Figure II-3).

Tous ces résonateurs rayonnent un champ magnétique RF. Par réciprocité, ils sont sensibles à une variation de champ magnétique extérieure et peuvent être excités par induction. Le premier résonateur (Figure II-3 (a)) constitué de deux circuits inductifs (double face) est considéré à constantes localisées dans la mesure où l'inductance et la capacité sont

physiquement séparées. Les bandes plus larges visibles à l'extérieur et à l'intérieur du capteur séparées par le diélectrique forment des condensateurs plans intégrés, tandis que les spirales forment les inductances. Le tout constitue un circuit *RLC* série à fort coefficient si le diélectrique est à faibles pertes diélectriques [7]. La Figure II-3 (b) représente aussi une autre structure de résonateur à éléments localisés mono-face et mono-tour. L'élément capacitif étant obtenu par capacités inter-digitées entre deux spires inductives coplanaires [8], [9].

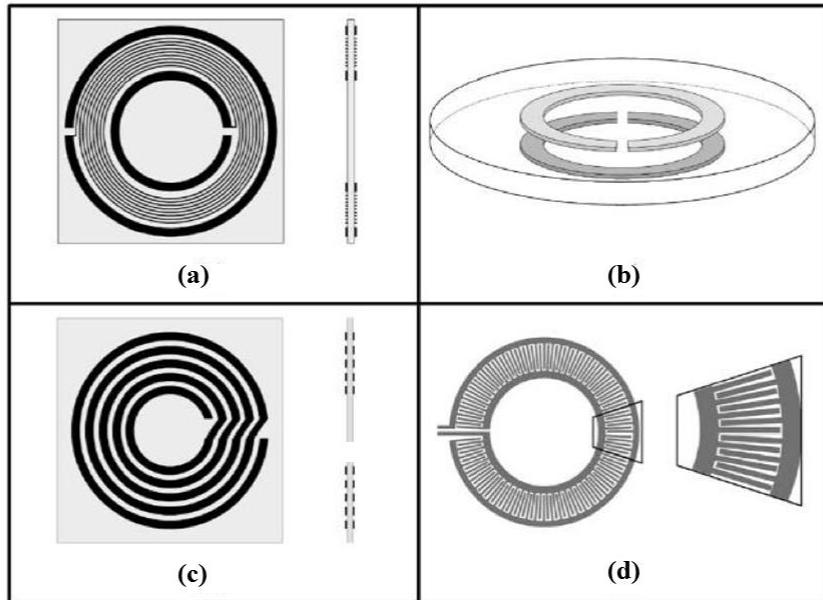


Figure II-3 : Antennes monolithiques basées sur les lignes de transmissions : (a) géométrie double face à capacités localisées, (b) résonateur à capacités réparties simple tour, (c) résonateur à capacités réparties multi-tour, (d) résonateur simple face avec capacités inter-digitées.

Les deux autres architectures sont en réalité une seule et même architecture basée sur les lignes de transmissions. La version mono-tour à fente présente l'avantage d'être relativement simple et performante mais implique une fréquence de résonance élevée [10]–[12]. Un des moyens de diminuer considérablement la fréquence de résonance est de constituer plusieurs tours concentriques afin d'augmenter simultanément l'inductance et la capacité équivalentes [13], [14]. Un autre moyen est de modifier considérablement la largeur des pistes. Dans ce cas afin de pouvoir garder un diamètre relativement faible, une variante du résonateur plan mono-tour en forme de bracelet est possible [15]. Compte tenu des coefficients de qualités obtenus avec de telles structures (entre 600 et 1000 pour un substrat en Cuflon®), ce sont ces deux dernières structures qui ont été privilégiées pour réaliser notre capteur TSMMA. Ces

structures sont présentées dans la figure ci-dessous.



Figure II-4 : (a) Résonateur RF en bracelet et (b) résonateur RF plan multi-tour.

Afin de régler avec précision et d'adapter la fréquence de résonance du résonateur RF à celle du TSM, les deux éléments sont dans un premier temps séparés. La fréquence de résonance se déduit alors des dimensions du résonateur RF et des caractéristiques du substrat.

### II.1.2 Modèle électrique de l'élément RF

Comme nous avons pu le remarquer précédemment, le résonateur, dans son principe, est constitué de deux bandes parallèles diamétralement ouvertes et séparées par un diélectrique de permittivité  $\epsilon_r$  et d'épaisseur  $h$ . Pour pouvoir capter un champ magnétique extérieur, cette ligne de transmission est bouclée sur elle-même. Ce rétro-bouclage a pour conséquence de concentrer un flux magnétique en son centre [16].

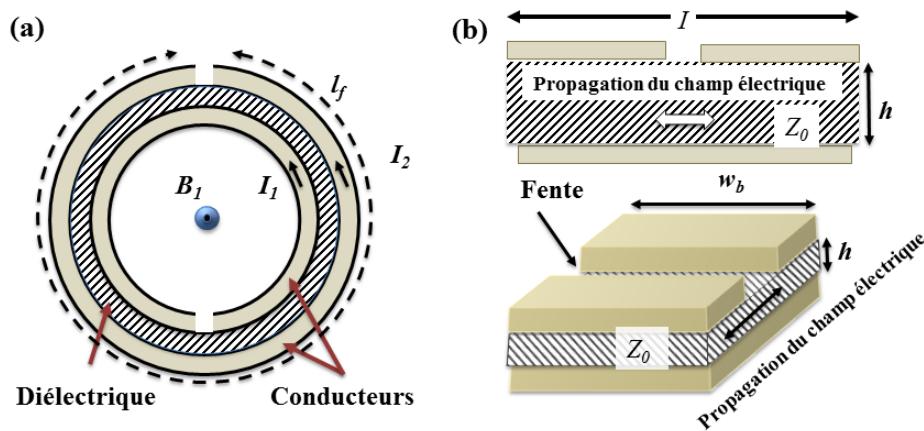


Figure II-5 : Principe du résonateur inductif rayonnant : a) ligne rétro-bouclée avec  $l_f$  (longueur moyenne de la ligne),  $I_1$ ,  $I_2$  (courants dans les 2 conducteurs),  $B_1$  (champ magnétique induit); b) ligne de transmission déroulée avec  $I$  (courant total),  $h$  (épaisseur du diélectrique),  $Z_0$  (impédance caractéristique),  $w_b$  (largeur du conducteur).

Sur la Figure II-5, les courants  $I_1$ ,  $I_2$  le long des conducteurs de la ligne résultent de la

superposition d'un courant en mode commun  $I$  expliquant le rayonnement du champ  $B_1$  et d'un courant en mode différentiel qui ne dépend que des paramètres internes de la ligne et qui impose un champ électrique en mode quasi TEM (*Transverse ElectroMagnetic*).

Par réciprocité, en présence d'un champ magnétique d'excitation, il apparaît une tension  $U_1$ ,  $U_2$  aux bornes de chacune des fentes.  $U_1$  et  $U_2$  se déduisent des caractéristiques intrinsèques de la ligne de transmission. L'existence du mode commun permet de modéliser ce circuit avec des éléments localisés.

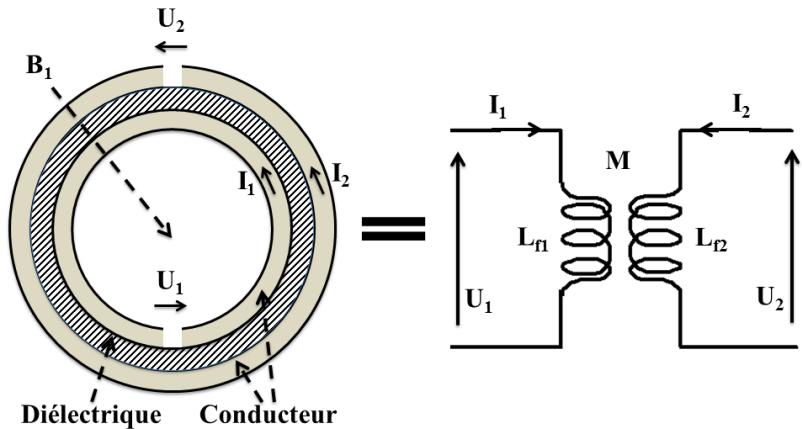


Figure II-6 : Schéma électrique équivalent du circuit double bande avec une fente.  $M$  est la mutuelle entre les deux circuits.  $L_{f1}$  et  $L_{f2}$  sont les inductances de chaque bande conductrice.

Les pertes dans les conducteurs étant négligeables si leur épaisseur est considérée comme massique, et le circuit étant symétrique (impliquant  $L_{f1}=L_{f2}$  et  $I_1+I_2=2I$ ), les équations au primaire et au secondaire du transformateur permettent de déduire que :

$$U_1 + U_2 = j\omega(2L_{f1} + 2M)I = j\omega L_1 I \quad (2-1)$$

**Ce capteur peut donc être représenté par une inductance  $L_1$  traversée par un courant  $I$  dont l'amplitude dépend du champ induit et des pertes dans la ligne de transmission c'est à dire du coefficient de qualité  $Q$  du résonateur.**

#### II.1.2.1 Condition de résonance

Le mode différentiel impose un courant différentiel nul au niveau des fentes. De plus ce mode dépend des caractéristiques de la ligne de transmission. En utilisant les relations reliant les tensions et les courants aux bornes de la ligne de transmission, on en déduit les

expressions de  $U_1$  et  $U_2$  en fonction de l'impédance caractéristique  $Z_0$  et de la longueur  $l_f$  [15].

La condition de résonance est alors donnée par l'équation suivante :

$$\left( \frac{L_1 \omega}{4Z_0} \right) \tan \left( \frac{l_f \omega \sqrt{\epsilon_r}}{4c_0} \right) = 1 \quad (2-2)$$

où :

- $Z_0$  est l'impédance caractéristique de la ligne de transmission qui ne dépend que de la largeur de chaque bande, de l'épaisseur du diélectrique et de  $\epsilon_r$ ,
- $l_f$  est la longueur moyenne de la ligne,
- $c_0$  est la vitesse de la lumière,
- et  $\omega$  est la pulsation de résonance.

Pour réduire la fréquence de résonance d'un tel circuit, nous pouvons augmenter la longueur de la ligne  $l_f$  et l'inductance totale  $L_1$ . Du point de vue pratique, cette solution est obtenue en augmentant le nombre de tours d'un résonateur.

Afin de prévoir la fréquence propre de résonance de ce nouveau circuit, il faut donc déterminer  $Z_0$  et  $L_1$ .  $L_1$  dépend de l'architecture choisie (bracelet ou multi-tour) en revanche l'impédance caractéristique se calcule de la même manière qu'en hyperfréquences.

### II.1.2.2 L'impédance caractéristique

L'impédance caractéristique se calcule à partir des expressions classiques des lignes microruban utilisées en hyperfréquences. Nous considérons que notre circuit est constitué d'un ruban conducteur et d'un plan de masse séparés par un diélectrique. Comme les lignes de champ entre le ruban et le plan de masse ne sont pas entièrement contenues dans le diélectrique, c'est-à-dire que le mode de propagation n'est pas purement TEM mais quasi-TEM, la vitesse de phase de l'onde électromagnétique ainsi que sa longueur d'onde sont légèrement modifiées.

Wheeler (1965) a présenté, sur des faces opposées d'une feuille de matériau diélectrique [17], les propriétés de ce type de ligne de transmission, qui est constituée d'une paire symétrique de bandes conductrices, ou d'une seule bande et d'un plan de masse (ligne microruban). Nous introduisons donc une constante diélectrique effective donnée par les

équations de Wheeler. Elle tient compte de cette modification et dépend du rapport  $w_b/h$  et de  $\varepsilon_r$  du diélectrique.

Le calcul de l'impédance caractéristique pour des rubans de même dimension a été réalisé par ce même auteur [18].

Ainsi pour  $w_b/h > 1$  :

$$Z_0 = 120\pi\sqrt{\varepsilon_r} \left( \frac{w_b}{h} + 0.441 + \frac{\varepsilon_r + 1}{2\pi\varepsilon_r} \left( \ln\left(\frac{w_b}{h} + 0.94\right) + 1.451 \right) + 0.082 \frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r^2} \right) \quad (2-3)$$

et pour  $w_b/h < 1$  :

$$Z_0 = 120\pi^2 \sqrt{\frac{\varepsilon_r + 1}{2}} \left( \frac{1}{\ln\left(\frac{4h}{w_b}\right) + \frac{1}{8} \left( \frac{w_b}{h} \right)^2 - \frac{1}{2} \frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 1} \left( 0.451 + 0.241 \frac{1}{\varepsilon_r} \right)} \right) \quad (2-4)$$

Ces formules sont valables à 10% près pour des conducteurs d'épaisseur faible. Cette précision étant suffisante, nous avons utilisé pour nos calculs ces approximations.

Remarquons qu'il existe des modèles plus précis, notamment celui de Hammerstad et Jensen (1980) [19].

### II.1.2.3 Pertes du résonateur et choix du diélectrique

Les modes commun et différentiel étant reliés par les conditions aux limites (compensation des deux modes aux extrémités de la ligne), les pertes du résonateur dépendent à la fois des pertes dans le conducteur et des pertes diélectriques. Les pertes dans le conducteur sont données en première approximation par :

$$P_c = \frac{1}{2} R_c I^2 = \frac{\rho_c}{S_c} l_f I_1^2 \quad (2-5)$$

où  $S_c$  est la section du conducteur et  $\rho_c$  sa résistivité. Compte tenu des conditions aux limites, ces pertes dépendent aussi de l'impédance caractéristique et du diélectrique choisi.

Par ailleurs le champ électrique étant essentiellement confiné dans le diélectrique de la

ligne, les pertes diélectriques dépendent du facteur de dissipation lié aux courants de fuites. Ces pertes sont données à travers leur angle de perte ( $\tan\delta$ ) du diélectrique choisi. Le diélectrique a été déterminé en fonction de ce critère. Le polytetrafluoroethylene (PTFE) Cuflon® fait partie des meilleurs tant du point de vue de sa solidité, que pour ses caractéristiques électrique et thermique. L'angle de perte ( $\tan\delta$ ) vaut environ  $4\times10^{-4}$  à la fréquence considérée, pour une permittivité relative de 2,1. Le Cuflon® dispose par ailleurs de la souplesse nécessaire à son enroulement, lors de la réalisation d'un résonateur RF en bracelet.

A condition que les pertes diélectriques soient prédominantes, celles-ci déterminent le coefficient de qualité maximum à vide. Dans le cas du PTFE [20],

$$Q_{\max} \approx \frac{1}{\tan\delta} = 2500 \quad (2-6)$$

Dans le cas d'un résonateur multi-tour, d'autres pertes capacitives importantes liées aux champs inter-pistes viennent diminuer considérablement le coefficient de qualité réel (plutôt autour de 300). Un résonateur bracelet en revanche permet d'atteindre des coefficients de qualités supérieurs à 1000.

#### II.1.2.4 Modèle électrique équivalent à éléments discrets du résonateur RF

Proche de la résonance, le résonateur RF peut donc être considéré comme un circuit série à éléments discrets  $RLC$ . Son comportement électromagnétique en mode commun étant semblable à celui d'une boucle inductive, le courant considéré dans ce circuit équivalent est le courant en mode commun. La structure résonante permettant d'obtenir un courant  $Q$  fois plus fort que nous n'aurions obtenu avec une simple spire circulaire de même rayon.

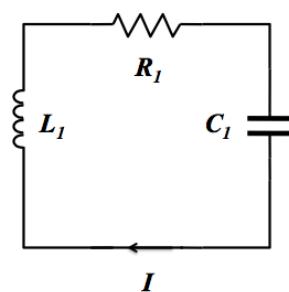


Figure II-7 : Circuit électrique équivalent à éléments discrets du résonateur RF à vide.

Par équivalence, la condition de résonance, donnée en (2-2), s'écrit alors :

$$L_1 C_1 \omega_0^2 = 1 \quad (2-7)$$

A partir des équations (2-2) et (2-7) et en considérant que  $L_1$  est analytiquement connu, une estimation de  $C_1$  peut alors être obtenue soit théoriquement (en substituant la fréquence de résonance de (2-2) dans (2-7)), soit expérimentalement par une mesure de la fréquence de résonance. La résistance totale  $R_1$ , représentative de la somme des pertes dans les conducteurs et des pertes diélectriques, est également mesurable grâce à la mesure du coefficient de qualité réel puisque :

$$Q = \frac{L_1 \omega_0}{R_1} \quad (2-8)$$

### II.1.3 Schéma électrique élémentaire du TSMMA

En utilisant le modèle BVD (*Butterworth-Van-Dyke*) modifié du circuit TSM (présenté en annexe A), on peut remarquer que le TSM peut être excité non seulement par un générateur de tension mais également par un générateur de courant. La résistance statique  $R_0$  relativement élevée en parallèle à la capacité statique dans le modèle BVD modifié offre l'opportunité de lui associer une bobine en parallèle jouant le rôle de générateur de courant.

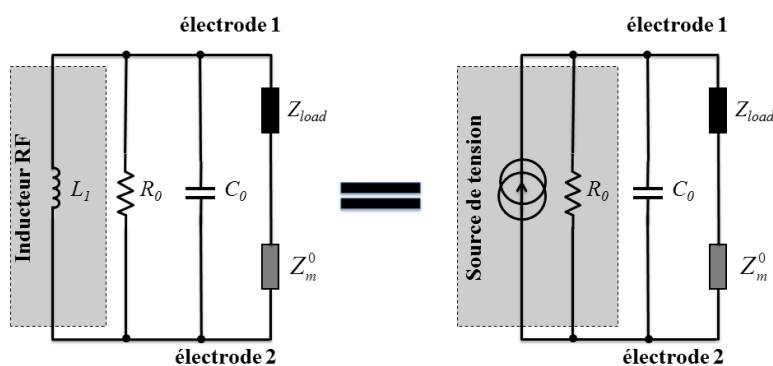


Figure II-8 : Un circuit équivalent élémentaire pour l'excitation à distance du résonateur TSM.

Si l'on connecte entre les deux électrodes du TSM un résonateur RF accordé à la même fréquence de résonance, il pourra jouer le rôle de générateur de courant en présence d'un champ magnétique RF. De manière très simpliste, si l'on considère le résonateur RF comme

une inductance ( $L_I$ ), le modèle électrique considéré comme schéma de principe de fonctionnement du TSMMA est donné sur la Figure II-8. La forte intensité de courant sera obtenue grâce à l'auto-résonance de l'inducteur.

## II.2 Mise en œuvre d'un premier TSMMA à l'aide d'un résonateur multi-tour

Afin de réaliser un premier prototype, un résonateur multi-tour est mis en œuvre. L'objectif dans un premier temps est de connecter électriquement ce résonateur à un TSM classique afin d'en valider le concept. La fréquence de résonance RF dépendant de la longueur de la ligne, cette architecture présente un double avantage :

- l'augmentation de la longueur moyenne ( $l_f$ ) de la bobine diminue la fréquence de résonance;
- le courant induit augmente proportionnellement au carré du nombre de tours.

Le prototype complet de ce transducteur plan multi-tour, interrogable à distance par induction RF est présenté en vue du dessus, vue de dessous et vue de côté sur la Figure II-9.

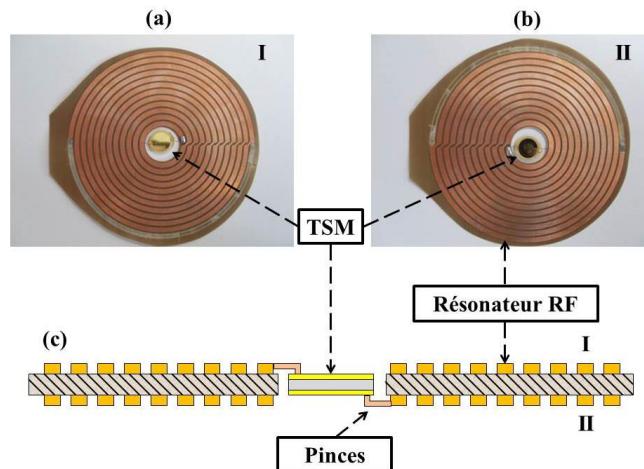


Figure II-9 : Transducteur en vue de dessus (a), en vue de dessous (b), et en vue de côté (c).

Le résonateur RF multi-tour est donc constitué de deux bandes parallèles conductrices cylindriques séparées par un substrat en PTFE. Le TSM est maintenu par deux pinces conductrices, qui servent aussi à la connexion électrique avec les pistes en cuivre du

résonateur RF multi-tour. Le schéma montre la connexion réalisée. La connexion entre les deux fentes les plus éloignées permet de mettre en parallèle au TSM la totalité de l'inductance. Pour des raisons pratiques et d'encombrement le TSM est placé au centre du résonateur RF multi-tour.

### II.2.1 Calcul de l'inductance équivalente totale du résonateur multi-tour

Le résonateur est composé de boucles circulaires concentriques de  $N$  tours, de même largeur ( $w_b$ ), de même épaisseur ( $h_b$ ) de même espacement ( $s_b$ ), gravées sur chaque côté d'un circuit imprimé (épaisseur  $h$  et constante diélectrique de substrat  $\epsilon_r$ ).

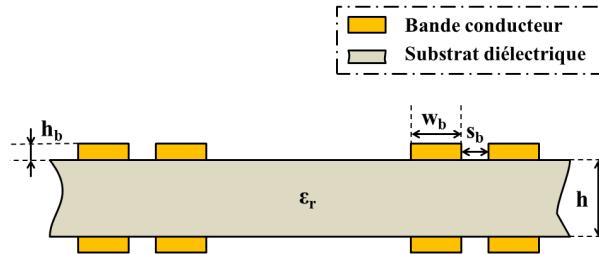


Figure II-10 : Résonateur RF multi-tour (vue en coupe transversale).

Pour calculer l'inductance, chaque circuit peut être considéré comme une bobine couplée avec les autres. De part et d'autre du diélectrique, le circuit constitué par les bandes circulaires concentriques est identique. Le calcul de l'inductance totale est donc donnée par :

$$L_{tot} = 2(L + M) \quad (2-9)$$

où  $M$  est la mutuelle entre les deux circuits parallèles et  $L$  est l'inductance d'un circuit.

Pour calculer la mutuelle, une bonne approximation peut être obtenue en remplaçant chacune des nappes circulaires par une boucle de courant infiniment fine de rayon moyen équivalent. La mutuelle entre spire  $i$  et  $j$  sur un même plan est alors donnée par [21] :

$$M_{ij}(x) = \mu_0 \sqrt{a_i a_j} \left( \left( \frac{2}{x} - x \right) \cdot F(x) - \frac{2}{x} \cdot E(x) \right) \quad (2-10)$$

avec

$$x = \frac{\sqrt{a_i \cdot a_j}}{a_i + a_j} \quad (2-11)$$

où  $a_i$  et  $a_j$  désignent les rayons respectifs de la spire  $i$  et  $j$ , et  $F(x)$  et  $E(x)$  correspondent

aux intégrales elliptiques du premier et deuxième ordre.

Lorsque  $a_i = a_j$  l'expression de la mutuelle diverge. Pour calculer l'inductance de chacun des tours, nous utilisons l'équation proposée par Coffin :

$$L_i = \mu_0 a_i \left( \left( \log \frac{8a_i}{w_b} - \frac{1}{2} \right) + \frac{L_{tot}^2}{32a_i^2} \left( \log \frac{8a_i}{w_b} + \frac{43}{12} \right) \right) \quad (2-12)$$

L'inductance propre  $L$  du circuit à  $N$  spires se déduit de l'équation suivante :

$$L = \sum_{i=1}^N L_i + 2 \sum_{\substack{i,j=1 \\ i \neq j}}^N M_{ij}(x) \quad (2-13)$$

La mutuelle  $M$  entre les deux circuits parallèles est obtenue à partir du couplage  $k_c$ . En effet puisque les deux inductances propres sont identiques :

$$M = k_c L \quad (2-14)$$

Comme le courant est considéré identique sur les  $N$  spires,  $k_c$  est donc la moyenne des couplages entre spires parallèles. En introduisant, la mutuelle entre spires parallèles  $M_{ij}(y)$ , l'équation devient :

$$k_c \cong \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{M_{ij}(y)}{L_i} \quad (2-15)$$

avec  $y = \frac{2a_i}{\sqrt{4a_i^2 + h^2}}$  (2-16)

D'après les équations (2-13) et (2-15), l'inductance totale  $L_{tot}$  s'écrit :

$$L_{tot} = 2 \times (1 + k_c) \times L = 2 \times \left( 1 + \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{M_{ij}(y)}{L_i} \right) \times \left( \sum_{i=1}^N L_i + 2 \sum_{\substack{i,j=1 \\ i \neq j}}^N M_{ij}(x) \right) \quad (2-17)$$

## II.2.2 Paramètres du résonateur multi-tour

Afin d'obtenir rigoureusement la même fréquence de résonance RF que celle du TSM (ici, 4,95 MHz), la longueur de la spirale est initialement légèrement surestimée. Les dimensions

nécessaires pour faire coïncider la fréquence de résonance RF avec la fréquence de résonance mécanique du résonateur TSM sont présentées dans le Tableau II-1. Après contrôle de la fréquence de résonance, une étape d'ajustement de la longueur de la ligne conductrice est réalisée par réductions successives (voir la Figure II-9 (a) et (b)).

<b>Paramètres du résonateur RF multi-tour</b>	<b>Valeurs</b>
Constante diélectrique de substrat (Cuflon) ( $\varepsilon_r$ )	2,1
Épaisseur de substrat (Cuflon) ( $h$ )	250 $\mu\text{m}$
Épaisseur de la spirale (Cuivre) ( $h_b$ )	35 $\mu\text{m}$
Nombre de tours de la spirale ( $N$ )	12
Largeur de la bande de la spirale ( $w_b$ )	2,5 mm
Espacement de bande de la spirale ( $s_b$ )	1 mm
Rayon intérieur de la spirale ( $a_I$ )	10 mm
Rayon extérieur de la spirale ( $a_N$ )	51 mm
Inductance de la spirale ( $L_{tot}$ )	$3,3648 \times 10^{-5}$ H
Fréquence de résonance ( $f_0$ )	4,7371 MHz

Tableau II-1 : Paramètres du résonateur RF multi-tour.

## II.3 Validation du système de caractérisation par induction

Plusieurs méthodes de caractérisation de résonateurs RF ont été mises au point pour caractériser les antennes IRM. Elles ont été développées pour mesurer précisément la fréquence de résonance, le facteur de qualité et la sensibilité de l'antenne à un signal RMN (*Résonance Magnétique Nucléaire*). Elles ne remontent néanmoins pas à la caractérisation des éléments électriques équivalents.

Toutes ces techniques, présentées ci-dessous, utilisent le couplage mutuel entre l'antenne et une sonde de caractérisation.

### II.3.1 Méthode de mesure en transmission

Deux sondes de mesure identiques sont utilisées dans cette méthode (petites boucles de même surface adaptées  $50 \Omega$ ) [22]. La première permet de rayonner un champ magnétique, la

seconde mesure la transformation de ce champ par le résonateur. Afin d'obtenir une mesure directe les deux boucles sont positionnées dans un plan pour être soumise à la même valeur de champ. Une méthode originale de recouvrement de la sonde d'émission et de réception assure un découplage suffisant (-80 dB). La mesure du rapport du signal émis  $T$  sur le signal reçu  $R$  permet d'avoir une information de la fonction de transformation du champ magnétique par le résonateur.

Quelques précautions expérimentales doivent être prises pour garantir la qualité de la mesure. Les deux boucles doivent être suffisamment petites par rapport au résonateur pour ne pas perturber le champ transformé et pour ne pas coupler le résonateur. Enfin le gain du résonateur doit être suffisant pour assurer une précision de mesure de moins de 5% d'erreur (en général, il faut plus de 20 dB de gain par rapport au niveau de référence défini par la sonde seule). Enfin les sondes doivent être placées dans une zone où le champ est relativement homogène, ce qui exclut la possibilité de caractériser les petites antennes.

### **II.3.2 Méthode de mesure en réflexion**

On préfère alors utiliser une seule sonde en émission-réception. Cette deuxième méthode inspirée de la première, nécessite une mesure en deux étapes [23]. Le coefficient de réflexion est d'abord mesuré à vide (sans le résonateur) puis soustrait de la mesure avec le résonateur. L'analyse fréquentielle du coefficient de réflexion ainsi compensé permet de remonter à la réponse en fréquence du résonateur moyennant un biais lié aux pertes propres de la sonde. Contrairement à la méthode en transmission, cette méthode nécessite une nouvelle calibration si l'environnement est modifié. Néanmoins avec une mesure par réflectométrie, il est possible de remonter à l'impédance du résonateur.

### **II.3.3 Nouvelle méthode de mesure d'impédance par réflectométrie**

Cette nouvelle méthode a été mise au point au laboratoire. En appliquant directement le théorème de la réciprocité [24] et en conditions linéaires et isotropes, une petite sonde inductive placée à proximité du résonateur RF peut simultanément émettre et recevoir

l'énergie RF vers/à partir du circuit résonnant. Dans les conditions de champ proche, le couplage inductif entre le résonateur RF et la sonde peut être représenté comme le circuit des éléments électriques localisés suivant :

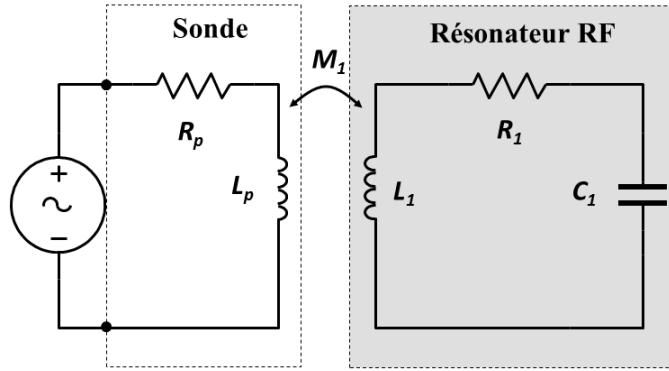


Figure II-11 : Circuit électrique équivalent des éléments localisés sensibles au champ magnétique RF couplé à la sonde.

Dans ce circuit, les éléments équivalents  $R_p$  et  $L_p$  sont respectivement la résistance et l'inductance de la sonde.  $L_1$ ,  $C_1$  et  $R_1$  sont respectivement l'inductance, la capacité et la résistance intrinsèque du résonateur RF et  $M_1$  l'induction mutuelle entre la sonde et le résonateur.

Pour une tension d'entrée sinusoïdale  $T$  (de fréquence angulaire  $\omega$ ) appliquée à la sonde, la loi de Lenz donne le champ magnétique local dans la zone de la sonde. Par réciprocité, ce champ local peut être également donné par le courant induit dans le résonateur RF comportant une source de tension induite  $R$  dans la sonde. Le rapport  $T/R$  de la sonde d'entrée est alors directement relié à la sensibilité de l'élément RF.

Vue de l'entrée de la sonde, l'impédance équivalente du circuit est donnée par :

$$Z_{input} = Z_p + \frac{(M_1 \omega)^2}{Z_1} \quad (2-18)$$

où  $Z_p$  et  $Z_1$  sont l'impédance équivalente, respectivement, de la sonde et du résonateur RF. Dans le but d'extraire directement la réponse de l'impédance du résonateur RF à partir d'une analyse d'impédance, une opération de compensation  $0 \Omega$  est faite en analysant d'abord la réponse de la sonde  $T/R$  seule. D'après l'équation (2-18), une mesure de la réponse de

l'élément sensible au champ magnétique RF après compensation, permet d'extraire  $Z_I$ .

Afin de mesurer à distance la réponse du résonateur RF, la sonde  $T/R$  est reliée à un analyseur de réseau HP4195A (voir la Figure II-12). L'analyseur de réseau est piloté par un poste de contrôle via une liaison de GPIB (*General Purpose Interface Bus*). Une interface graphique de pilotage du dispositif, réalisée sous le logiciel LabVIEW, effectue la mesure d'impédance et l'enregistrement en continu des mesures dans un fichier.

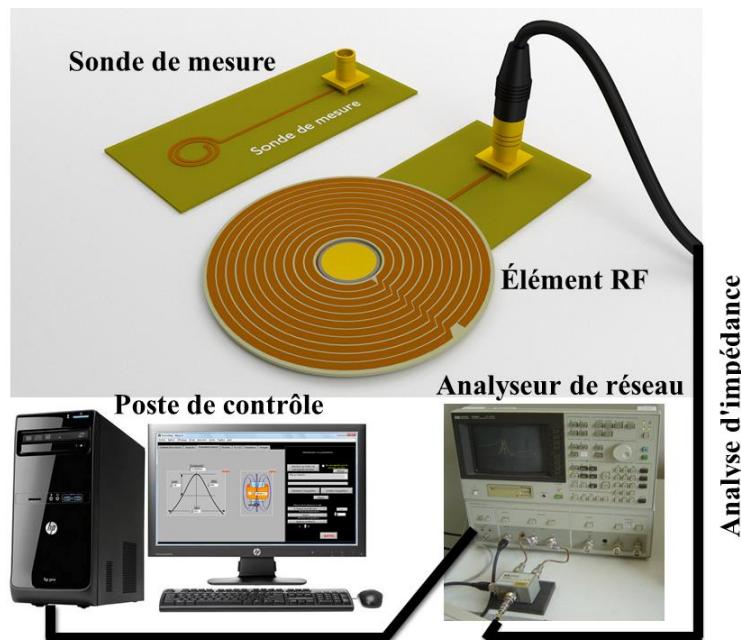


Figure II-12 : Technique de mesure inductive.

Placé à proximité d'un milieu avec pertes (par exemple le résonateur TSM), des perturbations externes, dues aux courants inductifs de Foucault et de déplacements, pourront alors être représentées par une impédance supplémentaire dans le secondaire. Cette impédance supplémentaire sera caractérisée dans la partie suivante par une mesure réalisée en deux temps.

### II.3.4 Validation de la méthode de mesure avec le TSMMA

Afin de valider la méthode d'impédance deux mesures distinctes sont réalisées. Dans un premier temps, la mesure de l'impédance d'entrée de la sonde, en présence du résonateur RF seul, est réalisée (tracé rouge dans le graphe ci-après). L'allure correspond bien à l'admittance du résonateur RF. La fréquence fondamentale  $f_0$  de ce résonateur RF multi-tour est de

4,992 MHz et le facteur de qualité ( $Q$ ) est autour de 120 pour le résonateur RF.

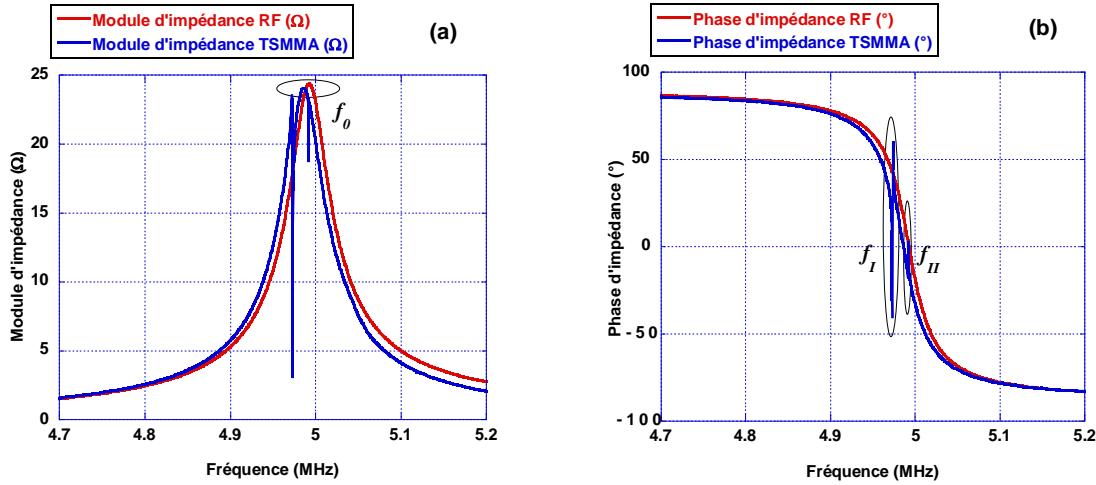


Figure II-13 : (a) Module d'impédance  $|Z|$  (échelle linéaire) et (b) argument d'impédance  $\arg(Z)$  du résonateur RF seul et du capteur TSMMA complet (résonateur RF + TSM).

Le TSM est ensuite connecté au résonateur RF. Une deuxième mesure met en évidence les modifications d'admittance engendrées par le TSM.

Il apparaît en effet très clairement une superposition de deux comportements (tracé en bleu). La ligne de base confirme l'allure précédente : en dehors de la résonance mécanique du TSM, l'impédance du résonateur RF est très peu modifiée (coefficients de qualité RF très proche, fréquence de résonance RF décalée -  $f_0$  devient 4,986 MHz - en raison des courants induits dans l'électrode d'or du TSM). A la fréquence mécanique du TSM, la réponse est alors significativement modifiée. Le coefficient de qualité du TSM étant beaucoup plus important que celui du résonateur RF, il apparaît des pics relatifs au comportement mécanique du transducteur TSM connecté. Ces pics de résonance sont tout à fait visibles lorsqu'on observe le module d'impédance mesuré Figure II-13 (a). Il en est de même, Figure II-13 (b), pour l'argument en fonction de fréquence. Les fréquences de ces pics ( $f_I$ ) et ( $f_{II}$ ) de valeurs respectives 4,97 MHz, et 4,99 MHz correspondent tout à fait à l'ordre de grandeur des fréquences mécaniques attendues.

### II.3.5 Mise en évidence de la mesure d'impédance du TSM par induction

Les réponses étant additives dans le plan complexe, nous pouvons considérer ici que la

mesure d'impédance observée est une superposition linéaire de la résonance mécanique de quartz ( $f_I$  et  $f_{II}$ ) et de la résonance électromagnétique du résonateur RF multi-tour ( $f_0$ ). Les modèles électriques étant connus, il devient mathématiquement possible de faire un ajustement complexe pour extraire les éléments électriques de chacun des résonateurs. Dans un premier temps, un ajustement utilisé en spectroscopie, employant la méthode des moindres carrés asymétriques, est appliquée afin de supprimer la ligne de base [25], [26]. L'objectif de cette méthode est de supprimer les faibles variations "large bande" pour ne laisser apparaître que les pics résiduels. Le module d'impédance du TSM est ainsi obtenu par ajustement. Il est important de noter néanmoins que cet ajustement ne tient pas compte des variations de phase.

Or l'influence de la phase est très importante dans notre cas. Compte tenu de la variation d'amplitude et de phase dues à l'admittance du résonateur RF, la mesure d'impédance du TSM est fortement perturbée. Nous pouvons remarquer dans la Figure II-13 (b) que la phase change notamment de signe entre les deux pics. Il conviendra de tenir compte au moins de ce changement de signe pour valider leur allure.

Si nous tenons compte de l'influence du résonateur électromagnétique sur la phase près de  $f_{II}$ , le pic doit au minimum être inversé. La Figure II-14 montre le résultat des ajustements réalisés.

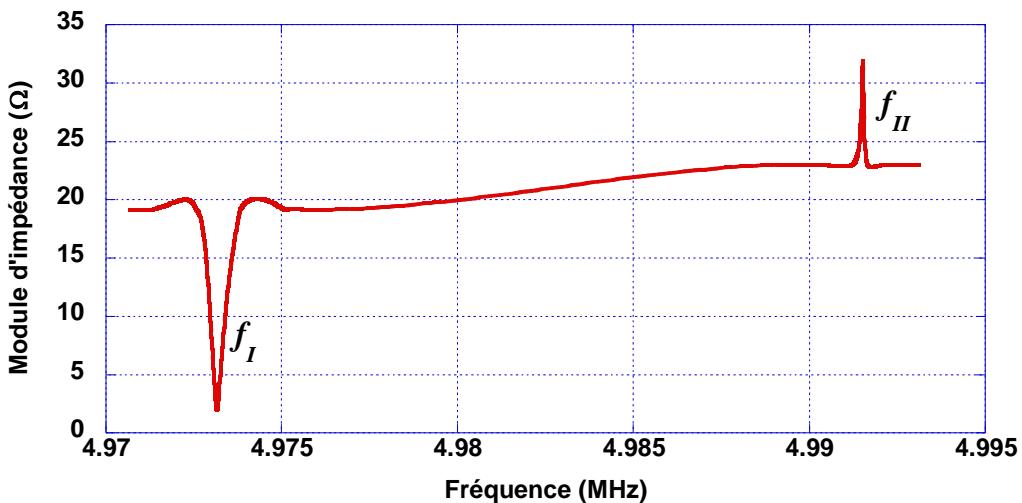


Figure II-14 : Module d'impédance  $|Z|$  sans l'influence de résonance électromagnétique du capteur complet (résonateur RF + TSM).

Une analyse qualitative permet d'identifier dans un premier temps trois points caractéristiques : les deux extrema correspondants aux fréquences de résonance du TSM  $f_I$ , et  $f_{II}$ , et la position fréquentielle correspondant au changement d'infexion de la phase liée à la résonance du résonateur RF de fréquence  $f_0$ . Cette variation résiduelle montre bien les limites de cet ajustement. Il permet néanmoins de valider la véracité de la nature des pics.

Afin de comprendre leur signification, il convient d'utiliser des méthodes d'analyses classiques basées sur l'étude de l'impédance équivalente d'un résonateur à quartz [27]. Le modèle utilisé pour faire cette étude est souvent le modèle BVD classique (sans la résistance  $R_0$ , voir annexe A). Ce modèle est en effet réaliste lorsque le résonateur à quartz est à vide. L'existence de deux branches en parallèle (la branche statique et dynamique - branche motionnelle) implique l'apparition d'une résonance (liée à la branche motionnelle - résonance série) et d'une antirésonance (impliquant la branche statique).

La fréquence de résonance série  $f_s$ , est généralement identifiable par le fait que sa valeur est la plus basse. Elle correspond aussi à un minimum. Par identification avec le modèle BVD cette fréquence série vaut :

$$f_s = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_1 C_1}} \quad (2-19)$$

La fréquence de résonance parallèle  $f_p$ , est à contrario la fréquence la plus élevée. Elle correspond au maximum de l'impédance. Sa valeur peut être déterminée théoriquement par :

$$f_p = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_1 \frac{C_0 C_1}{C_0 + C_1}}} \quad (2-20)$$

L'écart relatif de ces deux fréquences est généralement un bon indicateur. Il est donné par [28] :

$$\frac{f_p - f_s}{f_s} \approx \frac{C_1}{2C_0} \quad (2-21)$$

C'est donc le rapport simplifié  $C_0/C_1$  qui est représentatif. Ce rapport est généralement

situé entre 125 et 500, en fonction de la coupe du quartz. En considérant un quartz en coupe AT, vibrant en mode de cisaillement d'épaisseur à la fréquence de 5 MHz, les valeurs de la littérature tournent autour de 150 [29]. Pour mieux étudier les résonances mécaniques, un zoom est effectué autour des fréquences de résonance  $f_I$  et  $f_{II}$ . La Figure II-15 et la Figure II-16 présentent le module et la phase de la résonance et de l'antirésonance.

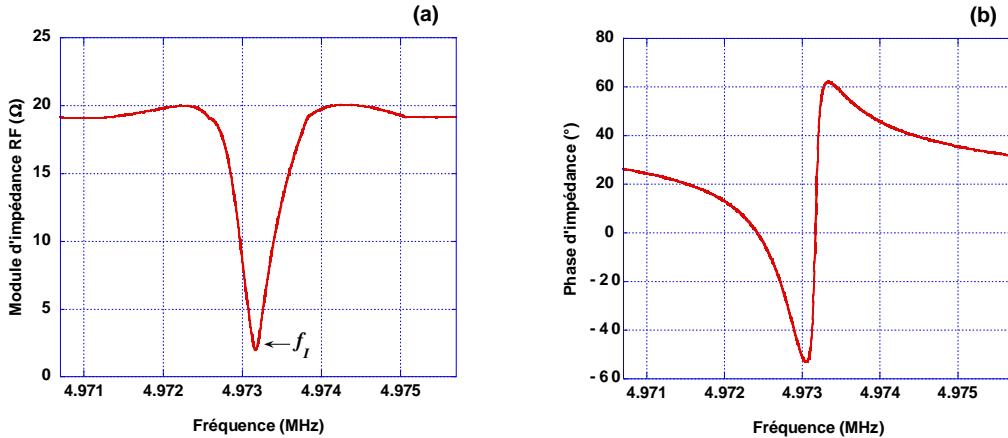


Figure II-15 : (a) Module d'impédance et (b) phase d'impédance en fonction de la fréquence autour de  $f_I$  de la mesure d'impédance du capteur complet (résonateur RF + TSM).

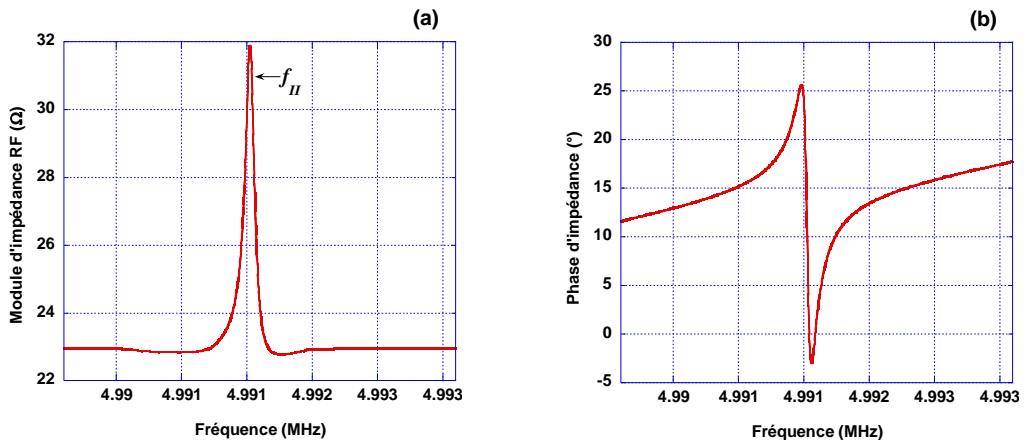


Figure II-16 : (a) Module d'impédance et (b) phase d'impédance en fonction de la fréquence autour de  $f_{II}$  de la mesure d'impédance du capteur complet (résonateur RF + TSM).

Les réponses complexes observées de la résonance et de l'anti résonance sont tout à fait conformes à la littérature et à la théorie. D'après la Figure II-13 et la Figure II-14, les valeurs des fréquences caractéristiques mesurées plus précisément sont :

- $f_I$ , correspondant à la fréquence de résonance série  $f_s$ , vaut 4,9732 MHz ;

- $f_n$ , correspondant la fréquence de résonance parallèle  $f_p$ , vaut 4,9915 MHz.

Le rapport  $C_0/C_1$  mesuré est de 136. Cette valeur, du même ordre de grandeur que celles trouvées dans la littérature, confirme la double validité :

- du principe d'excitation à distance du TSM,
- le principe de mesure des caractéristiques électriques du TSM.

**Les mesures d'impédance par induction au moyen d'un analyseur de réseau vont en réalité au-delà puisqu'elles permettent d'identifier simultanément la réponse du résonateur RF multi-tour et celle du capteur TSM.** Même si la technique d'identification utilisée dans cette section ne suffit pas pour identifier les paramètres électriques du TSM, elle permet de retrouver les valeurs réelles des fréquences de résonance respectives. On note également que le schéma électrique de principe présenté § II.1.3 est tout à fait pertinent. Le modèle électrique pourrait donc être affiné et un ajustement complexe à partir des équations d'impédance serait nécessaire pour remonter aux paramètres viscoélastiques d'un milieu en contact du résonateur mécanique.

Ce premier prototype ne correspond néanmoins pas à l'objectif fixé, puisque l'excitation est certes par induction mais le contact entre le résonateur RF et le TSM est bel et bien présent. Afin de rendre le système d'excitation totalement sans contact, c'est à dire, totalement inductif, la forme des électrodes doit être modifiée.

## II.4 Induction directe d'un TSM à électrodes en anneau

### II.4.1 Dimensionnement des résonateurs

Le moyen le plus simple de pouvoir avoir un couplage inductif entre un résonateur RF et le TSM est de modifier les électrodes de telle sorte à former des boucles inductives de courant. Une forme en anneau permet par exemple d'assurer un transfert d'énergie entre les deux résonateurs optimisés. Des travaux antérieurs en fonction de la géométrie semblent montrer

que l'anneau circulaire n'introduit qu'une faible perturbation sur la génération d'ondes de cisaillement [30], [31]. La figure ci-dessous indique les dimensions choisies pour ce nouveau prototype de TSMMA.

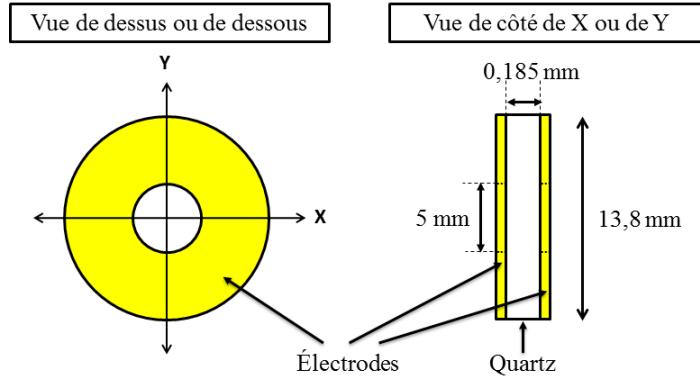


Figure II-17 : Schéma du quartz résonant à 9 MHz.

Deux électrodes d'or en forme d'anneau sont déposées sur les deux faces du quartz piézoélectrique. Ce second résonateur, fonctionnant dans les fréquences ultrasonores, est ainsi couplé par induction magnétique au premier résonateur RF.

Trois paramètres sont à prendre en compte :

- le couplage inductif étant en pratique de l'ordre de 10% un résonateur à fort coefficient de qualité est nécessaire. L'architecture privilégiée du résonateur RF doit donc être le bracelet. Ce résonateur RF présente l'avantage d'avoir un facteur de qualité plus élevé que le résonateur multi-tour [32]. Les propriétés électriques de ce substrat de PTFE (faibles angle de perte et facteur de dissipation) impliquent un facteur de qualité  $Q$  compris entre 700 à 1000 à la température ambiante, ce qui améliore la sensibilité aux variations du champ magnétique à hautes fréquences.
- ce type de résonateur RF ne permettant pas de résonner à des fréquences de l'ordre du MHz mais plutôt 100 fois plus, il est important de prendre un TSM de coupe AT ayant une fréquence de résonance plus élevée. Le choix de la fréquence fondamentale s'est porté sur une fréquence de 9 MHz. Il s'agit d'un compromis entre une épaisseur pas trop fine (fragilité) et une fréquence élevée. Les harmoniques impaires permettent ensuite d'exciter le TSM à plus haute fréquence.

- en raison de la forme des électrodes, les lignes de champ électriques dans le quartz sont modifiées de façon significative en fonction de l'environnement électromagnétique. Différentes formes d'électrodes ont été étudiées afin d'analyser l'influence des charges conductrices [33], [34]. Les résultats montrent que la fréquence de résonance parallèle est modifiée induisant des changements dans la branche statique. Pour remonter aux propriétés viscoélastiques le modèle BVD modifié, présenté en annexe A, utilisant un milieu et un capteur effectifs, est particulièrement adapté [29].

Pour avoir un couplage maximum le diamètre extérieur du bracelet est fixé à 15 mm. L'épaisseur du substrat de CuFlon® utilisé est 0,254 mm avec une constante diélectrique relative de 2,1. Une largeur de bande de 40 mm permet alors d'obtenir une fréquence de résonance RF de 99 MHz, ce qui oblige à travailler à la 11<sup>ème</sup> harmonique du TSM.

Comme précédemment, la mesure est assurée à l'aide d'une sonde placée axialement à une faible distance du résonateur RF. Le couplage inductif entre les résonateurs RF et ultrasonore, permet donc de concentrer l'énergie émise depuis la sonde vers le TSM. Le système peut ainsi être contrôlé à distance. En utilisant la technique de mesure inductive à boucle unique décrite précédemment, cette sonde permet réciproquement d'assurer une mesure par réflectométrie. La Figure II-18 présente le système complet [35].

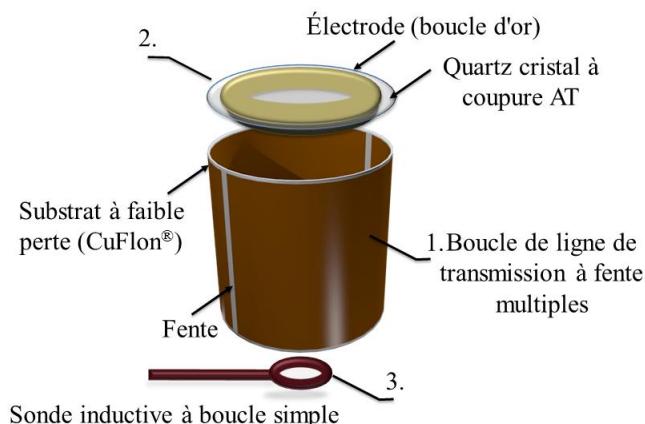


Figure II-18 : Le capteur totalement inductif composé de deux résonateurs distincts - 1. L'élément sensible au champ magnétique RF; 2. Le disque de quartz de coupe AT excité par électrodes en forme de boucle (le résonateur TSM); 3. La sonde permettant une mesure par réflectométrie

## II.4.2 Validation du principe de mesure

Afin de mesurer à distance la réponse du capteur chargé, la sonde *T/R* est reliée à un analyseur de réseau HP4195A (voir la Figure II-19).

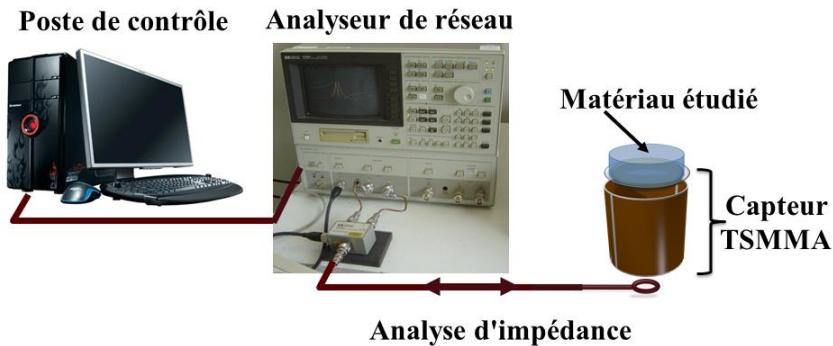


Figure II-19 : Technique de mesure magnéto acoustique inductif.

En reprenant le principe de mesure précédent, on peut identifier dans un premier temps l'influence du couplage résonateur RF - résonateur TSM avec des électrodes annulaires sur l'impédance d'entrée de la sonde. L'effet d'un matériau en contact sur le TSM est également analysé. Trois étapes de mesure sont mises en œuvre pour vérifier la sensibilité :

- après compensation de la réponse de la sonde (voir section précédente), une mesure de la réponse du résonateur bracelet RF seul est réalisée ;
- une mesure du transducteur TSMMA complet (bracelet RF + TSM) ;
- une mesure du TSMMA chargé par un fluide non conducteur, afin de montrer l'aptitude d'un tel système à caractériser le fluide.

Les figures ci-dessous présentent dans le plan complexe et en fonction de la fréquence (voir la Figure II-20), la variation typique de l'impédance réponse du TSMMA vue de la sonde.

Conformément à l'allure typique de l'impédance d'un résonateur dans le plan complexe, la réponse observée à proximité de la fréquence de résonance est bien un cercle. La forte variation de la fréquence de résonance entre le résonateur RF seul et le TSMMA à vide, montre que l'induction entre le résonateur RF et le TSM est importante. La diminution du diamètre du cercle montre également que le facteur de qualité chute certainement à cause des pertes mécaniques du résonateur TSM. Si tel est le cas, la viscosité du fluide en contact et

l'effet de masse qu'il engendre doivent induire un effet d'amortissement et un décalage de la fréquence de résonance [36].

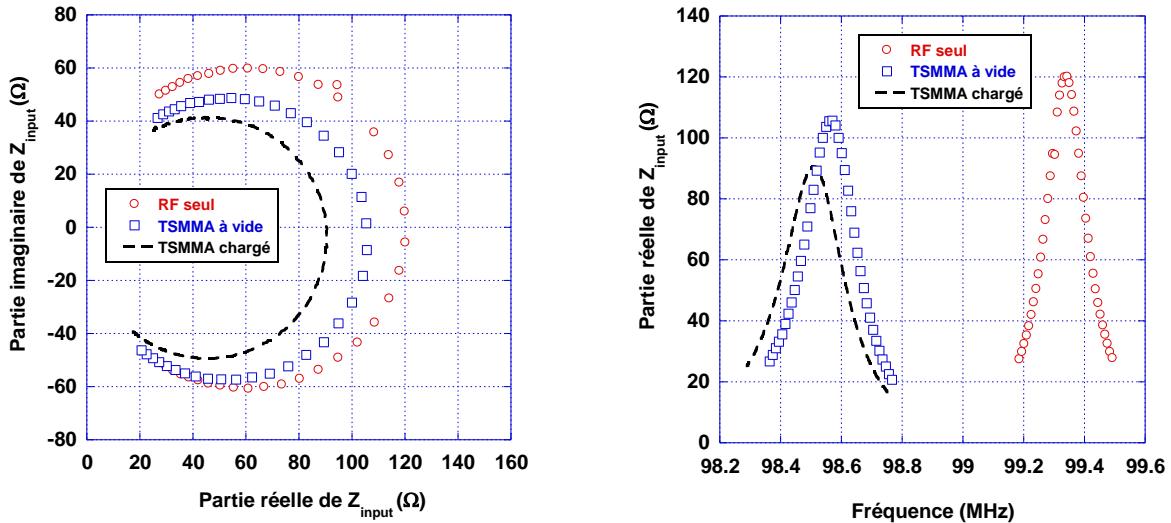


Figure II-20 : Réponses typiques du résonateur RF, du TSMMA à vide puis chargé par de l'eau pure : réponses autour de 99 MHz dans le plan complexe et en fonction de la fréquence.

La dernière mesure avec de l'eau pure montre en effet que compte tenu de l'effet de la charge, l'augmentation de l'impédance de la branche motionnelle induit une diminution du rayon du cercle. Ces résultats préliminaires montrent que le capteur détecte la présence de la couche de fluide en contact. Ils ne permettent pas néanmoins de remonter aux propriétés viscoélastiques du fluide en contact.

## II.5 Vers un micro-rhéomètre à couplage inductif

Compte tenu des résultats obtenus, il devient en théorie possible de remonter aux propriétés viscoélastiques à partir des variations du signal. Au moyen de l'approche présentée dans l'annexe A consistant à utiliser un modèle électrique effectif du transducteur, le modèle électrique du système de mesure chargé peut être facilement connu.

### II.5.1 Modélisation électrique du capteur en charge

Lorsque l'élément sensible RF est couplé avec le disque de quartz de coupe AT, le modèle d'éléments localisés peut être immédiatement déduit des modèles présentés sur les

Figure II-8 et Figure II-11. En tenant compte de la sonde *T/R*, le circuit équivalent complet, donné sur la Figure II-21, modélise l'ensemble du capteur chargé par un fluide en contact.

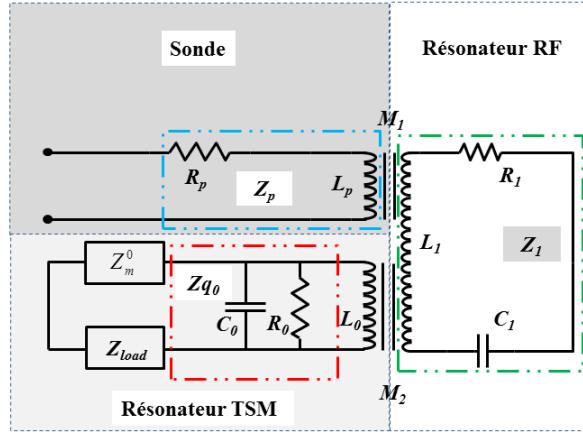


Figure II-21 : Circuit équivalent du capteur RF chargé par un fluide visqueux.  $L_0$  est l'inductance statique des boucles.

Considérant que la sonde *T/R* est suffisamment loin du résonateur TSM, les inductances mutuelles entre les éléments peuvent être décrites comme suit :

$$\begin{cases} M_1 = k_{p-RF} \sqrt{L_p L_1} \\ M_2 = k_{RF-Quartz} \sqrt{L_1 L_0} \end{cases} \quad (2-22)$$

où  $k_{p-RF}$  est le coefficient de couplage entre la sonde et le résonateur RF et  $k_{RF-Quartz}$  est le coefficient de couplage entre le résonateur RF et le capteur TSM.

Ainsi, l'impédance vue à l'entrée de la sonde est donnée par :

$$Z_{input} = Z_p + \frac{(M_1 \omega)^2}{Z_1 + (M_2 \omega)^2 \left( \frac{1}{Z_{q0}} + \frac{1}{j\omega L_0} + \frac{1}{Z_m^0 + Z_{load}} \right)} \quad (2-23)$$

Par cette relation, on voit clairement que toute modification de l'impédance  $Z_{load}$  se trouvera répercutée sur la valeur de  $Z_{input}$ . Après compensation de la sonde, une mesure d'impédance à l'entrée de la sonde permet donc d'extraire la variation de  $Z_{load}$ . L'équation (2-23), peut alors s'écrire en admittance comme suit :

$$\frac{1}{Z_{input}} = \frac{Z_1 + (M_2 \omega)^2 \left( \frac{1}{Z_{q0}} + \frac{1}{j\omega L_0} \right)}{(M_1 \omega)^2} + \frac{(M_2 \omega)^2}{(Z_m^0 + Z_{load})(M_1 \omega)^2} \quad (2-24)$$

Le problème inverse permettant de remonter aux propriétés viscoélastiques est alors proche de celui décrit dans l'annexe A.

## II.5.2 Validation du concept par la caractérisation de fluide visqueux

### II.5.2.1 Extraction du paramètre de viscosité pour des fluides newtoniens

L'onde acoustique transverse évanescante générée par le résonateur TSMMA implique un écoulement laminaire pour lequel la vitesse des particules de fluide à la surface correspond au mouvement de la surface du TSM. En raison de la très petite profondeur de pénétration de l'onde de cisaillement (inférieure au  $\mu\text{m}$ ), le fluide newtonien peut être considéré comme une couche semi-infinie, caractérisée par un mélange homogène de masse volumique  $\rho$  et de viscosité dynamique  $\eta$ .

L'impédance mécanique sans effet de masse est alors [37] :

$$Z_L \approx \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}}(1+j) \quad (2-25)$$

avec une impédance électrique correspondant à :

$$Z_{load} = \frac{h^2}{4A_q e_q^2} Z_L \approx \frac{h^2}{4A_q e_q^2} \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}}(1+j) \quad (2-26)$$

En utilisant l'équation (2-24), la variation d'admittance entre le résonateur TSM chargé et « à vide » est alors donnée par :

$$\Delta \left( \frac{1}{Z_{input}} \right) = \left( \frac{M_2}{M_1} \right)^2 \left( \frac{1}{Z_m^0} - \frac{1}{Z_m^0 + Z_{load}} \right) \quad (2-27)$$

Pour les fluides newtoniens, les parties réelle et imaginaire sont identiques. En ne considérant que la partie réelle  $R_{input}$ , nous avons alors :

$$\Delta \left( \frac{1}{R_{input}} \right) = \left( \frac{M_2}{M_1} \right)^2 \left( \frac{\frac{h^2}{4A_q e_q^2} \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}}}{(\alpha_N R_0 + R_{q1}) \left( \alpha_N R_0 + R_{q1} + \frac{h^2}{4A_q e_q^2} \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}} \right)} \right) \quad (2-28)$$

A la fréquence utilisée :

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_N R_0 \gg R_{q1} \\ \alpha_N R_0 \gg \frac{h^2}{4A_q e_q^2} \sqrt{\frac{\omega \rho \eta}{2}} \end{array} \right. \quad (2-29)$$

Ainsi :

$$\sqrt{\frac{\omega \rho \eta}{2}} = \left( \frac{M_1}{M_2} \right)^2 \times \left( \frac{4A_q e_q^2}{h^2} (\alpha_N R_0)^2 \right) \times \Delta \left( \frac{1}{R_{input}} \right) \quad (2-30)$$

**Si on considère que les inductions mutuelles sont quasi-constantes, la racine carrée du produit masse volumique-viscosité peut être prédictée par la variation de la partie réelle de l'admittance de la sonde d'entrée.**

#### II.5.2.2 Validation par le suivi de mélanges eau-glycérol

La capacité du transducteur à être utilisé comme un viscosimètre est testée pour différents mélanges eau-glycérol. Un volume de 850  $\mu\text{L}$  de ces fluides visqueux est déposé à la surface du TSM. Afin de contrôler la viscosité du mélange, le pourcentage  $x_{gly}$  de glycérol dans l'eau est défini par le rapport entre la masse de glycérol et la masse globale du mélange. Les propriétés à 25°C de ces mélanges eau-glycérol sont tabulées et rappelées dans le Tableau II-2 [38].

$x_{gly}$ (%)	0	10	20	30	40	50	60	70
$\rho$ ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	1000	1023	1048	1073	1100	1127	1155	1182
$\eta$ ( $\text{mPa.s}$ )	1,005	1,341	1,844	2,683	4,093	6,762	12,474	26,595

Tableau II-2 : Les valeurs tabulées de la masse volumique ( $\rho$ ) et la viscosité dynamique ( $\eta$ ) pour les mélanges eau-glycérol à 25°C.

Conformément à l'équation (2-30), on s'attend, à partir des mesures de la partie réelle de l'admittance d'entrée de la sonde, à avoir une variation linéaire en fonction de la racine carrée du produit *masse volumique-viscosité*. La Figure II-22 montre les résultats obtenus selon la méthode de mesure présentée dans le paragraphe § II.4.2.

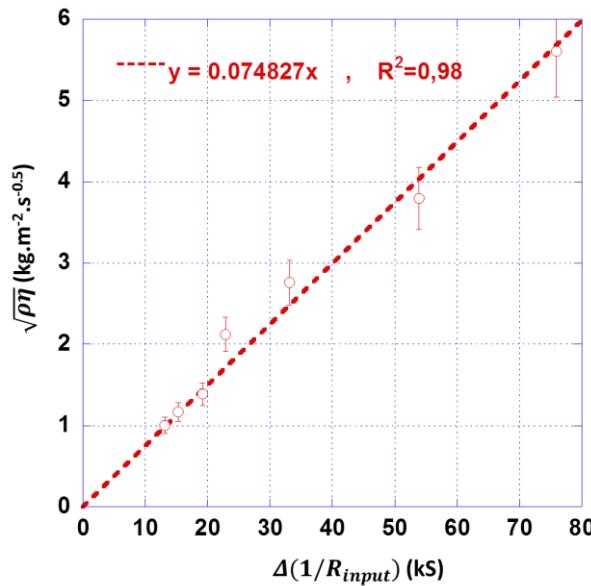


Figure II-22 : La racine carrée de produit de masse volumique-viscosité en fonction de la partie réelle de l'admittance d'entrée de la sonde pour des mélanges eau-glycérol entre 0% et 70%.

Les résultats expérimentaux suivent une relation linéaire avec une bonne corrélation ( $R^2 = 0,98$ ), ce qui valide le modèle (2-30). Une comparaison entre la viscosité dynamique extraite expérimentalement et la viscosité dynamique tabulée des différents mélanges testés, est ensuite réalisée. La Figure II-23 montre les résultats obtenus en fonction des différents mélanges.

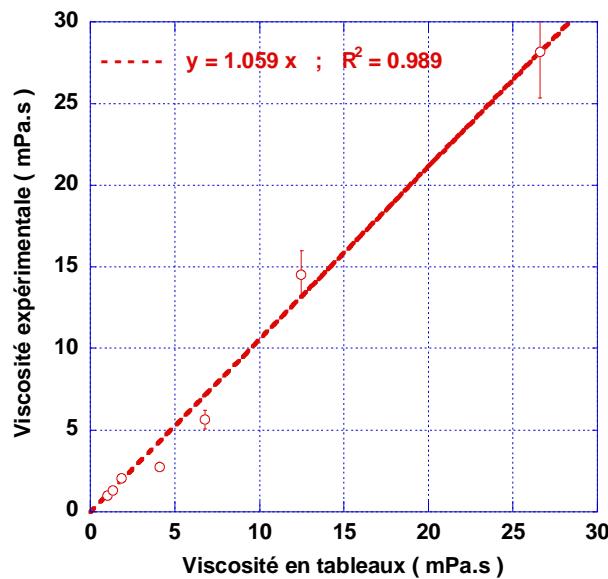


Figure II-23 : La viscosité expérimentale en fonction de tableaux pour 0% à 70% de glycérol dans des mélanges d'eau-glycérol.

Conformément aux modèles présentés dans la section précédente, ces résultats montrent une bonne corrélation entre les mesures et la théorie avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,989$ . L'erreur faite sur ces résultats est limitée à 5,9% et est certainement attribuable à la variation des facteurs de couplages électromécaniques et électromagnétiques réels.

Cette partie prouve ainsi que le concept envisagé est prometteur. Ce dernier TSMMA avec électrodes en anneau étant capable de mesurer la viscosité de fluides, nul doute que la prise en compte de l'évolution de la partie imaginaire permettra d'envisager l'estimation de paramètres viscoélastiques de fluides complexes.

## II.6 Conclusion

Ce chapitre a permis de montrer la preuve de concept d'un micro-rhéomètre par induction. Deux prototypes, associés à un nouveau système instrumental de mesure d'impédance par réflectométrie, ont été nécessaires. Grâce à un modèle simple d'extraction des grandeurs d'influence mécaniques, les mesures réalisées pour des mélanges eau-glycérol ont notamment montré la capacité du capteur TSMMA avec électrodes en anneau à mesurer la viscosité dynamique. Ces résultats, particulièrement encourageants, suggèrent la possibilité de caractériser à distance les fluides complexes.

Cependant, le capteur doit être optimisé. En particulier, la sensibilité doit être augmentée par une meilleure adéquation entre la résonance RF et la résonance mécanique. Deux contraintes technologiques doivent être levées pour augmenter cette sensibilité. Il faut réduire la fréquence de sollicitation afin d'utiliser des harmoniques plus faibles donc plus sensibles, tout en gardant des dimensions du capteur raisonnables. Il faut également accroître le rendement en augmentant le couplage total électromécanique du TSMMA.

Cette approche nécessite de repenser le design du capteur notamment en réalisant une ligne de transmission RF on-chip, le quartz piézoélectrique étant utilisé simultanément comme substrat diélectrique et comme transducteur mécanique. Un circuit multi-tour doit

alors être déposé directement sur la surface du substrat piézoélectrique.

Une question majeure se pose alors : quel est le comportement acoustique d'un tel capteur ? La réponse nécessite de comprendre l'influence de la forme de l'électrode sur l'excitation par induction d'une onde de cisaillement. Afin d'aborder méthodiquement ce problème tant d'un point de vue théorique qu'expérimental, le chapitre suivant est consacré à répondre à cette question dans les cas les plus simples.

## II.7 Références

- [1] R. B. Thompson, *Physical Principles of Measurements with EMAT Transducers*, vol. 19, no. 1. ACADEMIC PRESS, INC., 1990, pp. 157–200.
- [2] G. Alers, “A history of EMATs,” in *AIP Conference Proceedings*, 2008, vol. 975, no. 1, pp. 801–808.
- [3] R. Urayama, T. Uchimoto, T. Takagi, and S. Kanemoto, “Quantitative evaluation of pipe wall thinning by electromagnetic acoustic resonance,” *e-Journal Adv. Maint.*, vol. 2, pp. 25–33, 2010.
- [4] R. Urayama, T. Uchimoto, T. Takagi, and S. Kanemoto, “Online monitoring of pipe wall thinning with electromagnetic acoustic resonance,” *e-Journal Adv. Maint.*, vol. 5, pp. 155–164, 2011.
- [5] A. Leroy-Willig, L. Darrasse, J. Taquin, and M. Sauzade, “The slotted cylinder: An efficient probe for NMR imaging,” *Magn. Reson. Med.*, vol. 2, no. 1, pp. 20–28, Feb. 1985.
- [6] G. Bogdanov and R. Ludwig, “Coupled microstrip line transverse electromagnetic resonator model for high-field magnetic resonance imaging.,” *Magn. Reson. Med.*, vol. 47, no. 3, pp. 579–93, Mar. 2002.
- [7] R. S. Withers, G.-C. Liang, B. F. Cole, and M. Johansson, “Thin-film HTS probe coils for magnetic-resonance imaging,” *IEEE Trans. Applied Supercond.*, vol. 3, no. 1, pp. 2450–2453, Mar. 1993.
- [8] J. R. Miller, S. E. Hurlston, Q. Y. Ma, D. W. Face, D. J. Kountz, J. R. MacFall, L. W. Hedlund, and G. A. Johnson, “Performance of a high-temperature superconducting probe for in vivo microscopy at 2.0 T.,” *Magn. Reson. Med.*, vol. 41, no. 1, pp. 72–9, Jan. 1999.

- [9] Q. . Ma, K. . Chan, D. F. Kacher, E. Gao, M. S. Chow, K. K. Wong, H. Xu, E. S. Yang, G. S. Young, J. R. Miller, and F. A. Jolesz, “Superconducting RF coils for clinical MR imaging at low field1,” *Acad. Radiol.*, vol. 10, no. 9, pp. 978–987, Sep. 2003.
- [10] R. D. Black, T. A. Early, P. B. Roemer, O. M. Mueller, A. Mogro-Campero, L. G. Turner, and G. A. Johnson, “A high-temperature superconducting receiver for nuclear magnetic resonance microscopy,” *Science (80-.)*, vol. 259, no. 5096, pp. 793–795, Feb. 1993.
- [11] R. D. Black, T. A. Early, and G. A. Johnson, “Performance of a High-Temperature Superconducting Resonator for High-Field Imaging,” *J. Magn. Reson. Ser. A*, vol. 113, no. 1, pp. 74–80, Mar. 1995.
- [12] F. Odoj, E. Rommel, M. v. Kienlin, and A. Haase, “A superconducting probehead applicable for nuclear magnetic resonance microscopy at 7 T,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 69, no. 7, p. 2708, 1998.
- [13] S. Serfaty, N. Haziza, L. Darrasse, and S. Kan, “Multi-turn split-conductor transmission-line resonators,” *Magn. Reson. Med.*, vol. 38, no. 4, pp. 687–689, Oct. 1997.
- [14] S. Serfaty, P. Griesmar, J.-Y. Le Huerou, and E. Caplain, “Piezoelectric sensor for the detection and characterization of at least one biochemical element,” WO/2012/1722532012.
- [15] P. Gonord, S. Kan, A. Leroy-Willig, and C. Wary, “Multigap parallel-plate bracelet resonator frequency determination and applications,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 65, no. 11, pp. 3363–3366, 1994.
- [16] P. Gonord, S. Kan, and A. Leroy-Willig, “Parallel-plate split-conductor surface coil: Analysis and design,” *Magn. Reson. Med.*, vol. 6, no. 3, pp. 353–358, Mar. 1988.
- [17] H. A. Wheeler, “Transmission-Line Properties of Parallel Strips Separated by a Dielectric Sheet,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 13, no. 2, pp. 172–185, Mar. 1965.
- [18] H. A. Wheeler, “Transmission-Line Properties of Parallel Strips Separated by a Dielectric Sheet,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 13, no. 2, pp. 172–185, Mar. 1965.
- [19] E. Hammerstad and O. Jensen, “Accurate Models for Microstrip Computer-Aided Design,” in *MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 1980, vol. 80, no. 12, pp. 407–409.

- [20] D. Pont, *PTFE properties Handbook*. [Http://www.rjchase.com/ptfe\\_handbook.pdf](Http://www.rjchase.com/ptfe_handbook.pdf).
- [21] M. Romanowski, *Introduction au calcul des inductances*. p. 51.
- [22] L. Darrasse and G. Kassab, “Quick measurement of NMR-coil sensitivity with a dual-loop probe,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 64, no. 7, p. 1841, 1993.
- [23] J.-C. Ginefri, E. Durand, and L. Darrasse, “Quick measurement of nuclear magnetic resonance coil sensitivity with a single-loop probe,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 70, no. 12, p. 4730, 1999.
- [24] C. Tai, “Complementary reciprocity theorems in electromagnetic theory,” *IEEE Trans. Antennas Propag.*, vol. 40, no. 6, pp. 675–681, Jun. 1992.
- [25] P. H. C. Eilers and H. F. M. Boelens, “Baseline Correction with Asymmetric Least Squares Smoothing,” [http://www.science.uva.nl/~hboelens/publications/draftpub/Eilers\\_2005.pdf](http://www.science.uva.nl/~hboelens/publications/draftpub/Eilers_2005.pdf), 2005. .
- [26] J. Peng, S. Peng, A. Jiang, J. Wei, C. Li, and J. Tan, “Asymmetric least squares for multiple spectra baseline correction.,” *Anal. Chim. Acta*, vol. 683, no. 1, pp. 63–8, Dec. 2010.
- [27] D. Royer and E. Dieulesaint, *Elastic Waves in Solids II*. Berlin: Springer, 2000.
- [28] D. Royer and E. Dieulesaint, *Elastic Waves in Solids II*. Berlin: Springer, 2000.
- [29] C. G. M. Ould Ehssein, “Système instrumental pour la rhéologie ultrasonore,” Université de Cergy-Pontoise, 2006.
- [30] R. D. Mindlin, “Optimum Sizes and Shapes of Electrodes for Quartz Resonators,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 43, no. 6, p. 1329, 1968.
- [31] Z. Yang and J. Yang, “Optimal electrode shape and size of a few singly rotated quartz and langasite resonators.,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 56, no. 2, pp. 237–8, Feb. 2009.
- [32] P. Gonord, S. Kan, A. Leroy-Willig, and C. Wary, “Multigap parallel-plate bracelet resonator frequency determination and applications,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 65, no. 11, pp. 3363–3366, 1994.
- [33] S. J. Martin, “Closing Remarks: Interactions of acoustic waves with thin films and interfaces,” in *Faraday Discussion* 107, 1997, p. 463.
- [34] R. Schumacher, J. G. Gordon, and O. Melroy, “Observation of morphological relaxation of copper and silver electrodes in solution using a quartz microbalance,” *J.*

*Electroanal. Chem. Interfacial Electrochem.*, vol. 216, no. 1–2, pp. 127–135, Sep. 1987.

- [35] Y. Wang, N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, and S. Serfaty, “Electrodes geometry and surface waves generation on a quartz disk: experimental study,” in *Acoustics 2012 Nantes*, 2012.
- [36] C. Ould Ehssein, S. Serfaty, P. Griesmar, J. Y. Le Huerou, L. Martinez, E. Caplain, N. Wilkie-Chancellier, M. Gindre, G. Gouedard, and P. Figuiere, “Kinetic study of silica gels by a new rheological ultrasonic investigation.,” *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e881–5, Dec. 2006.
- [37] S. J. Martin, G. C. Frye, A. J. Ricco, and S. D. Senturia, “Effect of surface roughness on the response of thickness-shear mode resonators in liquids,” *Anal. Chem.*, vol. 65, no. 20, pp. 2910–2922, Oct. 1993.
- [38] “Handbook of Chemistry and Physics.” [Online]. Available: <http://www.hbcpnetbase.com/>. [Accessed: 31-Jul-2014].

---

# Chapitre III Identification des différents modes de propagation

---

## Sommaire

III.1	BANC INSTRUMENTAL LASER .....	66
III.1.1	<i>Vibromètre laser</i> .....	67
III.1.2	<i>Oscilloscope</i> .....	68
III.1.3	<i>Générateur d'impulsion</i> .....	68
III.1.4	<i>Platines de translation</i> .....	69
III.1.5	<i>Pilotage du banc instrumental</i> .....	69
III.2	TRAITEMENT DES SIGNAUX PAR TRANSFORMEE DE GABOR .....	71
III.3	ETUDE DU DISQUE : EXCITATION IMPULSIONNELLE .....	72
III.3.1	<i>Spécifications de capteur TSM</i> .....	72
III.3.2	<i>Dispositif instrumental</i> .....	73
III.3.3	<i>Réponse impulsionnelle : acquisition des signaux <math>S(x, y, t)</math></i> .....	74
III.3.4	<i>Analyse modale des signaux <math>W(x, y, \omega)</math></i> .....	77
III.3.5	<i>Comparaison avec la théorie classique des disques</i> .....	78
III.3.6	<i>Courbe de dispersion</i> .....	82
III.4	ETUDE EN REGIME SINUSOIDAL PERMANENT .....	86
III.4.1	<i>Fréquence de 294 kHz</i> .....	86
III.4.2	<i>Fréquence de 4,96 MHz</i> .....	87
III.5	ETUDE SUR L'INFLUENCE DE LA GEOMETRIE D'ELECTRODE .....	93
III.5.1	<i>Electrodes en disque</i> .....	93
III.5.2	<i>Electrodes en anneau</i> .....	95
III.6	CONCLUSION .....	97
III.7	REFERENCES .....	98

L'intégration d'une antenne RF (*radiofréquence*) sur un résonateur acoustique implique le dépôt d'électrodes de géométrie adaptée aux aspects RF ainsi qu'aux aspects acoustiques. Les aspects acoustiques sont traités dans le présent chapitre, dans le double objectif d'identifier les ondes acoustiques se propageant sur le résonateur acoustique et d'appréhender les mécanismes de leur génération via les électrodes. Cette étude permet d'analyser les ondes mises en jeu ainsi que les mécanismes responsables de leur génération dans une large gamme de fréquences : depuis 10% de la fréquence du fondamental jusqu'à l'harmonique 5. Moyen de détection sans contact, quasi-ponctuel et peu perturbatif, la vibrométrie laser sera utilisée afin de réaliser une cartographie de l'état vibratoire de la surface. Par ailleurs, afin de caractériser les ondes observées, différentes méthodes de traitements de signaux seront présentées. L'analyse Espace-Temps-Fréquences multidimensionnelle par transformée de Gabor sera introduite.

### III.1 Banc instrumental laser

Le banc instrumental laser permet de réaliser des mesures ponctuelles, sans contact et a pour but de suivre la propagation des ondes afin d'optimiser les capteurs ou de réaliser un contrôle non destructif (CND) de matériaux [1]–[3].

Ce banc de mesure est constitué des appareils suivants : un vibromètre laser, un oscilloscope, un générateur de signaux impulsifs, un générateur de signaux arbitraires, des platines de translation et leur contrôleur, des transducteurs ultrasonores (capteurs et émetteurs), un poste de contrôle (voir sur la Figure III-1).

Les principales fonctions du banc sont les suivantes :

- Excitation.

Les capteurs étudiés ici sont piézoélectriques, l'excitation des ondes se fait à l'aide d'un générateur de tension. Suivant le type de réponse du capteur, plusieurs formes de tensions sont

disponibles : impulsion, sinusoïdal permanent, etc.

- Détection optique.

Les ondes ultrasonores générées sur le capteur sont ainsi détectées par le vibromètre laser, ce dernier envoie le signal au démodulateur.

- Acquisition numérique.

Le signal démodulé est transmis à l'oscilloscope. Enfin grâce au poste de contrôle, nous faisons une acquisition du signal visualisé sur l'oscilloscope afin d'analyser les caractéristiques du signal (amplitudes, fréquences, spectre, etc.).

- Contrôle mécanique.

L'ordinateur est connecté au contrôleur des moteurs pour la gestion des déplacements afin de balayer sa surface avec le faisceau laser.

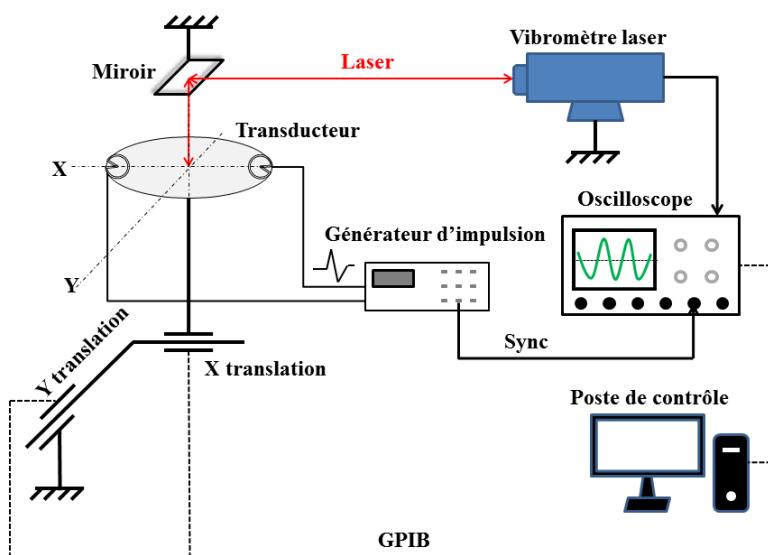


Figure III-1 : Banc expérimental.

### III.1.1 Vibromètre laser

Dans ce travail, nous avons utilisé un vibromètre laser monopoint Polytec, dont le modèle de tête de mesure est OFV-505 (class 2, < 1 mW et longueur d'onde de 632 nm) et le modèle de contrôleur haute-fréquence est OFV-2570 (mesure de fréquences entre 30 kHz et 24 MHz pour le décodeur de déplacement).

Ce système permet de mesurer des mouvements d'une surface en vibration de l'ordre du nanomètre. Avec la lentille longue focale (OFV-LR), la taille typique du spot laser est de 18  $\mu\text{m}$  à une distance de 500 mm et 62  $\mu\text{m}$  à 1000 mm. Pour échantillonner correctement une longueur d'onde, outre le critère de Nyquist, le diamètre du spot laser doit être inférieur à la moitié de la plus petite longueur d'onde. Dans l'étude menée, ce deuxième critère sera respecté car, dans le cas le plus défavorable (pour une fréquence de 24 MHz et la vitesse de phase la plus faible, celle de l'onde transverse  $c_t = 3334\text{m/s}$ ), cette longueur d'onde limite sera de l'ordre de 140  $\mu\text{m}$ , soit plus du double du diamètre de spot laser.

### **III.1.2 Oscilloscope**

L'oscilloscope numérique (modèle LeCroy WaveSurfer 24Xs-A) est un instrument de mesure qui nous permet de visualiser les différents signaux électriques que nous souhaitons analyser, à savoir le signal de l'onde de référence et le signal caractéristique produit par la vibration de la surface.

Les spécifications de cet oscilloscope sont les suivantes : la fréquence d'échantillonnage peut aller jusqu'à 2,5 GS/s, la bande passante est de 200 MHz et la résolution verticale est de 8-bits.

L'appareil est contrôlé grâce au logiciel Matlab sur lequel nous avons réalisé un programme de pilotage de l'instrument. L'oscilloscope communique avec l'ordinateur de contrôle via le réseau local afin d'éviter d'être perturbé par les incidents de coupure de réseau Ethernet de l'université.

### **III.1.3 Générateur d'impulsion**

Le générateur de signaux ultrasonores (modèle Olympus Panametrics-NDT 5800PR) que nous utilisons est un générateur d'impulsion pilotable par ordinateur, souvent utilisé dans des applications de contrôle par ultrasons : CND de métaux, plastiques, échantillons composites.

Il génère des impulsions de tension sans charge négatives de 300 V, d'énergie typique jusqu'à 100  $\mu$ J, d'une bande passante entre 1 kHz et 35 MHz.

### **III.1.4 Platines de translation**

Le vibromètre laser que nous utilisons ne peut détecter les vibrations qu'en un point sur la surface d'échantillon : afin de réaliser les mesures en différents points, nous utilisons deux translations qui déplacent les échantillons.

Deux platines de translation linéaire (modèle Newport ILS 150 CCL) sur butées à billes sont mises en place, afin d'assurer le mouvement en deux dimensions ( $X, Y$ ) pour la cartographie des échantillons. La gamme de mouvement peut aller jusqu'à 150 mm, le mouvement incrémental minimum est de 1  $\mu$ m et la vitesse maximum est de 50 mm/s. En outre, nous disposons d'un contrôleur universel pour 1 à 3 axes (modèle Newport ESP 300) qui permet de gérer le positionnement des platines et la vitesse de leurs déplacements. Le programme Matlab réalisé permet de piloter les platines, grâce à un port série entre le poste de contrôle et le contrôleur, puis grâce à une liaison parallèle via GPIB (*General Purpose Interface Bus*) entre le contrôleur et les platines.

### **III.1.5 Pilotage du banc instrumental**

L'interface graphique de pilotage du banc a été réalisée sous le logiciel Matlab en utilisant les boîtes à outils « Instrument Control Toolbox » et GUIDE (*GUI Development Environment*) [4], [5]. Elle comporte une zone de paramètres et une autre zone d'affichage de l'oscilloscope. La zone de paramètres regroupe les éléments configurant des conditions expérimentales. La zone d'affichage de l'oscilloscope montre les signaux transférés depuis l'oscilloscope, après la transmission par la connexion TCP/IP.

Deux interfaces graphiques ont été réalisées. La première interface (Figure III-2) permet l'acquisition à distance sans translation, c'est-à-dire en un seul point sur la surface de l'échantillon. La deuxième interface (Figure III-3) pilote à la fois l'acquisition des signaux et les déplacements sur deux axes  $X$  et  $Y$ .

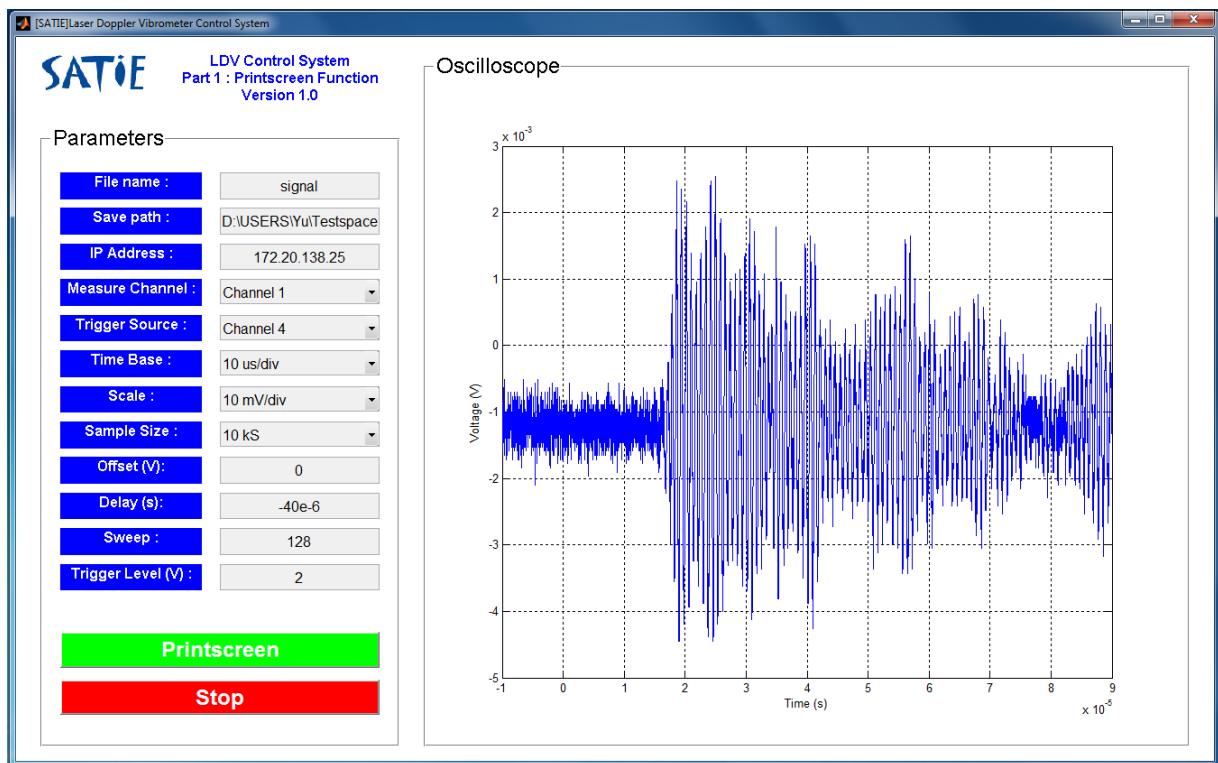


Figure III-2 : Interface graphique de la manipulation du banc de mesure sans translation.

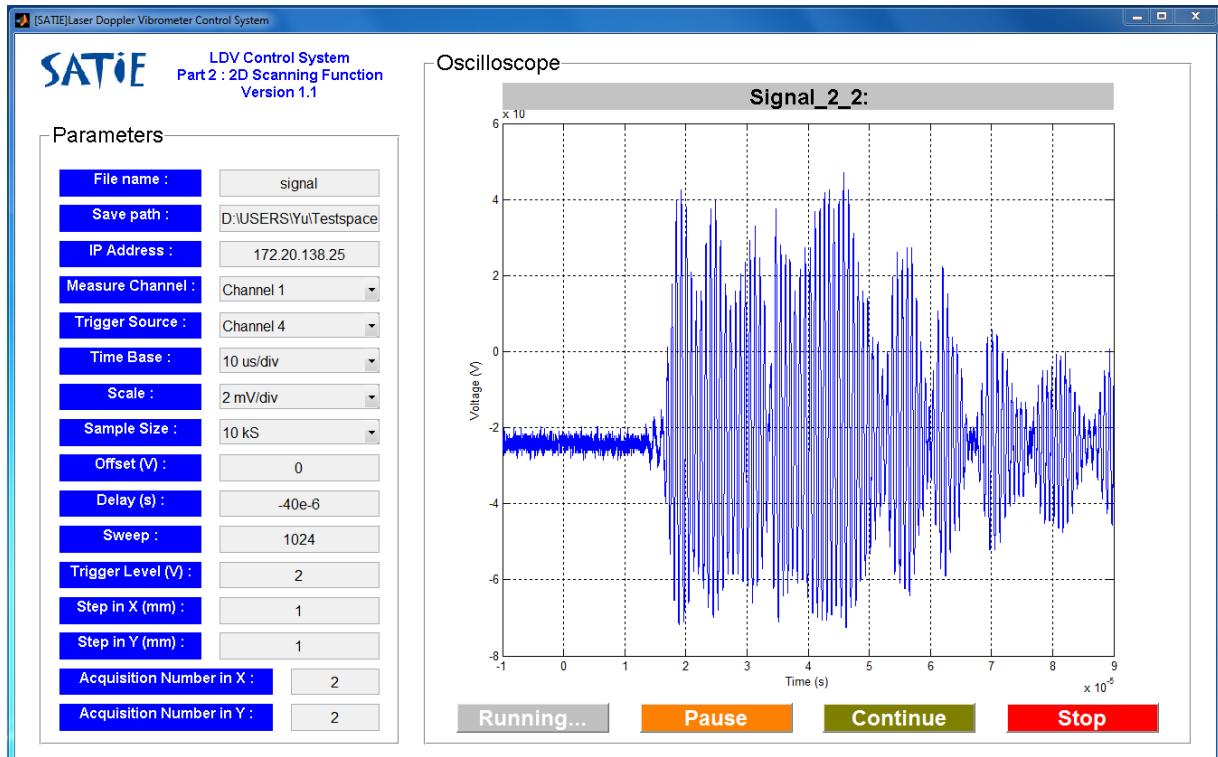


Figure III-3 : Interface graphique de la manipulation du banc de mesure suivant les axes X et Y.

Dans les deux cas, au démarrage du programme, nous réalisons l'initialisation de tous les ports de communication, puis nous plaçons le faisceau laser sur la surface à mesurer grâce au réglage de position, ensuite l'opérateur est invité à saisir les différents paramètres de la mesure c'est-à-dire le chemin d'enregistrement, le nom du fichier dans lequel sont enregistrés les mesures acquises, le nombre de moyennage, l'adresse IP, la base de temps, etc.

Après avoir paramétré correctement, l'opérateur lance la mesure, c'est ainsi que le signal obtenu pendant la mesure est moyenné puis stocké pour chaque position. Enfin lorsque que le moyennage est terminé, le programme exécute l'acquisition du signal en temporel ainsi que l'enregistrement des mesures dans un fichier.

## III.2 Traitement des signaux par transformée de Gabor

Afin de disposer de la réponse mécanique des capteurs étudiés dans une large bande de fréquences en une seule acquisition, la mesure de la réponse impulsionnelle est très avantageuse. Couplées à une analyse de Gabor [6], ces mesures permettent de localiser les ondes acoustiques et d'estimer leurs paramètres, longueur d'onde, fréquence.

Pour les signaux à une dimension, les deux principaux domaines de caractérisation sont le domaine temporel et le domaine fréquentiel. Les méthodes d'analyse temps-fréquence permettent la localisation de fréquences dans le temps [7]. Deux grandes familles ont été développées :

- basées sur la transformée de Fourier à court terme (STFT ou *Short-Time Fourier Transform*) [8], la transformée de Gabor,
- les transformées en ondelettes [9].

La transformée de Fourier à court terme, ou encore transformée de Fourier à fenêtre glissante (WFT ou *Windowed Fourier Transform*) est une représentation temps-fréquence du signal dont la fenêtre d'analyse a une taille constante.

La transformée de Gabor [10] est la première représentation temps-fréquence à avoir été

mise en œuvre. Cette transformée est nommée ainsi d'après Dennis Gabor, qui a reçu le prix Nobel de physique de 1971 pour son invention et le développement de la méthode holographique. Elle est basée sur une fenêtre de forme gaussienne et pour laquelle D. Gabor a montré une localisation temporelle et fréquentielle optimale.

Pour la transformée de Fourier à court terme et la transformée de Gabor, la largeur de la fonction de fenêtre est fixée, alors que pour la transformée en ondelettes la largeur de cette fenêtre varie avec la fréquence.

Dans le cadre de nos recherches qui nécessitera l'analyse de signaux transitoires tridimensionnels  $S(x, y, t)$ , nous avons choisi la transformée de Gabor comme la méthode d'analyse temps-fréquence car son extension à plusieurs dimensions est robuste et efficace [11]–[14].

La transformée de Gabor 3D permet ainsi d'analyser un signal  $S(x, y, t)$ , mesuré par un système d'investigation à la surface d'une structure, à l'espace  $G(x, y, t, kx, ky, \omega)$  contenant tous les paramètres caractéristiques de l'onde, à savoir la localisation du front d'onde dans l'espace-temps et les aspects fréquentiels locaux associés.

Pour plus de clarté, cette approche est illustrée (en annexe B de ce manuscrit) sur des signaux de propagation d'ondes acoustiques simulées par nos soins. Cette annexe explique en détails la mise en œuvre de cette transformée de Gabor pour l'analyse transitoire de signaux 1D, 2D puis 3D.

### III.3 Etude du disque : excitation impulsionale

#### III.3.1 Spécifications de capteur TSM

Le capteur TSM (*Thickness Shear Mode*) étudié est constitué d'un disque mince de quartz (4,96 MHz, fabriqué par la société Q-Sense [15]), taillé suivant une coupe AT favorisant le cisaillement. Les électrodes sont en or, compatible avec un large éventail de matériaux[16]. Les spécifications de ce capteur TSM peuvent être trouvées dans la partie de

l'annexe A de ce manuscrit traitant du principe du TSM. La Figure III-4 montre particulièrement un contour carré en vert de la vue de dessus qui indique la zone balayée pour le vibromètre laser.

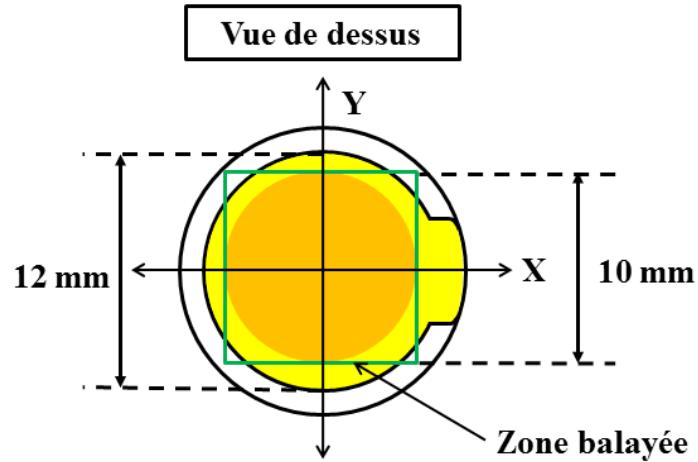


Figure III-4 : La zone balayée pour le vibromètre laser.

### III.3.2 Dispositif instrumental

La Figure III-5 montre les photos du dispositif. Grâce à la détection optique sans contact, le vibromètre laser permet de mesurer, sans la perturber, la vibration mécanique de la surface de capteur.

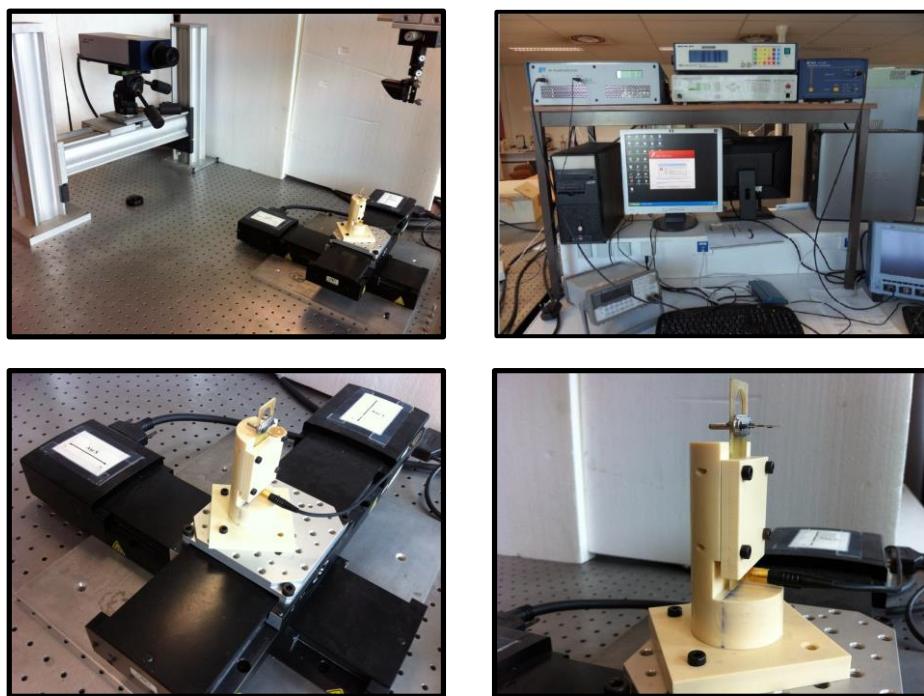


Figure III-5 : Les photos de dispositif instrumental.

Le capteur est maintenu par deux pinces conductrices identiques à celles utilisées dans les composants électroniques à quartz. Ce système de maintien présente l'avantage de laisser vibrer le quartz le plus librement possible, les contraintes mécaniques au niveau des pinces restant faibles. La source d'alimentation peut être un générateur d'impulsion ou un générateur de basses fréquences (GBF).

Pour une acquisition spatiale de  $200 \times 200$  points et 10000 points temporellement, le temps nécessaire la cartographie complète peut durer deux jours. Les signaux ainsi acquis sont ensuite analysés suivant les méthodes détaillées dans la partie suivante.

### III.3.3 Réponse impulsionale : acquisition des signaux $S(x, y, t)$

La réponse impulsionale du capteur TSM est acquise en utilisant des impulsions d'une puissance de  $100 \mu\text{J}$ , avec une fréquence de répétition de 80 Hz. En réception, un amplificateur d'instrumentation de 40 dB (soit 100 fois en tension) est branché en sortie du contrôleur laser pour amplifier le signal électrique de sortie. Au niveau du contrôleur, le taux de transformation entre le déplacement et la tension est de 50 nm/V.

Suivant l'axe  $X$ , la largeur totale balayée est 10 mm par pas  $dx = 0,05$  mm, soit 200 points d'acquisition en  $X$ . Il en est de même pour l'axe  $Y$ . La durée totale de détection en un point est de 200  $\mu\text{s}$  avec un pas temporel  $dt = 20$  ns de sorte que le nombre total de points d'acquisition est  $nt = 10000$ .

La Figure III-6 montre l'amplitude du signal temporel en un point de mesure ( $x_0=3,5$  mm,  $y_0=3,5$  mm) ainsi que son spectre. En raison du fonctionnement de l'amplificateur, le déplacement de la vibration à la surface de capteur est de l'ordre de 1 nm. Dans le spectre, nous constatons que ce signal détecté contient beaucoup de fréquences, surtout en basse fréquence de 0 Hz à 1 MHz. La composante fréquentielle ayant la plus forte dynamique est  $f = 294$  kHz.

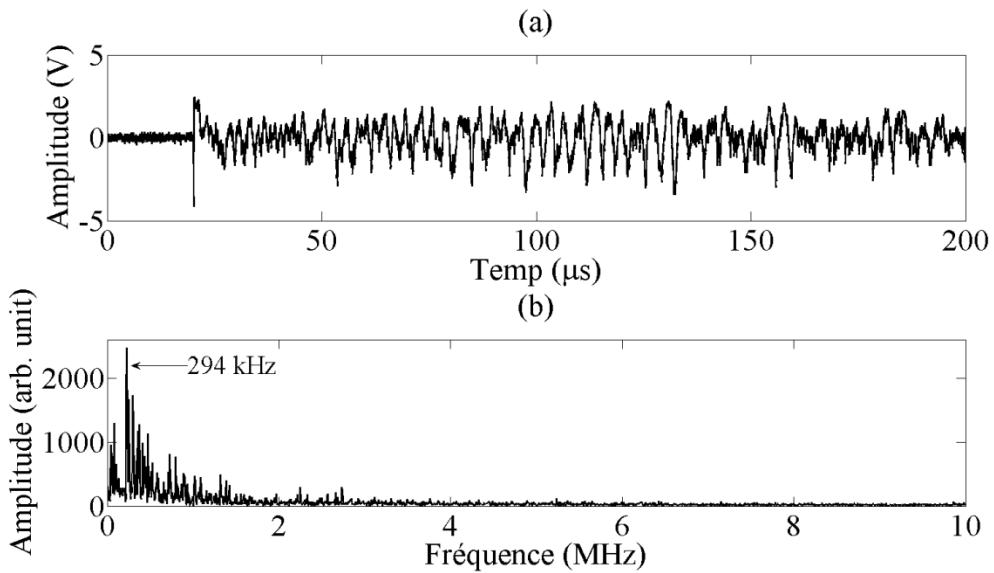


Figure III-6 : (a) Le signal  $S(x_0, y_0, t)$  avec  $x_0 = 3,5\text{mm}$  et  $y_0 = 3,5\text{mm}$  ; (b) le spectre du signal  $S(x_0, y_0, t)$ .

La Figure III-7 montre les signaux spatio-temporels expérimentaux. Notons que l'impulsion est générée à  $t = 20\text{ }\mu\text{s}$ . On peut remarquer que les ondes de surface observées sont générées seulement le long de la frontière du motif d'électrode constitué de l'électrode centrale, de l'électrode rectangulaire nécessaire à la connexion électrique et des deux petites électrodes de la forme d'arc en opposition.

De la frontière de l'électrode centrale deux ondes sont générées, se propageant le long de la normale à la frontière, et dans des directions opposées. Cela forme les fronts circulaires d'ondes observés : le front interne se focalisant au centre et le front externe se dilatant vers la frontière du quartz. On peut également remarquer l'opposition de phase des deux fronts d'onde demi-circulaires à partir des côtés gauche et droit du quartz, avec une symétrie axiale le long de l'axe vertical central  $Y$ . L'opposition de phase vient du fait que, travaillant en cisaillement suivant la direction  $X$ , ce cisaillement induit simultanément un soulèvement de la surface du quartz et une plongée du côté opposé. Ce résultat est important car bien que le vibromètre laser ne mesure que les vibrations normales à la surface, les effets de vibrations transverses sont ici détectés. Après  $t = 21,7\text{ }\mu\text{s}$ , ces deux ondes se rencontrent au centre du quartz et continuent de se propager dans la direction opposée. Pour des temps supérieurs, les aller-retour successifs des ondes s'additionnent et forment des motifs d'interférence.

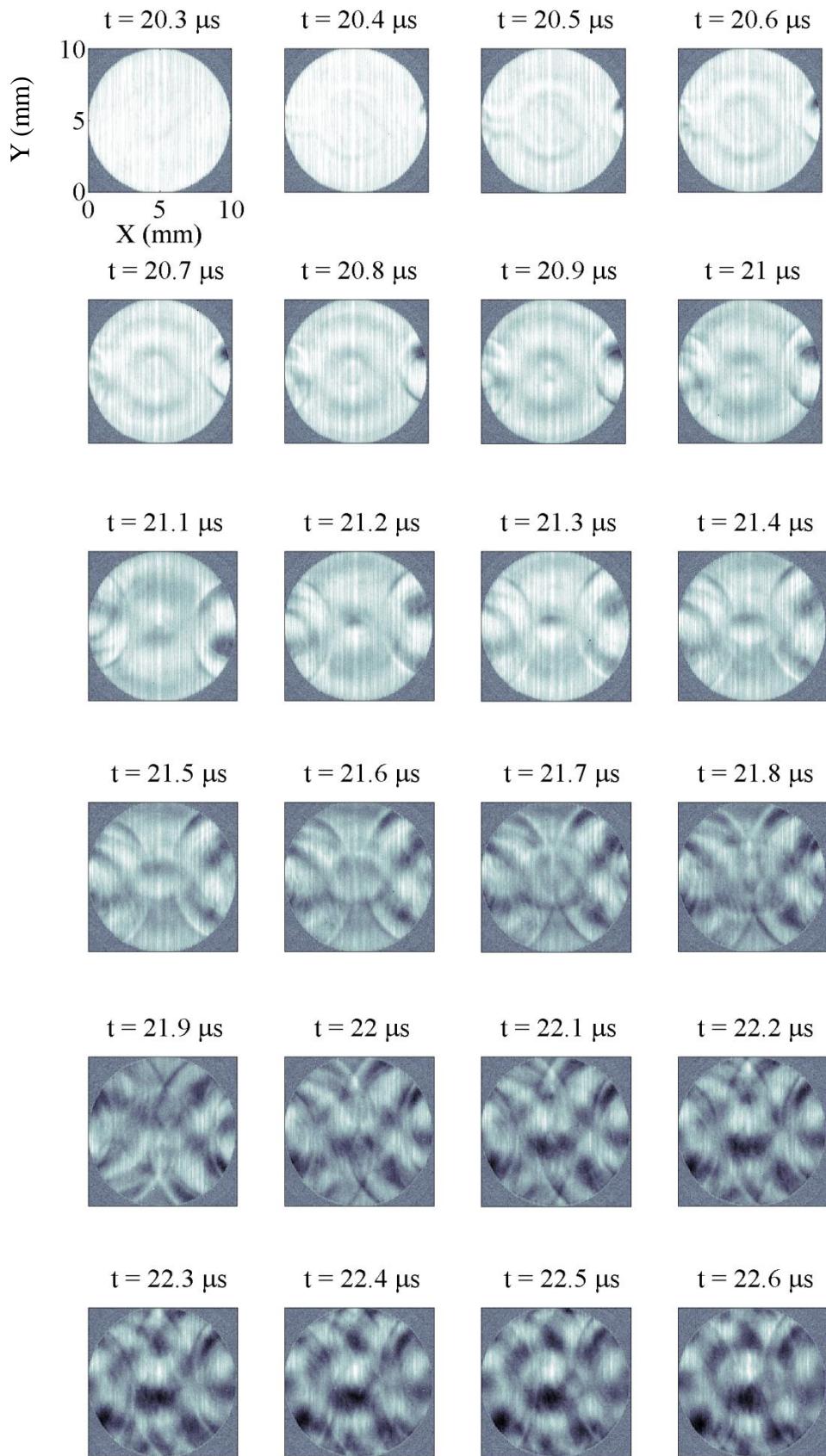


Figure III-7 : Images des signaux spatio-temporels  $S(x, y, t)$  de détection par l'excitation impulsionale  
(Impulsion générée à  $t=20\mu\text{s}$ ).

### III.3.4 Analyse modale des signaux $W(x, y, \omega)$

Le comportement modal des ondes de surface générées sur le capteur TSM est étudié à partir des signaux spatio-fréquentiels  $W(x, y, \omega)$  obtenus par transformée de Fourier temporelle des signaux spatio-temporels.

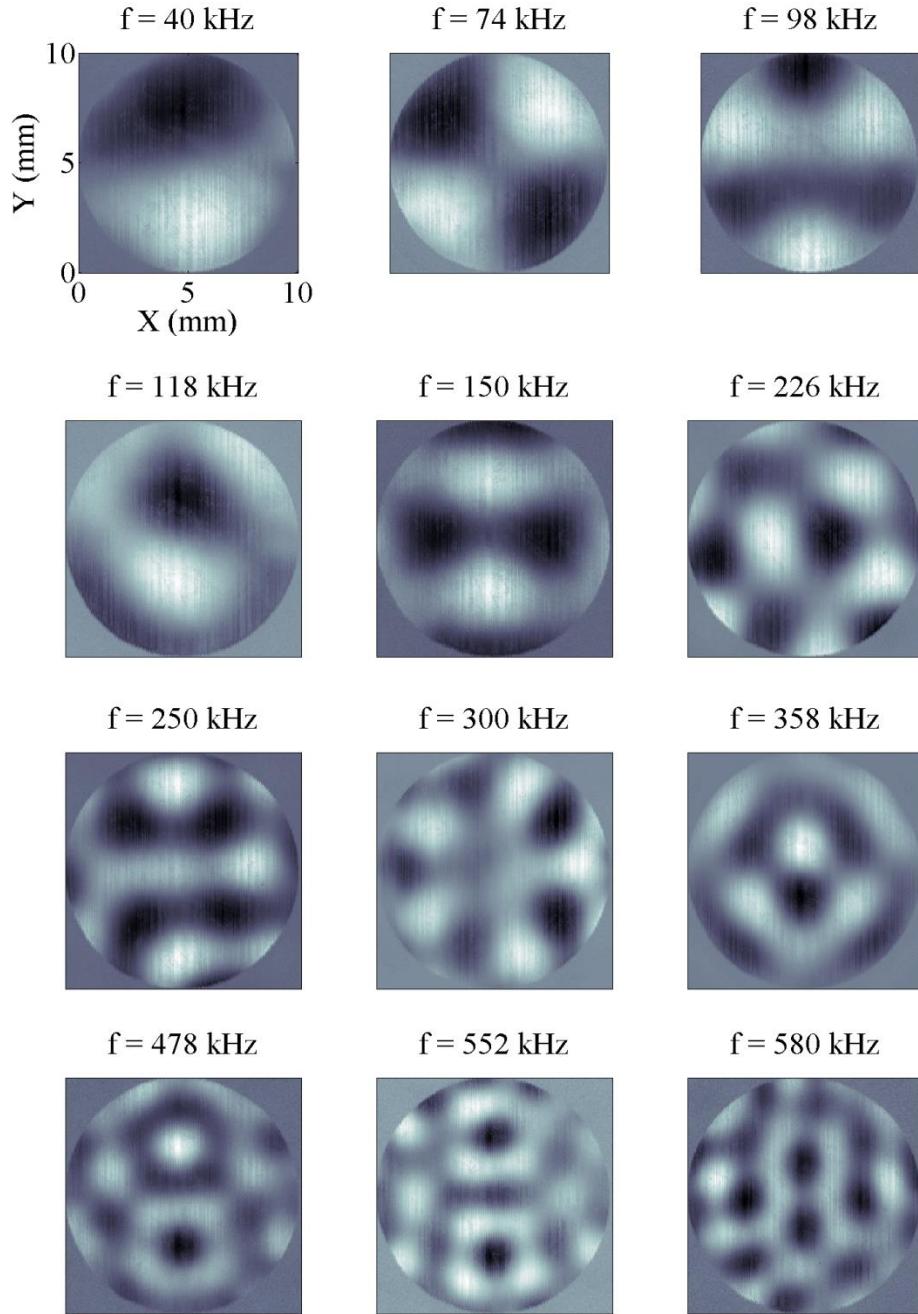


Figure III-8 : Images des signaux spatio-fréquentiels  $W(x, y, \omega)$  en basse fréquence.

La Figure III-8 présente les signaux spatio-fréquentiels  $W(x, y, \omega)$  en basse fréquence (0kHz – 600kHz) et pour les fréquences de résonance observées. La théorie de mode normal

ou mode propre de vibration d'une plaque circulaire peut être utilisée pour expliquer ce phénomène [17].

### III.3.5 Comparaison avec la théorie classique des disques

Parmi les nombreuses théories de plaques qui ont été développées depuis la fin du 19<sup>ème</sup> siècle, deux sont largement acceptées et utilisées dans l'ingénierie [18]. Ceux-ci sont :

- La théorie des plaques de Kirchhoff-Love (théorie de la plaque classique) [19],
- La théorie des plaques de Mindlin-Reissner (théorie de la plaque de cisaillement du premier ordre) [20].

On considère un disque d'épaisseur  $h$ , de rayon  $a$ , dont le matériau est caractérisé par :

- sa masse volumique  $\rho$ ,
- son module d'Young  $E$ ,
- son coefficient de Poisson  $\nu$ .

On utilise ici la théorie des plaques classique. Supposons que le disque piézoélectrique soit alimenté par une tension alternative de pulsation  $\omega$  et d'amplitude  $V$  :  $V \cdot e^{i\omega t}$  entraînant une vibration transversale non axisymétrique [21]. Dans le système de coordonnées polaires  $(r, \theta)$ , le déplacement latéral du disque dans la direction  $Z$  s'exprime [22], [23] :

$$W(r, \theta, t) = W(r, \theta) \cdot e^{i\omega t} \quad (3-1)$$

L'équation de la plaque classique est :

$$D \nabla^4 W(r, \theta, t) + h \rho \frac{\partial^2 W(r, \theta, t)}{\partial t^2} = 0 \quad (3-2)$$

où  $\nabla^4$  est l'opérateur biharmonique et  $D$  est la rigidité en flexion, donnée par [24] :

$$D = \frac{Eh^3}{12(1-\nu^2)} \quad (3-3)$$

On peut simplifier l'équation (3-2) par l'équation suivante :

$$\frac{\partial^2 W(r, \theta, t)}{\partial t^2} = -\omega^2 W(r, \theta, t) \quad (3-4)$$

Si le terme dépendant du temps  $e^{i\omega t}$  est uniformément supprimé dans l'analyse [23], on peut obtenir :

$$\left( \nabla^2 - \sqrt{\frac{\omega^2 h \rho}{D}} \right) \cdot \left( \nabla^2 + \sqrt{\frac{\omega^2 h \rho}{D}} \right) \cdot W(r, \theta) = 0 \quad (3-5)$$

Introduisons le symbole :

$$k^2 = \sqrt{\frac{\omega^2 h \rho}{D}} \quad (3-6)$$

L'équation de la plaque peut alors être écrite de la manière suivante :

$$(\nabla^2 - k^2) \cdot (\nabla^2 + k^2) \cdot W(r, \theta) = 0 \quad (3-7)$$

Pour l'équation de la plaque, cela conduit aux solutions générales possibles suivantes [25] :

$$W(r, \theta) = \cos(n\theta) (A_{n1} \cdot J_n(kr) + A_{n2} \cdot I_n(kr)) \quad (3-8)$$

où  $J_n$  est la fonction de Bessel de première espèce et  $I_n$  est la fonction de Bessel modifiée de première espèce.  $A_{n1}$  et  $A_{n2}$  sont des constantes à déterminer à partir des conditions aux limites.

Les conditions aux limites sont satisfaites en spécifiant deux conditions sur le bord extérieur et deux conditions sur le bord intérieur. A chaque bord, les deux conditions sont choisies dans un ensemble de quatre fonctions : (1) le déplacement,  $S$ ; (2) la pente radiale,  $P$ ; (3) le moment de flexion radiale,  $M$  et (4) le cisaillement radial de Kelvin-Kirchhoff,  $V$ . Pour un bord libre,  $M$  et  $V$  sont nuls.

Pour réaliser les calculs systématiques, les définitions suivantes seront prises : d'abord, trois fonctions auxiliaires,  $p_n$ ,  $q_n$ , et  $t_n$ , sont définis comme :

$$\left\{ \begin{array}{l} p_n(kr) = \frac{n}{kr} \\ q_n(kr) = \frac{1-\nu}{kr} \\ t_n(kr) = \frac{n(n-1)(1-\nu)}{(kr)^2} \end{array} \right. \quad (3-9)$$

Puis, en omettant les arguments, des formes fonctionnelles pour la condition termes de bord sont introduites :

$$\left\{ \begin{array}{l} M_{n1} = (t_n - 1) \cdot J_n + q_n \cdot J_{n+1} \\ M_{n2} = (t_n + 1) \cdot I_n - q_n \cdot I_{n+1} \\ V_{n1} = p_n \cdot (t_n + 1) \cdot J_n - (n \cdot p_n \cdot q_n + 1) \cdot J_{n+1} \\ V_{n2} = p_n \cdot (t_n - 1) \cdot I_n - (n \cdot p_n \cdot q_n - 1) \cdot I_{n+1} \end{array} \right. \quad (3-10)$$

Ces fonctions sont combinées pour former les conditions aux limites appropriées. Par exemple, la condition pour un bord libre à  $r = a$  serait écrite :

$$\left\{ \begin{array}{l} A_{n1} \cdot M_{n1}(ka) + A_{n2} \cdot M_{n2}(ka) = 0 \\ A_{n1} \cdot V_{n1}(ka) + A_{n2} \cdot V_{n2}(ka) = 0 \end{array} \right. \quad (3-11)$$

La recherche de zéros du déterminant de la matrice de deuxième ordre impose les valeurs autorisées de  $k$  :

$$\begin{vmatrix} M_{n1} & M_{n2} \\ V_{n1} & V_{n2} \end{vmatrix} = 0 \quad (3-12)$$

Pour une valeur donnée de  $n$ , correspondant au nombre de diamètres nodaux ( $n = 0, 1, 2, \dots$ ), les racines du déterminant fournissent  $m$  valeurs permises de  $k$ ,  $m$  correspondant au nombre de cercles nodaux ( $m = 1, 2, \dots$ ). Le paramètre  $k$  devient  $k_{nm}$  et les fréquences des modes normaux sont données par :

$$\omega_{nm} = k_{nm}^2 \sqrt{\frac{D}{h\rho}} \quad (3-13)$$

L'équation (3-13) correspond à la relation de dispersion entre les fréquences et les

nombres d'onde spatiaux des modes autorisés. Les amplitudes des modes normaux peuvent être déterminées à partir de l'équation (3-11) et de la normalisation de l'une des constantes, par exemple  $A_{nI} = 1$ .

Les modes propres de flexion d'un disque avec un bord libre dans une gamme de fréquences comprise entre 0 et 400kHz sont montrées sur la Figure III-9.

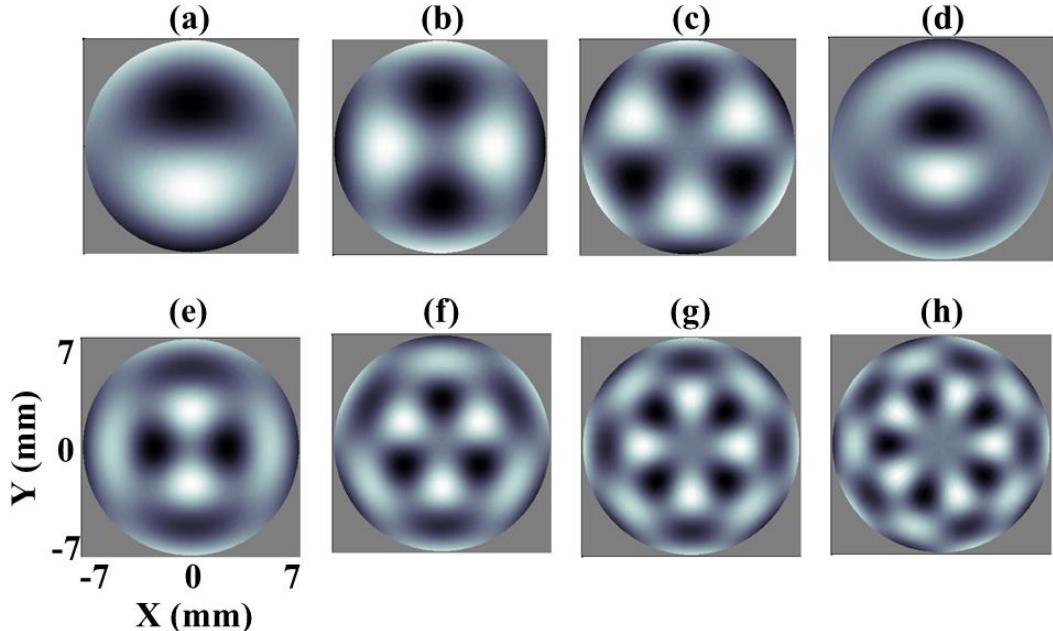


Figure III-9 : Les modes propres de flexion d'un disque avec un bord libre dans une gamme de fréquences comprise entre 0 et 400 kHz. (a) Mode(1,1), 40 kHz ; (b) Mode(2,2), 70 kHz ; (c) Mode(3,2), 100 kHz ; (d) Mode(1,2), 120 kHz ; (e) Mode(2,3), 150 kHz ; (f) Mode(3,3), 230 kHz ; (g) Mode(4,3), 250 kHz ; (h) Mode(5,3), 300 kHz.

Les propriétés utilisées pour le calcul sont les suivantes : une densité de  $\rho = 2650 \text{ kg/m}^3$ , un module de Young de  $E = 8,8 \times 10^{10} \text{ Pa}$  et un coefficient de Poisson de  $\nu = 0,3$ .

Les résultats théoriques de la Figure III-9 sont très proches des résultats expérimentaux Figure III-8. Par exemple pour la fréquence  $f = 300 \text{ kHz}$ , notons que la zone affichée dans la Figure III-8 est un carré dont le côté est égal à 10 mm, qui ne correspond qu'à la zone balayée de la Figure III-4 mais non la surface complète du disque. Par contre, la zone affichée dans la Figure III-9 correspond à la surface complète du disque, qui est inscrite dans un carré dont le côté est égal à 14 mm. Pour mettre les deux zones à la même échelle, nous n'affichons que la zone au milieu de la Figure III-9, c'est-à-dire, un carré dont le côté est égal à 10 mm. Figure

III-10 montre cette comparaison entre le résultat expérimental et le résultat théorique en 300 kHz.

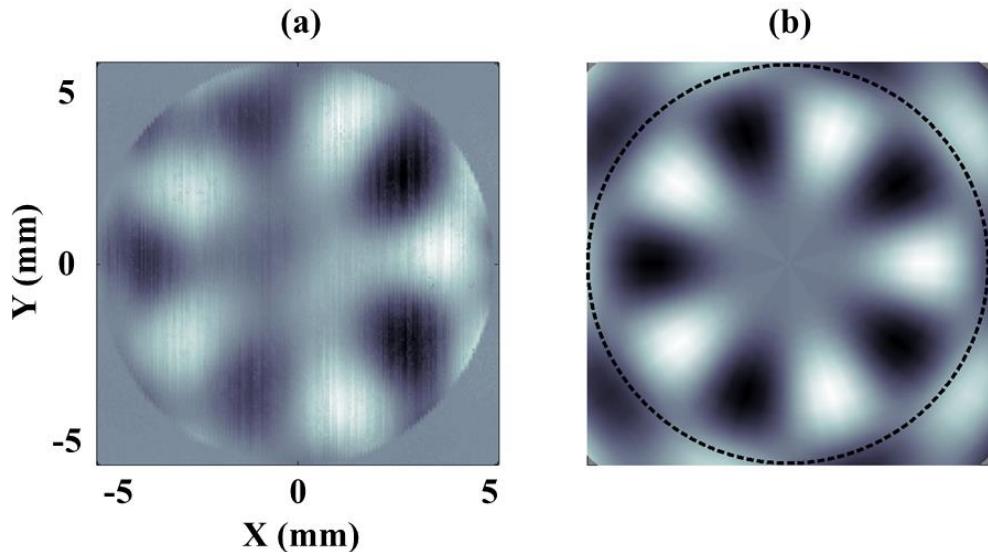


Figure III-10 : (a) Résultat expérimental : le signal spatio-fréquentiel  $W(x, y, \omega)$  en  $f = 300$  kHz ; (b) résultat théorique : la mode propre de flexion d'un disque en  $f = 300$  kHz.

La principale raison pour laquelle on observe des écarts entre les résultats expérimentaux et théoriques est probablement la présence des ressorts métalliques utilisés pour maintenir le disque selon la direction  $X$ . Bien que les ressorts soient assez doux, ils ont toujours un effet sur le serrage du disque de sorte qu'il n'est pas vraiment libre partout.

### III.3.6 Courbe de dispersion

Avant de tracer la courbe de dispersion expérimentale à partir des signaux  $K(k_x, k_y, \omega)$ , nous calculons tout d'abord les modes théoriques se propageant dans une plaque élastique infinie en contact avec deux fluides différents.

N. Veksler a montré l'équation de dispersion de la vitesse de phase  $c^{ph}$  de l'onde de type Lamb dans le cas courant d'une couche élastique en contact avec deux fluides différents [26].

$$\left( \varphi F + \frac{1}{2}(1+\varphi)\psi \right) E + \left( \frac{1}{2}(1+\varphi)F + \psi \right) \psi = 0 \quad (3-14)$$

Nous pouvons utiliser cette équation avec les paramètres physiques appropriés. Afin de s'adapter à notre situation, une couche de quartz dans l'air, les paramètres physiques choisis sont :

- La masse volumique du quartz :  $\rho_l = 2650 \text{ kg/m}^3$
- La masse volumique de l'air :  $\rho = 1,293 \text{ kg/m}^3$
- La vitesse des ondes transversales dans le quartz :  $c_t = 3334 \text{ m/s}$
- La vitesse des ondes longitudinales dans le quartz :  $c_l = 6337 \text{ m/s}$
- La vitesse du son dans l'air :  $c = 340 \text{ m/s}$

Dans l'équation (3-14), les paramètres sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} E = \varphi_1 \coth p_l - \varphi_2 \coth p_t \\ F = \varphi_1 \tan p_l - \varphi_2 \tan p_t \\ \varphi = 1 \\ \psi = \frac{\rho}{\rho_l} \sqrt{\frac{1 - \gamma_0^2 y^2}{1 - \gamma_1^2 y^2}} \\ \varphi_1 = \frac{(2 - y^2)^2}{y^4} \\ \varphi_2 = \frac{4 \sqrt{(1 - \gamma_0^2 y^2)(1 - y^2)}}{y^4} \end{array} \right. \quad (3-15)$$

Et aussi :

$$\left\{ \begin{array}{l} p_l = \frac{z}{y} \sqrt{1 - \gamma_0^2 y^2} \\ p_t = \frac{z}{y} \sqrt{1 - y^2} \\ \gamma_1 = \frac{c_t}{c} \\ \gamma_0 = \frac{c_t}{c_l} \\ y = \frac{c^{ph}}{c_t} \\ z = k_t d \end{array} \right. \quad (3-16)$$

Enfin, nous pouvons retrouver une relation entre la vitesse de phase  $c^{ph}$  et la produit  $k_t \cdot d$ ,

qui est introduit comme une variable indépendante (ici  $k_t = 2\pi f/c_t$  est le nombre d'onde de l'onde transversale et  $d$  est la demi-épaisseur du quartz).

Les Figure III-11 et Figure III-12 montrent les courbes de dispersion en utilisant cette méthode. Numériquement, pour un produit  $f \cdot d$  donné, il existe de nombreuses racines complexes possibles dont certaines correspondent à des ondes de Lamb. Nous pouvons alors bien identifier des premiers modes de Lamb, qui sont rencontrés expérimentalement dans la même zone de produit  $f \cdot d$ .

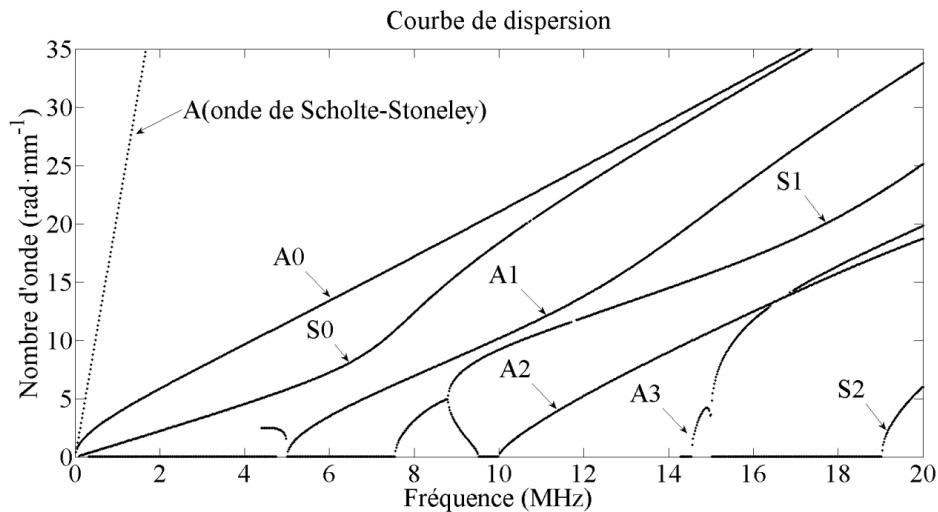


Figure III-11 : Les courbes de dispersion théoriques des ondes de Lamb du quartz (le nombre d'onde  $k_t$  en fonction de la fréquence  $f$ ).

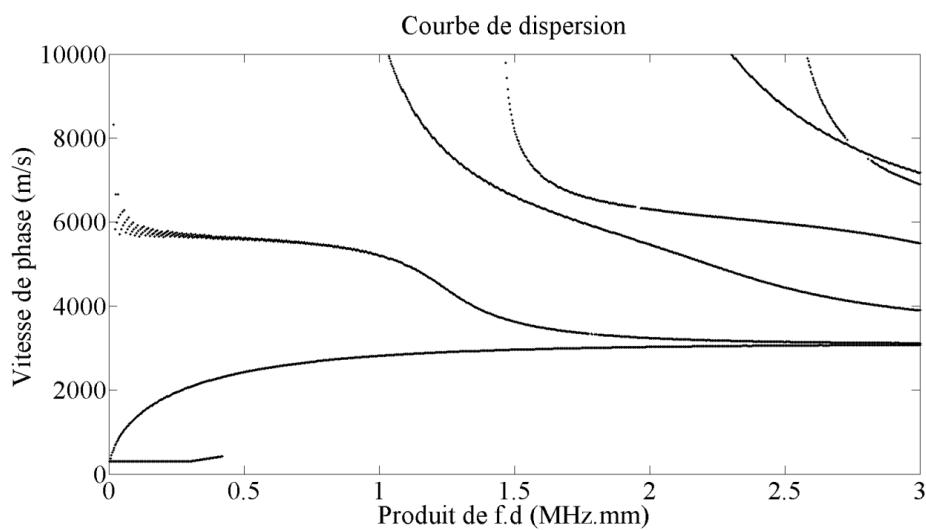


Figure III-12 : Les courbes de dispersion théoriques des ondes de Lamb du quartz (la vitesse de phase  $c^{ph}$  en fonction du produit de  $f \cdot d$ ).

Une coupe  $K(k_x, k_y=0, \omega)$  dans les spectres expérimentaux nous permet de confronter la courbe de dispersion expérimentale aux courbes théoriques (Figure III-13). On note que les modes antisymétriques A1, A2, A3 sont observés avec des courbes de dispersion proches des courbes théoriques. Parmi les modes symétriques, le mode S0 n'est pas observé. Le mode S1 n'est observé qu'en hautes fréquences, loin de son cut-off à 10 MHz. Près de son cut-off, à 10 MHz, on observe un mode dont la courbe de dispersion n'est pas prévue par la théorie des modes de Lamb. Ce mode possède une courbe de dispersion proche de celle du 2<sup>ème</sup> mode Shear Horizontal (SH), mais avec un point d'inflexion quand sa courbe traverse celle du mode A1, caractéristique d'un couplage entre les deux modes.

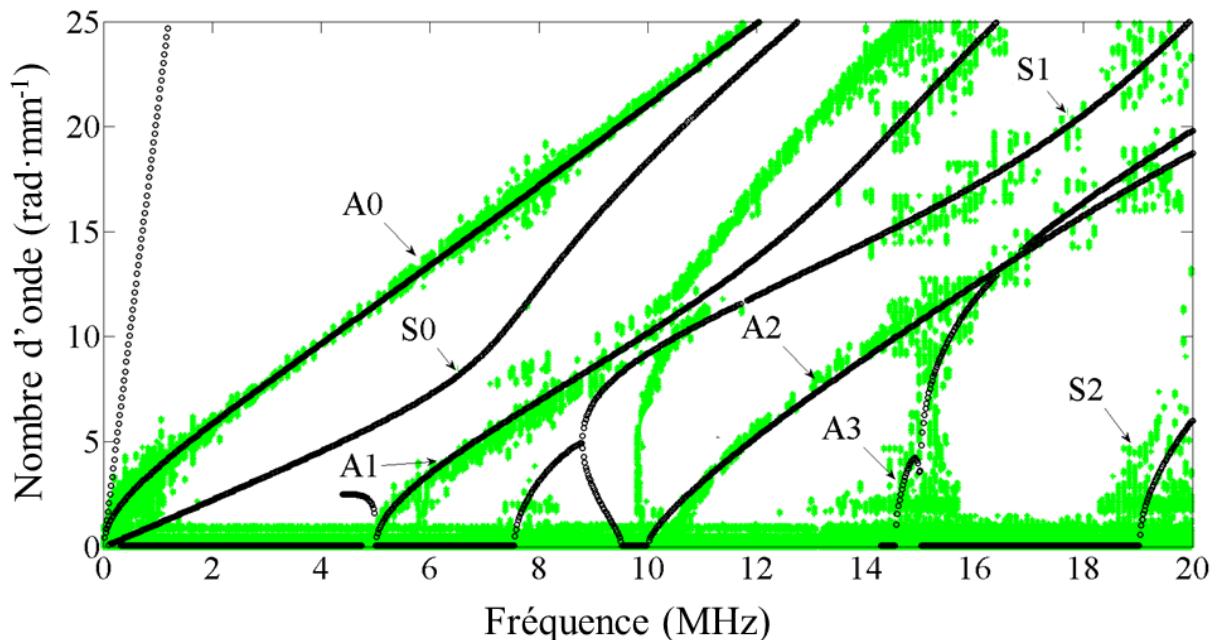


Figure III-13 : La courbe de dispersion théorique (noire) et la courbe de dispersion expérimentale (verte).

Afin d'étudier les caractéristiques de dispersion des ondes de Lamb suivant les différents axes de propagation, nous analysons les signaux  $K(k_x, k_y, \omega)$  présentés sur la Figure III-14. On constate que pour les fréquences entre 1 MHz et 8 MHz, le mode de Lamb A0 se propage avec le même nombre de l'onde  $k$  dans toutes les directions, puisque on a presque un cercle dans le plan de  $k_x$ - $k_y$ . Plus la fréquence est grande, plus l'amplitude de ce cercle est grande, conformément à la courbe de dispersion théorique.

A partir de la fréquence de 5 MHz, le mode A1 commence à être observé ainsi que les

modes supérieurs. Il est intéressant de noter que ces modes supérieurs ne sont pas isotropes et possèdent des directions de propagation privilégiées.

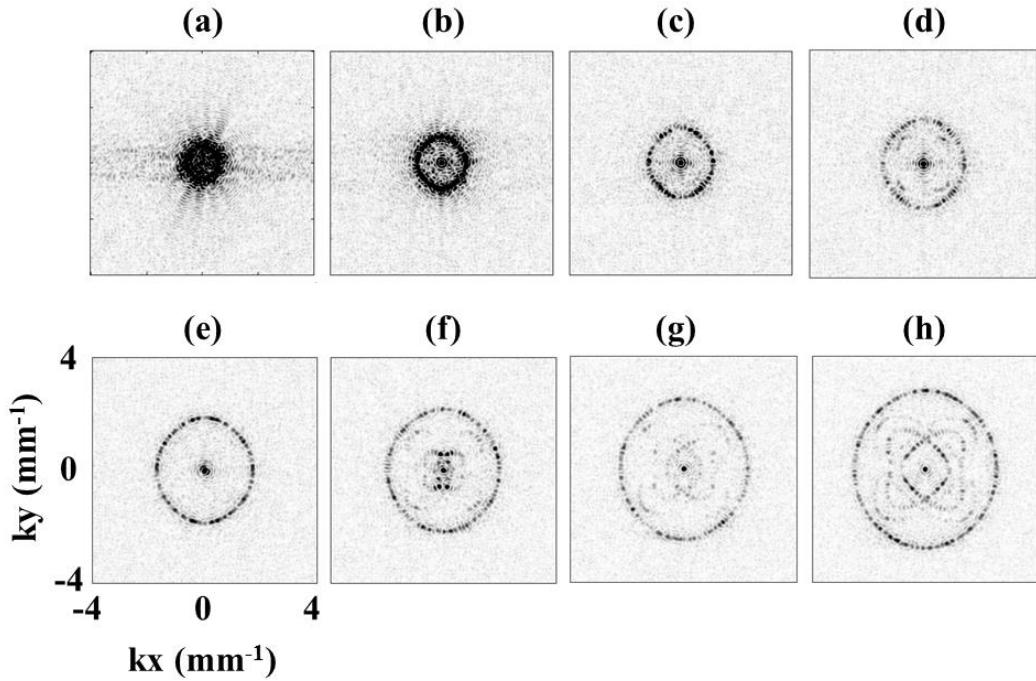


Figure III-14 : Images des signaux nombre de l'onde-fréquentiels  $K(k_x, k_y, \omega)$  dans une gamme de fréquences comprise entre 1 MHz et 8 MHz. (a)  $f = 1$  MHz ; (b)  $f = 2$  MHz ; (c)  $f = 3$  MHz ; (d)  $f = 4$  MHz ; (e)  $f = 5$  MHz ; (f)  $f = 6$  MHz ; (g)  $f = 7$  MHz ; (h)  $f = 8$  MHz .

## III.4 Etude en régime sinusoïdal permanent

### III.4.1 Fréquence de 294 kHz

Dans les résultats de l'étude sur l'excitation impulsionale, nous avons constaté que la vibration du capteur est très importante en basse fréquence et surtout pour la fréquence de  $f = 294$  kHz (environ 2500 fois plus grande que le cas d'une haute fréquence, tel que  $f = 5$  MHz, voir la Figure III-6). En comparant avec la théorie classique des disques, nous avons montré que le disque du capteur vibre en mode (5, 3) autour de la fréquence de 300 kHz.

Afin de vérifier ces résultats, nous excitons le capteur TSM par un signal sinusoïdal avec une fréquence constante. Ici, un signal sinusoïdal permanent est utilisé avec la fréquence de

294 kHz et l'amplitude crête à crête de 10 V. En outre, nous réalisons un balayage complet sur toute la surface de capteur TSM, c'est-à-dire, un carré dont le côté est égal à 14 mm.

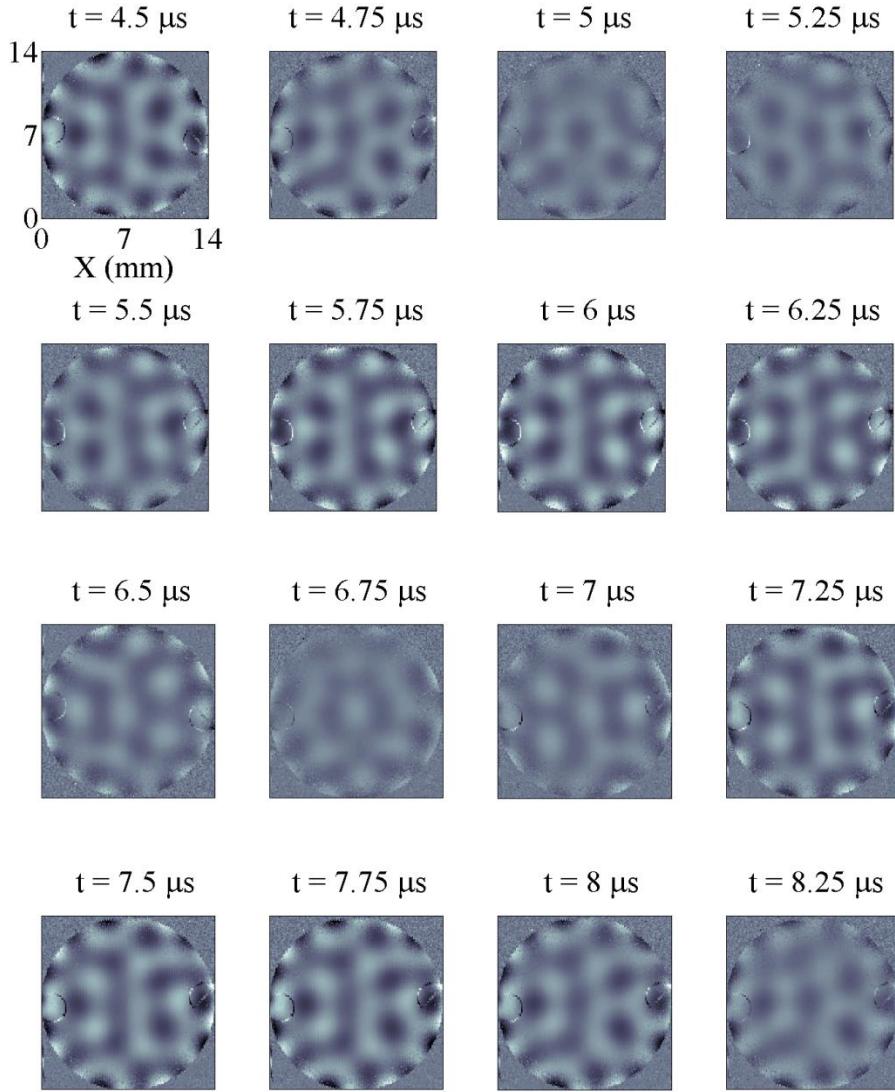


Figure III-15 : Images des signaux  $S(x, y, t)$  de détection par l'excitation sinusoïdale en fréquence de 294 kHz.

La Figure III-15 montre les résultats de détection. Les formes de vibrations sont identiques à celle prévues pour le mode de (5, 3) entre  $t = 4,5 \mu\text{s}$  et  $t = 7,75 \mu\text{s}$ . La fréquence de résonance est de 300 kHz, proche de 294 kHz mesuré en impulsions.

## III.4.2 Fréquence de 4,96 MHz

### III.4.2.1 Excitation en contact

Pour le capteur TSM étudié, la fréquence de résonance mécanique en mode transversal est à 4,96 MHz, cette valeur a été calculée à partir de l'épaisseur de disque de quartz. Le

capteur TSM est excité classiquement (par liaison filaire) par un signal sinusoïdal permanent de fréquence de 4,96 MHz et l'amplitude crête à crête de 10 V. L'acquisition des signaux est effectuée sur un carré dont le côté est égal à 10 mm. Pour la simplification des notations, tout comme le fabriquant du quartz, nous utilisons ici la dénomination quartz de 5 MHz à la place de quartz de 4,96 MHz.

La Figure III-16 montre les résultats de détection des signaux spatio-temporels  $S(x, y, t)$ . Les images entre  $t = 0,04 \mu\text{s}$  et  $t = 0,24 \mu\text{s}$ , montrent une période principale qui correspond au fondamental de 5 MHz.

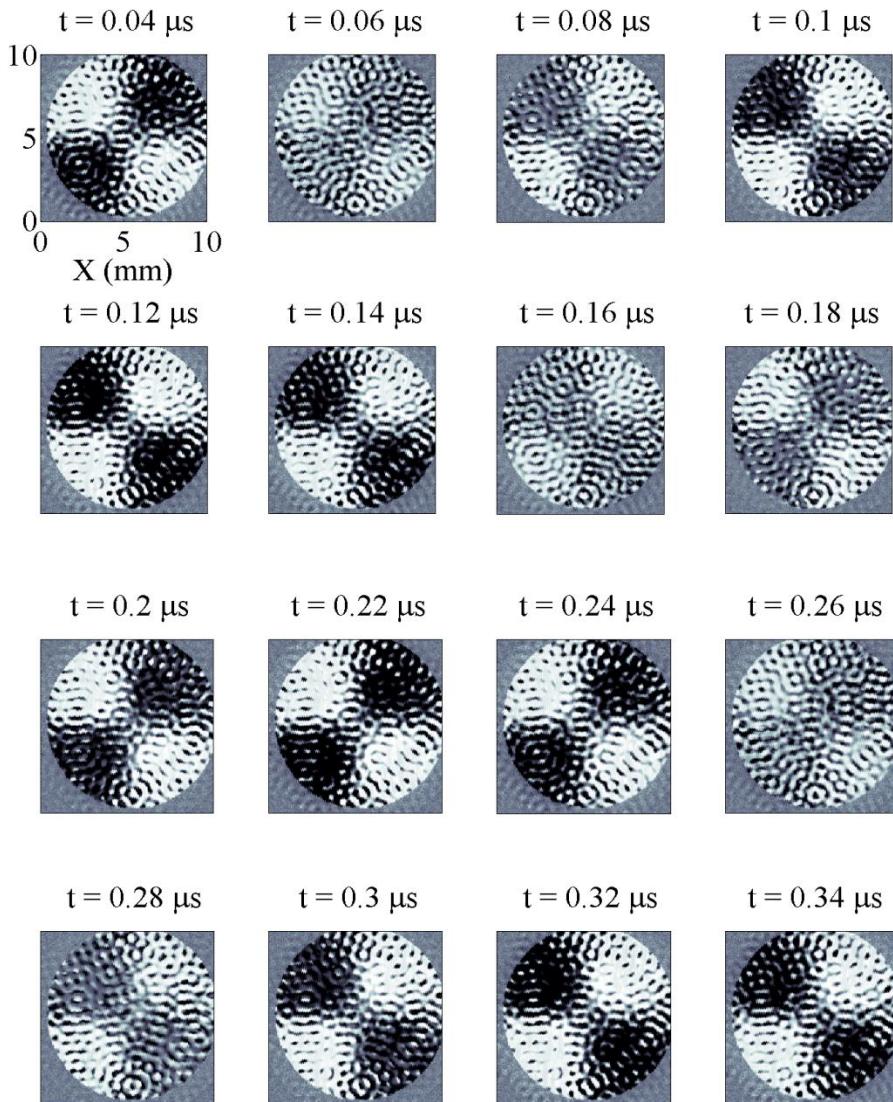


Figure III-16 : Images des signaux spatio-temporels  $S(x, y, t)$  de détection par l'excitation sinusoïdale en fréquence de 4,96 MHz.

Afin d'étudier en détail les modes de vibration correspondant à cette fréquence, deux points de la surface de capteur ont été choisis pour représenter le signal temporel et son spectre à une position donnée. La Figure III-17 montre ces signaux.

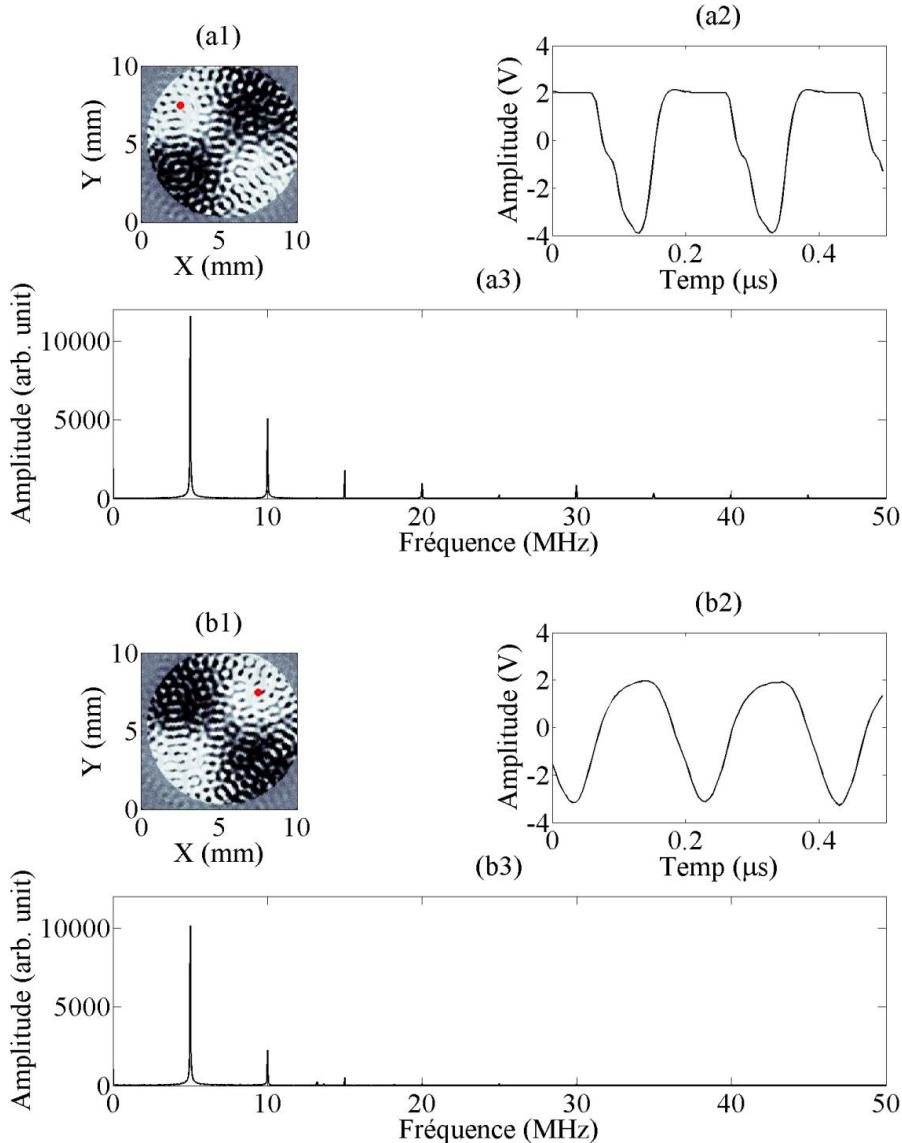


Figure III-17 : (a1) Le signal spatio-temporel  $S(x, y, t)$  à l'instant  $t = 0,04 \mu\text{s}$  ; (a2) le signal  $a(t)$  pour le point en rouge de  $X = 2,5 \text{ mm}$  et  $Y = 7,5 \text{ mm}$  ; (a3) le spectre du signal  $a(t)$  ; (b1) le signal spatio-temporel  $S(x, y, t)$  à l'instant  $t = 0,14 \mu\text{s}$  ; (b2) le signal  $b(t)$  pour le point en rouge de  $X = 7,5 \text{ mm}$  et  $Y = 7,5 \text{ mm}$  ; (b3) le spectre du signal  $b(t)$ .

La tension de sortie de la détection du laser est de 2 V et la vibration réelle est de 1 nm en raison de l'utilisation de l'amplificateur de 40 dB et la résolution de laser de 50 nm/V. Les vibrations des deux points sont antisymétriques et de fréquence 5 MHz. Pour ces deux zones, alors que l'excitation est sinusoïdale, on note une forte non-linéarité des signaux temporels

correspondant. Cette non-linéarité ressemble à une saturation mécanique du quartz quand la surface atteint son point le plus haut alors que pour le point bas ce phénomène n'est pas visible. La non-linéarité se retrouve sur les spectres correspondants, faisant apparaître des harmoniques du fondamental. Ce phénomène est très proche de celui modélisé dans la référence [27].

Afin de séparer spatialement ces deux modes, nous utilisons un filtre passe-bas 2D à réponse impulsionnelle finie [28]. Les petites ondulations sont le mode A0 avec le nombre de l'onde de  $12\text{rad}\cdot\text{mm}^{-1}$ . Le changement de phases opposées peut être lié avec le mode A1 avec le nombre d'onde de  $2\text{rad}\cdot\text{mm}^{-1}$ . Tous les résultats sont montrés sur la Figure III-18.

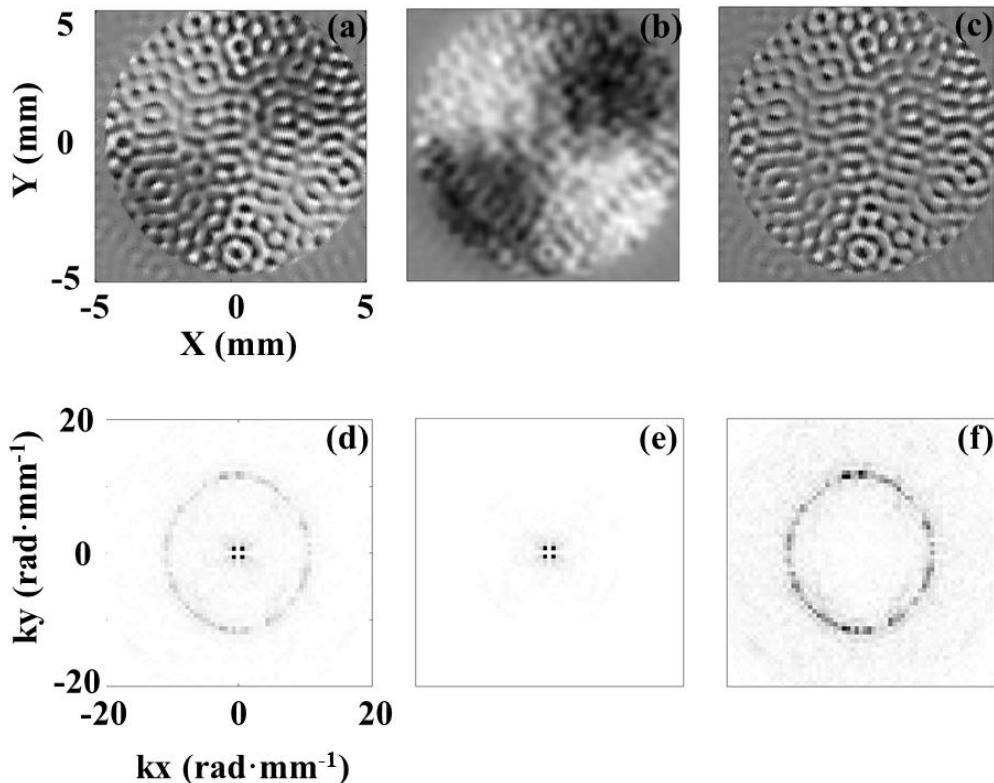


Figure III-18 : (a) Le signal spatio-fréquentiel  $W(x, y, \omega)$  en fréquence de 5 MHz ; (b) le signal filtré de (a) par un filtre passe-bas 2D à réponse impulsionnelle finie ; (c) la soustraction de (a) à (b) ; (d) Le signal nombre de l'onde-fréquentiel  $K(k_x, k_y, \omega)$  de (a) ; (e) le  $K(k_x, k_y, \omega)$  de (b) ; (f) le  $K(k_x, k_y, \omega)$  de (c).

Les spectres fréquentiels et vecteur d'onde  $W(x, y, \omega)$  et  $K(k_x, k_y, \omega)$  sont présentés sur la Figure III-19 et la Figure III-20.

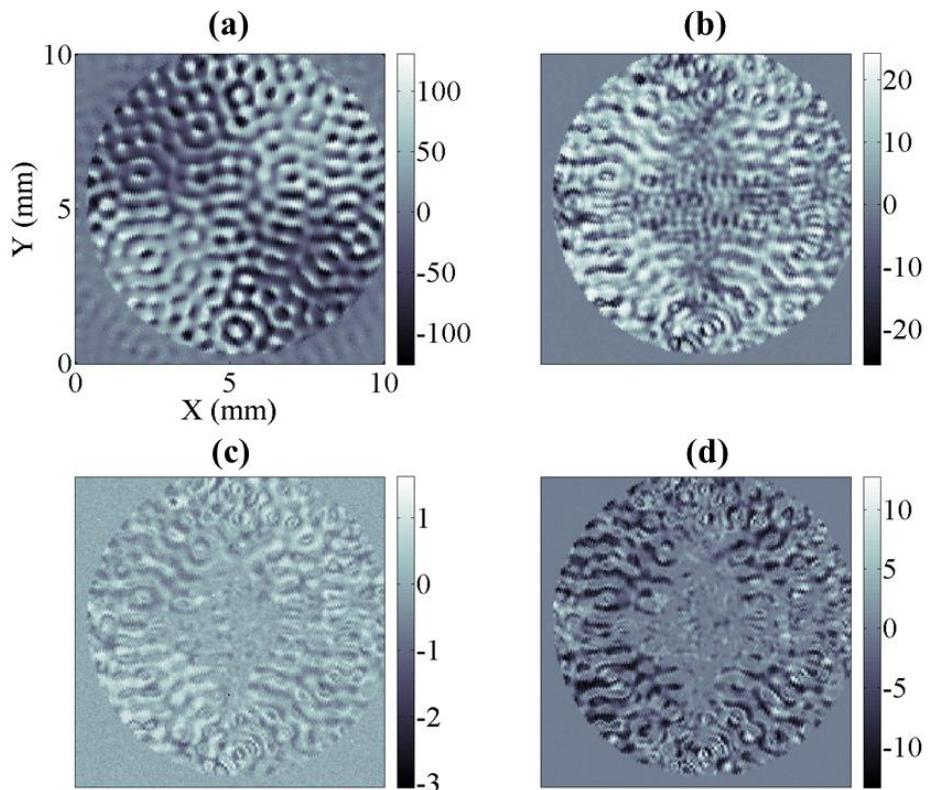


Figure III-19 : Les signaux  $W(x, y, \omega)$  en fréquence de (a) 5 MHz, (b) 10 MHz, (c) 15 MHz et (d) 20 MHz.

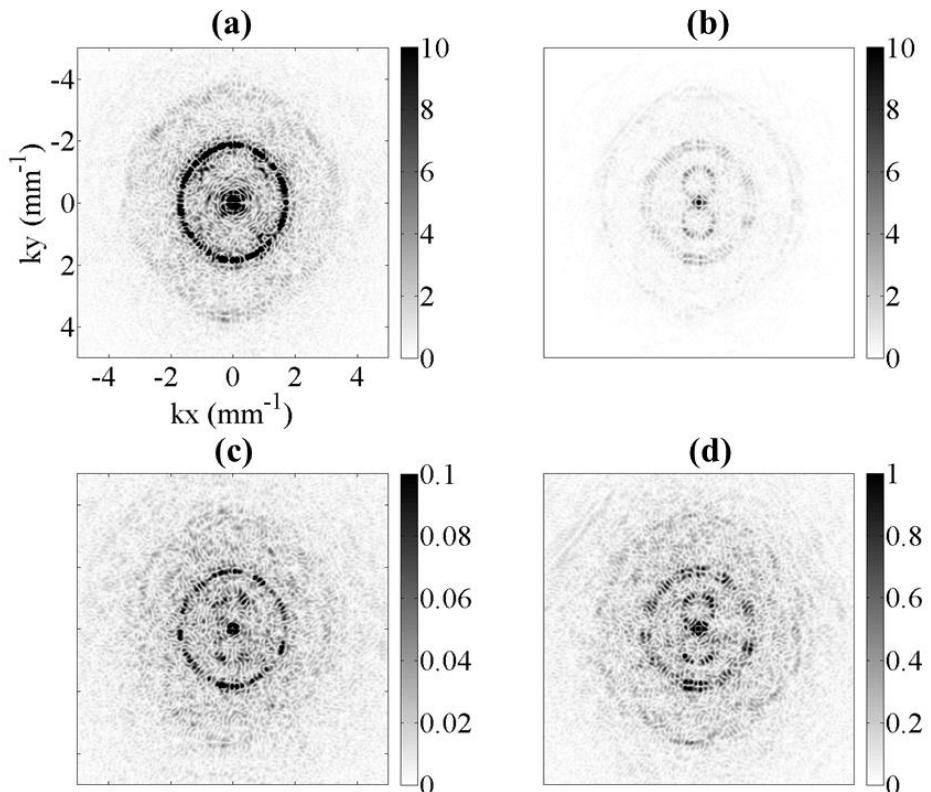


Figure III-20 : Les signaux  $K(k_x, k_y, \omega)$  en fréquence de (a) 5 MHz, (b) 10 MHz, (c) 15 MHz et (d) 20 MHz.

Pour la fréquence de 5 MHz, les deux modes sont confirmés, l'un est en mode de changement des phases opposées en couleurs noires et blanches à grande longueur d'onde (onde A0), l'autre est en mode des petites longueurs d'ondes sur toute la surface de capteur, le mode A1.

Pour les fréquences de 10 MHz, 15 MHz et 20 MHz, les figures de  $K(k_x, k_y, \omega)$ , permettent d'identifier les modes A2 et S1 à 10 MHz, le mode en forme de huit « 8 » observé dans l'étude impulsionale, ainsi que les modes de Lamb supérieurs pour 15 MHz et 20 MHz. Il est intéressant de noter que tous ces modes sont générés en corrélation avec la non-linéarité observée.

### III.4.2.2 Excitation à distance par induction

Dans le Chapitre II, nous avons montré un système complet d'imagerie servant à caractériser les matériaux à distance par une excitation inductive. Cette partie consiste à analyser les ondes acoustiques générées par des capteurs TSM excités de cette manière. Le comportement acoustique est déterminé avec le même système d'imagerie que précédemment par détection optique.

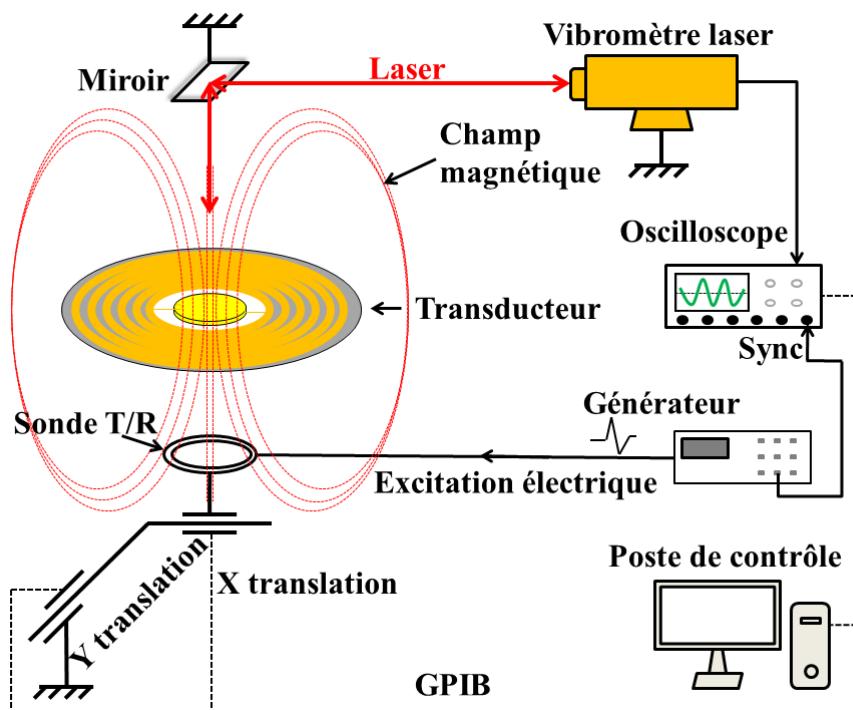


Figure III-21 : Dispositif expérimental mis en œuvre pour une excitation à distance du transducteur.

Ainsi, le transducteur est excité à distance par un signal sinusoïdal permanent avec la fréquence de 4,96 MHz et l'amplitude crête à crête de 10 V. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure III-21. Nous utilisons le même amplificateur et nous scannons la même zone de capteur TSM que dans le cas de l'excitation en contact.

La Figure III-22 (a) présente les signaux mesurés par le laser, qui illustrent un très bon accord sur la forme des ondes avec le cas de l'excitation en contact sur la Figure III-22 (b).

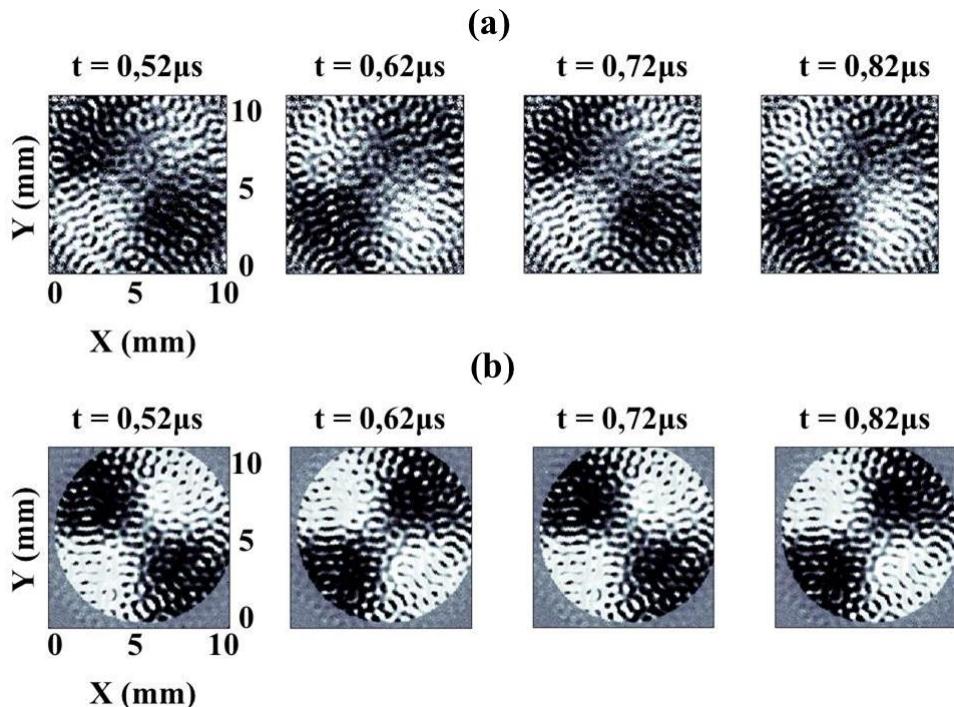


Figure III-22 : (a) Résultats expérimentaux pour une excitation sinusoïdale à distance à 4,96 MHz ; (b) rappels sur les résultats expérimentaux pour une excitation sinusoïdale en contact à 4,96 MHz.

Nous constatons que les ondes ultrasonores sont bien générées et se propagent sur la surface de disque quartz du capteur TSM. Ces résultats valident aussi le concept de ce transducteur innovant avec une excitation à distance par induction magnétique.

## III.5 Etude sur l'influence de la géométrie d'électrode

### III.5.1 Electrodes en disque

Dans cette partie, on va étudier le rôle joué par les formes des électrodes du quartz sur la

génération des ondes de surface. Pour le travail expérimental [29], [30], la surface du disque de quartz excité par une impulsion de tension est analysée par un vibromètre laser. Les ondes de surface et les aspects transitoires liés aux frontières des formes des électrodes sont analysés à l'aide de la transformée de Gabor 3D.

On analyse d'abord les signaux issus de l'excitation impulsionnelle présentés dans la section III.3.3.

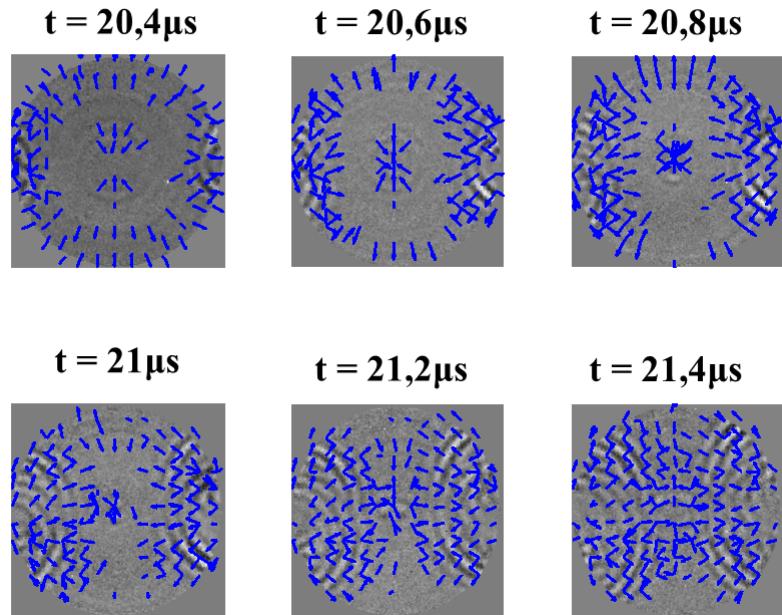


Figure III-23 : L'analyse de Gabor de la configuration des électrodes en disque pour  $f = 5 \text{ MHz}$ .

La Figure III-23 présente des tranches de représentation en espace-temps-fréquence  $S(x, y, t, \omega)$  pour une fréquence sélectionnée  $\omega_0$  ( $\omega_0 / 2\pi = 5 \text{ MHz}$ ), et pour certains instants utilisés sur la Figure III-7. Les longueurs de flèches ajoutées sur les images sont proportionnelles à la partie réelle des nombres d'ondes locales estimées par la transformée de Gabor 3D. Les flèches indiquent la direction de propagation correspondante. Les directions et amplitudes des vecteurs d'onde estimés permettent de quantifier et localiser les ondes observées sur la Figure III-7. Les ondes de surface observées à 5 MHz sont les modes de Lamb A1 et A0. Pour chaque onde, le bord de l'électrode agit comme une source générant l'onde de part et d'autre du bord. Par exemple, pour l'électrode centrale circulaire, deux ondes A0 sont générées, l'une se propageant vers le centre du transducteur, l'autre vers l'extérieur.

Ces ondes sont ensuite réfléchies par le bord du transducteur, et font une série d'aller-retour d'un nombre important, les ondes étant très peu atténuées.

Le fait que l'on montre que les ondes soient générées par le bord des électrodes en disque est nouveau et également important dans le cadre de l'utilisation d'électrode en forme de pistes, car quel qu'en soit le dessin, c'est finalement le bord d'une électrode qui génère l'onde de Lamb, la forme de l'électrode permettant de choisir la direction de propagation. Dans le cadre des antennes RF, ces électrodes sont circulaires et devraient donc générer les ondes suivant des rayons.

### III.5.2 Electrodes en anneau

Dans cette partie, nous utilisons le quartz en coupe AT. Un disque de quartz d'un diamètre de 13,8 mm, une épaisseur de 0,185mm et une fréquence fondamentale de 9 MHz est étudiée (Figure III-24). La totalité de la surface du disque de quartz est déposé par les électrodes en or, à l'exception d'une zone circulaire de 5 mm de diamètre au centre, par conséquent, réalisant un type d'électrodes de forme annulaire. Ce type de géométrie est déterminant pour les parties suivantes, car on devra alors utiliser des boucles fermées afin d'obtenir une excitation RF sans fil dans une large bande de fréquences (100 MHz). L'acquisition des signaux couvre une zone rectangulaire qui englobe la totalité de la surface du quartz (150 par 150 positions, avec le pas spatial de 100  $\mu\text{m}$ ).

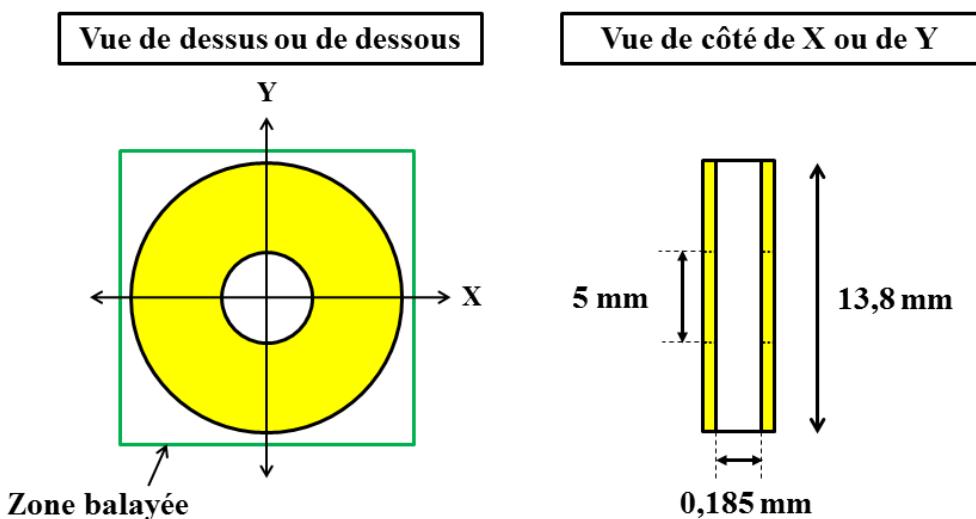


Figure III-24 : Les dimensions du capteur TSM de 9 MHz avec les électrodes de la géométrie de l'anneau.

Les signaux spatio-temporels enregistrés pour le capteur avec des électrodes de géométrie annulaire sont affichés sur la Figure III-25. Le résultat de l'analyse de Gabor pour le capteur TSM de 9 MHz est présenté sur la Figure III-26.

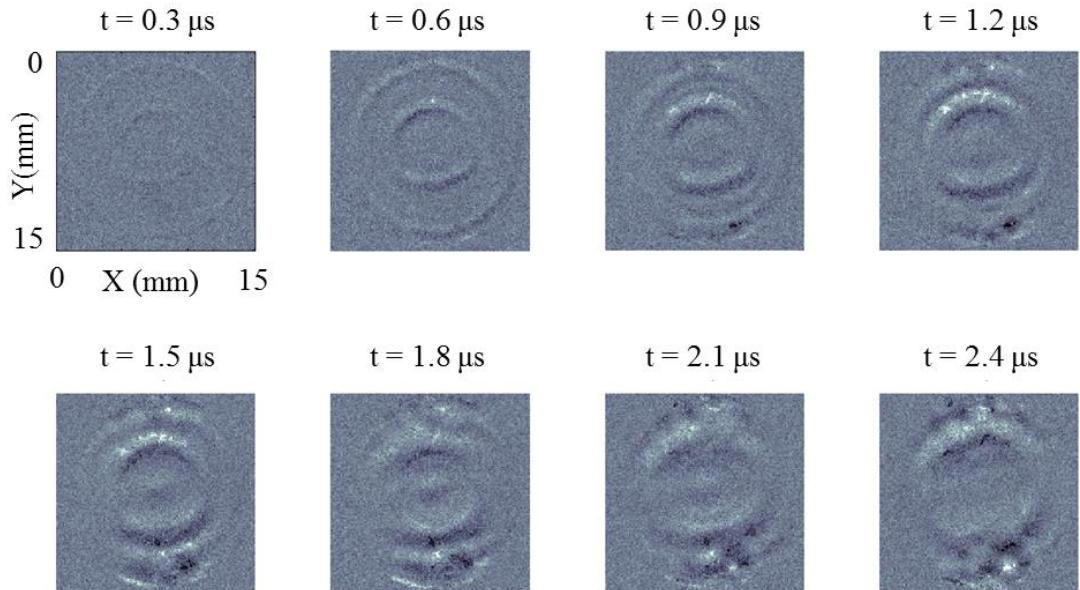


Figure III-25 : Images des signaux spatio-temporels  $S(x, y, t)$  de détection du capteur TSM de 9 MHz avec les électrodes de la géométrie de l'anneau.

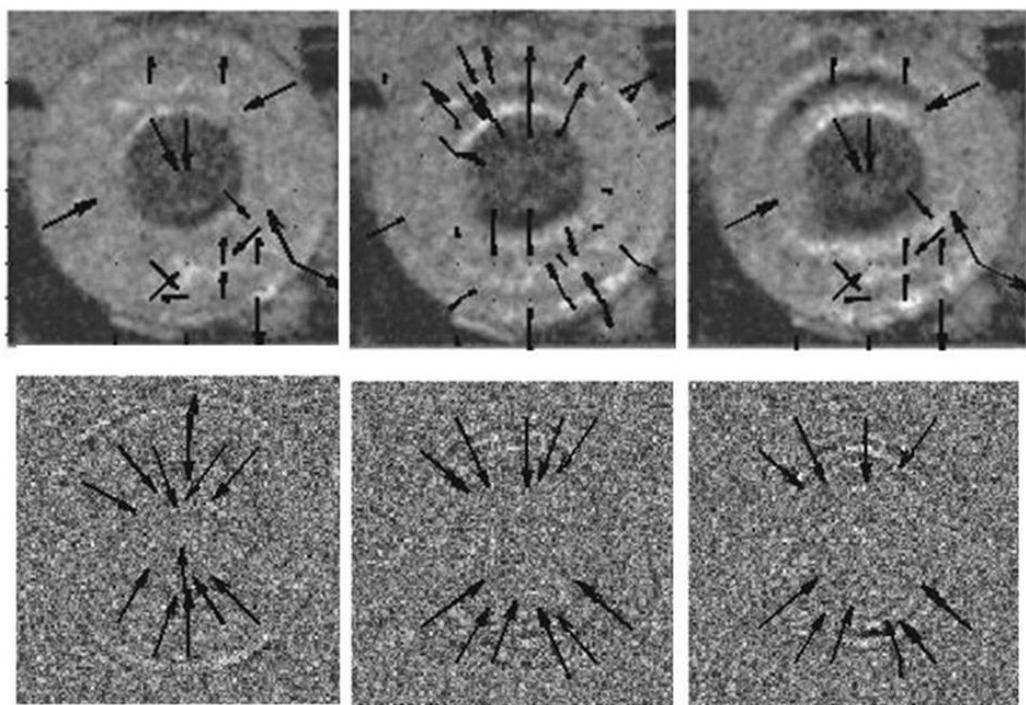


Figure III-26 : L'analyse de Gabor de la configuration des électrodes annulaires. En haut,  $f = 0,8$  MHz et de gauche à droite pour le temps de 0  $\mu$ s, 1  $\mu$ s et 2  $\mu$ s. En bas,  $f = 2,1$  MHz et de gauche à droite pour le temps de 0  $\mu$ s, 1  $\mu$ s et 2  $\mu$ s.

Sur la Figure III-25, les deux premiers clichés présentent la génération d'ondes de surface à partir des frontières de l'anneau. La bordure extérieure génère une onde se propageant et en se concentrant vers le centre. La bordure intérieure génère deux ondes : la première mise au point initialement en direction du centre, la seconde à une expansion de la bordure extérieure. Ces ondes se propagent puis sont diffractées par les deux ressorts.

Sur la Figure III-26 montre que l'onde observée est l'onde A0 cela correspond aux travaux de thèse de Goossens [31]. On doit souligner l'importance de la diffraction de l'onde A0 par les ressorts de contact électrique, celle-ci perturbant les fronts circulaires et les résonances associées dans le disque.

## III.6 Conclusion

Les moyens instrumentaux et les méthodes de traitement des signaux associés ont été décrits dans ce chapitre. La transformée de Gabor multidimensionnelle a été aussi introduite. Cette méthode permet une localisation des signaux détectés par le vibromètre laser dans les domaines complexes entre le temps, l'espace, la fréquence et le nombre de l'onde.

Plusieurs études ont été faites sur les ondes se propageant à la surface du capteur TSM. Pour l'excitation impulsionnelle, nous avons montré que les modes de Lamb sont générés dans une large gamme de fréquences. Une bonne correspondance entre les résultats de traitement et la théorie classique des disques a été montrée. Pour l'excitation sinusoïdale au fondamental, nous pouvons vérifier que les vibrations en fréquence de fonctionnement du capteur sont principalement en mode de Lamb A0 et A1. Enfin, la connaissance de l'influence de la géométrie d'électrode permettra de réaliser des capteurs optimisés.

Ces résultats sont importants pour la compréhension du quartz en tant que capteur.

### III.7 Références

- [1] J.-P. Monchalin, “Laser-Ultrasonics: From the Laboratory to Industry,” in *AIP Conference Proceedings*, 2004, vol. 700, pp. 3–31.
- [2] G. T. Yim and T. G. Leighton, “Real-time on-line ultrasonic monitoring for bubbles in ceramic ‘slip’ in pottery pipelines.,” *Ultrasonics*, vol. 50, no. 1, pp. 60–7, Jan. 2010.
- [3] P. Udomkun, M. Nagle, B. Mahayothee, and J. Müller, “Laser-based imaging system for non-invasive monitoring of quality changes of papaya during drying,” *Food Control*, Feb. 2014.
- [4] MathWorks, *Instrument Control Toolbox<sup>TM</sup> User’s Guide*. Natick, 2014, p. 1088.
- [5] MathWorks, *MATLAB® Creating Graphical User Interfaces*. Natick, 2014, p. 552.
- [6] L. Martinez, J. Goossens, C. Glorieux, N. Wilkie-Chancellier, C. O. Ehssein, and S. Serfaty, “3D Gabor analysis of transient waves propagating along an AT cut quartz disk.,” *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e1173–7, Dec. 2006.
- [7] I. Daubechies, “The wavelet transform, time-frequency localization and signal analysis,” *IEEE Trans. Inf. Theory*, vol. 36, no. 5, pp. 961–1005, 1990.
- [8] T. Baba, “Time-Frequency Analysis Using Short Time Fourier Transform,” *Open Acoust. J.*, vol. 5, no. 1, pp. 32–38, Aug. 2012.
- [9] S. Legendre, D. Massicotte, J. Goyette, and T. K. Bose, “Wavelet-transform-based method of analysis for Lamb-wave ultrasonic NDE signals,” *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 49, no. 3, pp. 524–530, Jun. 2000.
- [10] D. Gabor, “Theory of communication,” *J. Inst. Electr. Eng. - Part III Radio Commun. Eng.*, vol. 93, no. 26, pp. 429–457, 1946.
- [11] L. Martinez, “Nouvelles méthodes d’identification d’ondes de surface étude de l’onde A sur une cible courbe,” Université du Havre, 1998.
- [12] L. Martinez, B. Morvan, and J. L. Izbicki, “Space-time-wave number-frequency  $Z(x, t, k, f)$  analysis of SAW generation on fluid filled cylindrical shells.,” *Ultrasonics*, vol. 42, no. 1–9, pp. 383–9, Apr. 2004.
- [13] L. Martinez, E. Caplain, S. Serfaty, P. Griesmar, G. Gouedard, and M. Gindre, “Chirp-Z analysis for sol-gel transition monitoring.,” *Ultrasonics*, vol. 42, no. 1–9, pp. 507–10, Apr. 2004.

- [14] L. Martinez, N. Wilkie-Chancellier, C. Glorieux, B. Sarens, and E. Caplain, “Transient space-time surface waves characterization using Gabor analysis,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 195, p. 012009, Nov. 2009.
- [15] Q-sense, “Q-sense Modules & Sensors Product Information,” <http://www.q-sense.com/file/q-sense-sensors.pdf> .
- [16] L. Qin, H. Cheng, J. M. Li, and Q.-M. Wang, “Characterization of polymer nanocomposite films using quartz thickness shear mode (TSM) acoustic wave sensor,” *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 136, no. 1, pp. 111–117, May 2007.
- [17] P. Leclaire, J. Goossens, L. Martinez, N. Wilkie-Chancellier, S. Serfaty, and C. Glorieux, “Study of the bending modes in circular quartz resonators,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 53, no. 10, pp. 1934–1943, Oct. 2006.
- [18] N. N. Rogacheva, *The Theory of Piezoelectric Shells and Plates*, 1st ed. CRC Press, 1994, p. 249.
- [19] R. Monneau, “Justification of the Nonlinear Kirchhoff-Love Theory of Plates as the Application of a New Singular Inverse Method,” *Arch. Ration. Mech. Anal.*, vol. 169, no. 1, pp. 1–34, Aug. 2003.
- [20] J. Du, W. Wang, G. Chen, R. Wu, D. Huang, T. Ma, and J. Wang, “An analysis of thickness-shear vibrations of doubly-rotated quartz crystal plates with the corrected first-order mindlin plate equations,” *Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control. IEEE Trans.*, vol. 60, no. 11, pp. 2371–2380, 2013.
- [21] H. F. Tiersten, “Thickness Vibrations of Piezoelectric Plates,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 35, no. 1, p. 53, 1963.
- [22] C.-H. Huang, “Theoretical and experimental vibration analysis for a piezoceramic disk partially covered with electrodes,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 118, no. 2, p. 751, 2005.
- [23] C. Huang, Y. Lin, and C. Ma, “Theoretical analysis and experimental measurement for resonant vibration of piezoceramic circular plates,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 51, no. 1, pp. 12–24, Jan. 2004.
- [24] S. Timoshenko and S. Woinowsky-Krieger, *Theory of plates and shells*, 2nd ed. McGraw-Hill College, 1959, p. 580.
- [25] B. K. Sinha and D. S. Stevens, “Thickness-shear vibrations of a beveled AT-cut quartz plate,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 66, no. 1, p. 192, 1979.

- [26] N. D. Veksler, “The analysis of peripheral waves in the problem of plane acoustic pressure wave scattering by a circular cylindrical shell,” *Acta Acust. united with Acust.*, vol. 69, pp. 63–72, 1989.
- [27] D. Antonio, D. H. Zanette, and D. López, “Frequency stabilization in nonlinear micromechanical oscillators.,” *Nat. Commun.*, vol. 3, no. May, p. 806, Jan. 2012.
- [28] L. Martinez, B. Sarens, and C. Glorieux, “2D Finite Impulse Response filters for surface wave identification,” in *2009 IEEE International Ultrasonics Symposium*, 2009, pp. 1598–1601.
- [29] Y. Wang, N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, and S. Serfaty, “Etude du Comportement Acoustique d’un Transducteur EMUS Excité Sans Contact,” in *12th French Congress of Acoustics (CFA 2014)*, 2014, pp. 725–731.
- [30] Y. Wang, N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, and S. Serfaty, “Electrodes geometry and surface waves generation on a quartz disk: experimental study,” in *11th French Congress of Acoustics (CFA 2012)*, 2012, pp. 659–663.
- [31] J. Goossens, “Elastic characterization of heterogeneous materials and structures by laser ultrasonic methods,” Catholic University of Louvain, 2007.

---

# Chapitre IV Mise en œuvre du TSMMA on-chip

---

## Sommaire

IV.1	CONCEPT DU TSMMA "ON-CHIP" .....	103
IV.2	MODELES MECANIQUES ET ELECTRIQUES DU TSMMA .....	106
IV.2.1	<i>Ligne de transmission mécanique du TSMMA</i> .....	107
IV.2.2	<i>Modèles électriques équivalent incluant la ligne de transmission RF</i> .....	108
IV.3	MISE EN ŒUVRE DES PREMIERS PROTOTYPES DE TSMMA "ON-CHIP" .....	112
IV.3.1	<i>Protocole de dépôt des électrodes sur le quartz</i> .....	114
IV.3.2	<i>Réalisation du premier prototype : le TSMMA à un tour</i> .....	115
IV.3.2.1	Architecture du TSMMA à un tour .....	115
IV.3.2.2	Mesure des caractéristiques du TSMMA à un tour .....	117
IV.3.2.3	Existence de doublet .....	119
IV.3.3	<i>Réalisation du second prototype : le TSMMA multi-tours</i> .....	121
IV.3.3.1	Détection électromagnétique par analyseur de réseaux .....	123
IV.3.3.2	Analyse mécanique par vibrométrie Laser sur un point .....	125
IV.3.3.3	Analyse spatiale à l'aide d'un scan complet .....	128
IV.4	CONCLUSION .....	132
IV.5	REFERENCES .....	133

Le chapitre II a proposé et validé le concept d'un capteur magnéto-acoustique en mode de cisaillement d'épaisseur (TSMMA). Celui-ci combine deux résonateurs à forts facteurs de qualité tant pour contrôler l'induction radiofréquences que pour optimiser la sensibilité mécanique. Pour faire suite à l'étude du chapitre précédent concernant l'impact de la forme des électrodes sur le comportement acoustique lors de la transduction TSM, ce chapitre présente la fusion sur un même substrat de ces deux résonateurs mécaniques et électromagnétiques. Par un dépôt judicieux de bandes concentriques en or sur les surfaces d'un substrat de quartz, celui-ci peut ainsi être utilisé à la fois comme piézoélectrique et comme diélectrique à faibles pertes. Les électrodes ne sont plus alors seulement destinées à imposer un champ électrique pour mettre le quartz en vibration mais servent également comme antenne mono ou multi-tours pour transmettre et recevoir l'énergie par induction.

Le concept de ce nouveau type de capteur appelé *TSMMA "on-chip"* est donc dans un premier temps développé. Un modèle électrique inspiré du modèle de Mason est alors proposé. Ce modèle large bande permet de décrire le comportement électromécanique du TSMMA par un couplage de deux lignes de transmission : l'une mécanique, l'autre électromagnétique RF (*radiofréquence*).

La mise en œuvre expérimentale concrétise ce concept dans une seconde partie. Deux prototypes de capteur "on-chip" sur substrats de quartz ont été réalisés en utilisant des technologies de dépôt sur quartz maîtrisées au laboratoire. Le premier utilise l'architecture des résonateurs RF uni-tour à fente présentée dans le chapitre II. L'objectif de ce premier prototype est de valider le concept d'échange direct d'énergie électrique-mécanique par induction. Le second consiste à utiliser une architecture multi-tours afin d'optimiser l'énergie concentrée mécaniquement. Les nouveaux capteurs TSMMA ainsi réalisés ne nécessitent plus les connectiques qui limitaient les performances mécaniques. Dans la version multi-tours, une miniaturisation préservant une fréquence de travail relativement

faible (quelque dizaine de MHz) devient possible.

En appliquant une excitation électromagnétique RF à distance avec une petite sonde inductive, le comportement acoustique de ces capteurs est enfin étudié de manière électrique (par analyse d'impédance) et de manière mécanique (à l'aide d'un vibromètre laser). Cette dernière partie achève donc cette thèse par la preuve de concept du premier TSMMA "on-chip".

## IV.1 Concept du TSMMA "on-chip"

Le résonateur TSMMA dans sa version "on-chip" consiste en un mince disque de quartz de coupe AT sur lequel des électrodes d'or d'architecture spécifique (architecture mono ou multi-tours à fente présentée dans le chapitre II) ont été déposées sur chaque face. L'architecture a été choisie afin de rendre sensible le résonateur TSM au rayonnement d'un champ magnétique RF (de quelque MHz à quelques centaines de MHz).

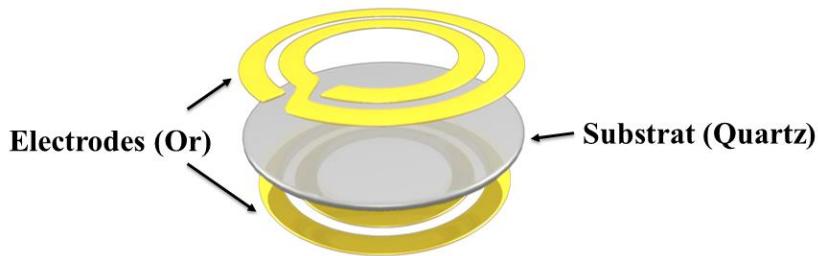


Figure IV-1 : Concept du TSMMA "on-chip" : architecture éclatée.

Le comportement électromécanique recherché de la transduction TSM est semblable à celui largement décrit dans la littérature [1]–[3]. Les propriétés de transduction étant dépendantes en premier lieu de l'épaisseur du quartz, de ses propriétés intrinsèques (permittivité, rigidité, et la masse volumique) et de son orientation cristalline, le choix du cristal et de son épaisseur reste inchangé. La coupe AT (angle autour de  $35^\circ$ ) est donc privilégiée afin de générer des ondes de cisaillement tout en offrant la meilleure stabilité en fréquence dans une gamme de température comprise entre 0 et  $50^\circ\text{C}$  ( $\Delta f/f \approx 10^{-8}$ ). Le tableau ci-après rappelle les paramètres intrinsèques du quartz de coupe AT et les épaisseurs utilisées.

Paramètre correspondant	symbole	Valeur
Permittivité	$\epsilon_q$	$3,982 \times 10^{-11} \text{ F m}^{-1}$
Permittivité relative	$\epsilon_{qr}$	4,5
Rigidité	$\mu_q$	$2,947 \times 10^{10} \text{ N m}^{-2}$
Masse volumique	$\rho_q$	$2651 \text{ kg m}^{-3}$
Constante piézoélectrique	$e_q$	$9,657 \times 10^{-2} \text{ A s m}^{-2}$
Angle de perte diélectrique à 100 MHz	$\tan\delta$	$2 \times 10^{-4}$
Epaisseur du quartz	$h$	Entre 185 et 450 $\mu\text{m}$

Tableau IV-1 : Paramètres intrinsèques du quartz de coupe AT.

Le disque de quartz présenté en coupe Figure IV-2 est en réalité utilisé à la fois en tant que transducteur mécanique et substrat diélectrique.

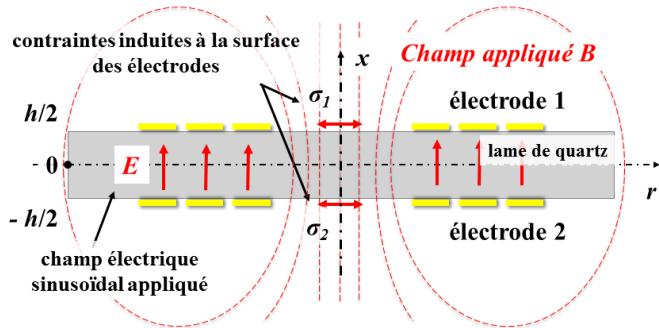


Figure IV-2 : Le TSMMA en tant que générateur d'onde mécanique.

D'un point de vue mécanique, il s'agit donc d'appliquer (par induction magnétique) un champ électrique entre les électrodes situées de part et d'autre d'un substrat de quartz d'épaisseur  $h$ . Si le champ électrique appliqué est normal au plan de coupe, celui-ci devient alors mécaniquement une cavité résonante, renfermant une onde ultrasonore, dont les conditions de résonances sont données par (voir annexe A):

$$k_q h = N\pi \quad (4-1)$$

où  $N$  est un nombre entier impair positif et  $k_q$  est le vecteur d'onde dans le quartz.

A partir de l'équation (4-1) et en introduisant la vitesse de propagation de l'onde dans le quartz  $c_q$ , on peut déduire la fréquence de résonance mécanique fondamentale et ses harmoniques  $f_{m_N}$  à partir de la relation approchée suivante :

$$f_{m_N} \approx N \frac{c_q}{2 h} \quad (4-2)$$

Ces fréquences correspondent aux conditions pour lesquelles le déplacement à la surface des électrodes est le plus important (environ 2 nm).

D'un point de vue électromagnétique, l'architecture en forme d'antenne RF à fente permet de réaliser une ligne de transmission RF (voir chapitre II). Les propriétés diélectriques du substrat de quartz permettent à cette architecture à fentes d'être résonante et de rayonner un champ magnétique dont les conditions de résonance sont données par l'équation (2-2). La fréquence de résonance fondamentale peut être approchée pour une fente unique par l'expression suivante [4] :

$$f_{0RF} \approx \frac{2}{\pi} \sqrt{\frac{c_0 Z_0}{L_1 l_f \sqrt{\epsilon_{qr}}}} \quad (4-3)$$

où  $Z_0$  est l'impédance caractéristique RF de la ligne,  $L_1$  est l'inductance totale du circuit réalisé,  $l_f$  est la longueur de la ligne RF et  $c_0$  est la célérité.

Si la fréquence de résonance RF coïncide avec l'une des harmoniques mécaniques, les deux résonateurs sont alors couplés. A condition que la composante normale (suivant  $x$ ) du champ électrique induit le long de la ligne RF soit suffisante, la cavité résonante mécanique peut alors être excitée par un champ magnétique même faible. Compte tenu des pertes diélectriques relativement faibles du quartz et du fort coefficient de qualité RF qui en résulte (maximum théorique de 5000), l'énergie transmise inductivement dans le substrat devrait satisfaire cette condition et ainsi favoriser un couplage magnéto-mécanique.

A l'image des microbalances à quartz et compte tenu des propriétés piézoélectriques du substrat, le champ électrique appliqué entre les électrodes par induction implique un mouvement de cisaillement du cristal (matérialisé dans le graphique par les contraintes de surface induites  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$ ). **Le TSMMA on-chip peut alors dans son principe être utilisé en tant que générateur d'une onde ultrasonore de cisaillement.**

Réiproquement, le disque piézoélectrique étant sensible aux contraintes appliquées à la surface des électrodes, toute contrainte sinusoïdale de fréquence  $f_0$  induit une modification du champ électrique  $E$ .

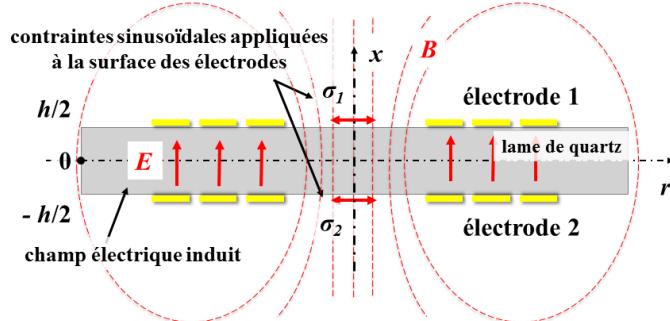


Figure IV-3 : Le TSMMA utilisé en tant que capteur

Grâce à la ligne de transmission électromagnétique RF auto-résonante en forme de spires concentriques, cette modification du champ électrique  $E$  implique une modification significative du champ magnétique  $B$ .

Une simple sonde mise à proximité du capteur permet alors de détecter les modifications de champ magnétique induites par les contraintes surfaciques (Figure IV-3). **Le TSMMA peut donc également être utilisé en tant que capteur.** Notons qu'en mode générateur, cette même sonde est aussi utilisée pour induire par réciprocité un champ magnétique et par voie de conséquence une onde ultrasonore.

## IV.2 Modèles mécaniques et électriques du TSMMA

Qu'il soit utilisé en tant que générateur d'onde ou en tant que capteur, son efficacité dépend des coefficients de qualité mécanique et électromagnétique, des coefficients de couplages magnétiques et électromécaniques, et de l'orientation du champ électrique confiné dans la ligne RF. Pour étudier notre configuration, il est possible d'utiliser des modèles numériques rigoureux, basés sur les équations intégrales de Maxwell et les équations tensorielles constitutives. Ceux-ci nécessiteraient néanmoins une grande capacité de calculs même avec un maillage optimisé compte tenu des dimensions caractéristiques et de la

répartition des champs électromagnétiques. Le modèle proposé ici est donc un modèle analytique approché s'appuyant sur la superposition de deux lignes de transmission résonantes : l'une mécanique et l'autre électromagnétique.

#### IV.2.1 Ligne de transmission mécanique du TSMMA

Du point de vue mécanique, le modèle électromécanique qui décrit le comportement de résonance lié à la présence d'une onde ultrasonore se propageant dans la lame de quartz se déduit des équations constitutives piézoélectriques (annexe A). En ce qui concerne la propagation de l'onde ultrasonore, le schéma équivalent de la ligne de transmission mécanique associée se déduit des propriétés de transduction (c'est-à-dire des relations entre les contraintes et les vitesses aux surfaces de la lame. Celles-ci découlent directement de la solution de l'équation de propagation ultrasonore. En tenant compte des conditions aux limites, les contraintes et les vitesses en jeu sur chaque face d'une lame de quartz d'épaisseur  $h$  sont reliées par [5] :

$$\begin{cases} \sigma_1 = \sigma \left( +\frac{h}{2} \right) = j Z_q \left( v_1 \operatorname{tg} \left( \frac{k_q h}{2} \right) - \frac{1}{\sin(k_q h)} (v_1 + v_2) \right) \\ \sigma_2 = \sigma \left( -\frac{h}{2} \right) = j Z_q \left( v_2 \operatorname{tg} \left( \frac{k_q h}{2} \right) - \frac{1}{\sin(k_q h)} (v_1 + v_2) \right) \end{cases} \quad (4-4)$$

où  $\sigma_1$  (respectivement  $\sigma_2$ ) est la contrainte uniforme appliquée sur l'électrode 1 (respectivement, l'électrode 2) et  $v_1$  (respectivement  $v_2$ ) est la vitesse de déplacement de l'électrode 1 (respectivement, de l'électrode 2).  $Z_q$  est l'impédance mécanique caractéristique de la ligne de transmission (voir annexe A). A partir des équations (4-4), cette ligne peut être décomposée en deux lignes symétriques couplées d'impédance caractéristique  $Z_q \operatorname{tg}(k_q h / 2)$  (voir Figure IV-1). Le cœur du substrat de quartz dans lequel le champ électrique, source d'excitation de cette onde, est alors mis en évidence entre A et B.

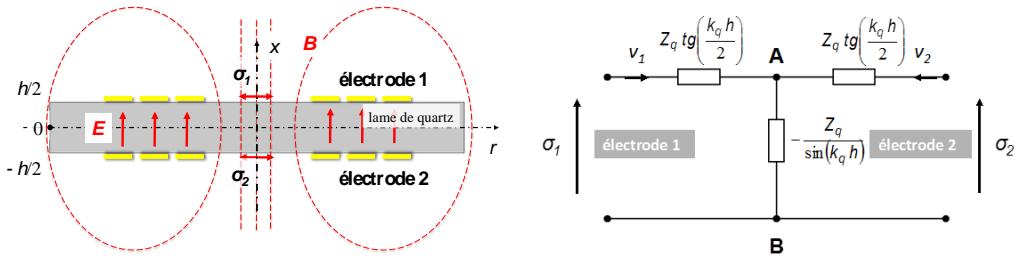


Figure IV-4 : Schéma équivalent du transducteur à quartz de coupe AT d'un point de vue mécanique.

Plusieurs modèles unidimensionnels développés dans la littérature permettent d'extraire une image de l'impédance mécanique  $Z_{AB}$  à partir de l'impédance électrique équivalente du quartz,  $Z_e$  [6]–[8]. Ces modèles utilisent la représentation mécanique présentée Figure IV-4 à laquelle on superpose les effets liés aux propriétés piézoélectriques du quartz. Comme le stipulent les équations d'états de la piézoélectricité, l'existence d'un champ électrique dans le quartz implique une déformation qui dépend en particulier des constantes piézoélectriques intrinsèques du matériau [9]. Compte tenu de l'architecture des électrodes que nous avons choisie, il convient néanmoins d'actualiser ces modèles afin de tenir compte des effets de propagation de l'onde électromagnétique RF le long des spires concentriques.

#### IV.2.2 Modèles électriques équivalent incluant la ligne de transmission RF

Du point de vue électromagnétique, le circuit micro-ruban radiofréquences en forme de spire réalisé par nos électrodes peut être également modélisé par une cavité électromagnétique. Compte tenu du fait que l'épaisseur  $h$  du substrat est suffisamment mince devant la largeur de la ligne, le champ électrique dans la direction  $x$  peut être considéré comme quasi-constant, c'est à dire que le mode de propagation dans la direction  $x$  est quasi-TM. L'expression de la composante normale du champ électrique est alors connue et peut s'écrire en coordonnées cylindriques en fonction de fonctions de Bessel du premier et du second ordre [10]. Comme la largeur des bandes est négligeable devant la longueur de la ligne, les modes radiaux sont prédominants à la fréquence de résonance fondamentale. La relativement faible permittivité implique alors quelques champs de fuite qui sont pris en compte par l'introduction des grandeurs effectives (voir chapitre II et annexe A) pour améliorer la précision du modèle.

Outre la permittivité effective considérée pour calculer l'impédance caractéristique, il n'est pas rare de tenir compte d'une largeur effective, pour laquelle la largeur de la piste micro-ruban est augmentée (mais en gardant le même rayon moyen des spires) [11]. Tous ces ajustements, déjà pris en compte dans le chapitre II, restent donc valables dans le cas du TSMMA "on-chip", l'expression (2-3) de l'impédance caractéristique  $Z_0$  de la ligne reste donc inchangée.

Autour de la résonance, le modèle de Hsieh & Chang [12] permet de représenter le comportement électromagnétique de la ligne RF par un circuit parallèle équivalent.

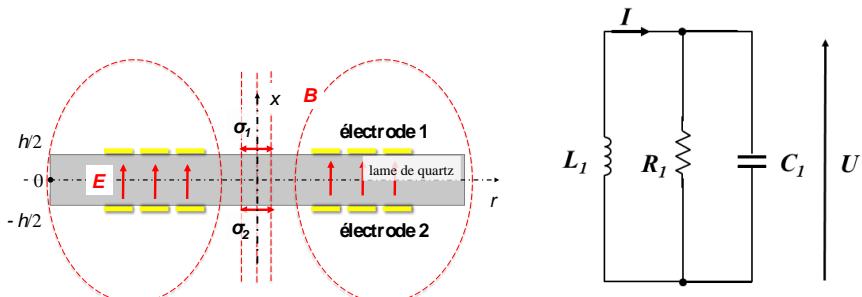


Figure IV-5 : Schéma électrique équivalent de la ligne RF à substrat de quartz de coupe AT.

Dans notre cas, le courant commun  $I$  traversant les électrodes est produit par induction en présence d'un champ magnétique  $B$ . Par l'intermédiaire du champ électrique induit (effet ligne de transmission en mode TM), une tension  $U$  apparaît aux bornes de la capacité équivalente  $C_I$ .

Pour identifier l'expression des composants parallèles  $R_I$ ,  $C_I$ , les auteurs utilisent une méthode d'équivalence de l'impédance d'entrée vue par une sonde mise à proximité. Ils montrent que cette impédance d'entrée peut s'écrire comme suit [11], [12] :

$$Z_{input} = \frac{Z_0}{2} \frac{1 + j \tanh\left(\frac{\alpha l_f}{2}\right) \tan\left(\frac{\beta l_f}{2}\right)}{\tanh\left(\frac{\alpha l_f}{2}\right) + j \tan\left(\frac{\beta l_f}{2}\right)} \quad (4-5)$$

où  $\alpha$  (en Np/m) représente les pertes le long de la ligne de longueur  $l_f$ , et  $\beta$  (en  $\text{m}^{-1}$ ) est le vecteur d'onde électromagnétique.

Pour des faibles pertes, les fonctions tangentes associées peuvent se simplifier

$(\tanh(\alpha l_f) \approx \alpha l_f)$ . En incluant l'effet de résonance, nous avons, comme pour la cavité mécanique (équation (4-1)), l'égalité suivante (autour de la résonance, la variation autour de  $\pi$  est proportionnelle) :

$$\beta l_f \approx 2 \left( \pi + \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right) \text{ soit } \tan(\beta l_f) \approx 2\pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \quad (4-6)$$

Après simplification, l'équation (4-5) réduite est comparable à l'impédance d'entrée d'un circuit parallèle RLC :

$$Z_{input} \approx \frac{Z_0}{\alpha l_f + j 2\pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0}} \equiv \frac{1}{G + j 2\Delta\omega C_1} \quad (4-7)$$

Par identification, on en déduit que :

$$\begin{cases} G = \frac{1}{R_1} = \frac{\alpha l_f}{Z_0} \\ C_1 = \frac{\pi}{Z_0 \omega_0} \end{cases} \quad (4-8)$$

Notons que  $L_1$  a déjà fait l'objet d'une étude détaillée dans le chapitre II. Son expression, qui reste valide dans notre cas, est donnée équation (2-17). Notons également que  $R_1$  symbolise ici la résistance totale issue de la somme des pertes liées au conducteur et au diélectrique (résistances qui se déclinent dans le circuit en 2 résistances en parallèle).

Ce schéma équivalent nous permet de montrer qu'il existe entre les électrodes une différence de potentiel  $U$  induite par le champ magnétique traversant le capteur. Puisque la distribution du champ  $\mathbf{E}$  est essentiellement TM dans la direction  $x$  (même s'il existe plusieurs modes TM le long de la ligne et en fonction de la largeur des pistes), il en va de même pour l'induction électrique  $\mathbf{D}$ .

Si les fréquences de résonance mécanique et électromagnétique coïncident, le transducteur TSMMA est alors comparable à un transducteur classique TSM (voir annexe A) pour lequel la branche statique (dans le modèle BVD) est le circuit parallèle identifié (voir Figure IV-6 a)). L'analogie avec les modèles électriques classiques des microbalances QCM

(*Quartz Crystal Microbalance*) à quartz peut même être complète (y compris hors de la résonance mécanique) si l'on considère que le couple  $L_I // R_I$  est en fait un générateur de tension équivalent connecté aux bornes de la capacité statique  $C_I$ . Due à l'effet piézoélectrique, l'existence de l'induction électrique  $\mathbf{D}$  répartie uniformément sur la surface totale des électrodes (surface effective notée  $A$ ) implique bien une contrainte supplémentaire à la surface des électrodes [5]. Dans la représentation équivalente en ligne de transmission, cette contrainte est introduite par un transformateur électromécanique dont la variation de  $U$  au primaire implique au secondaire une variation de vitesse entre les bornes  $A$  et  $B$  du circuit de la Figure IV-4. Le circuit équivalent qui en découle est présenté ci-dessous. Il est classiquement connu sous le nom de circuit de Mason [8], [13], [14].

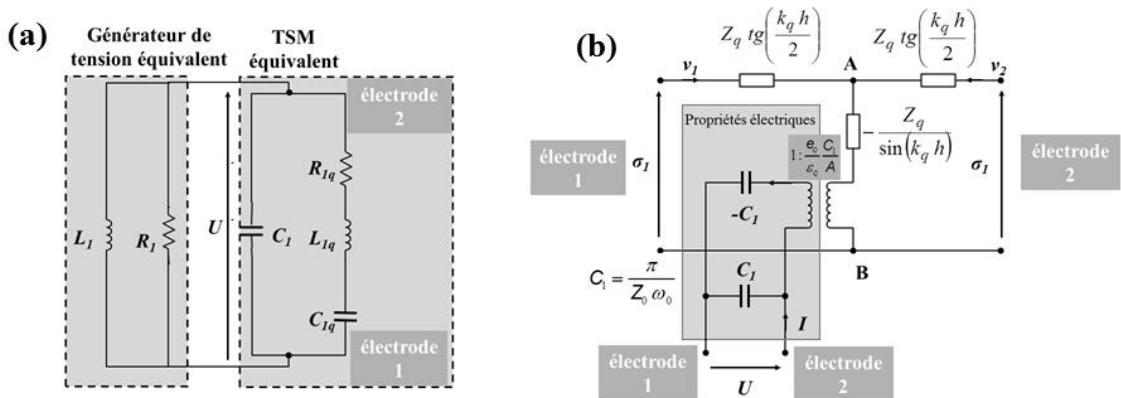


Figure IV-6 : Modèles électriques équivalents du TSMMA : a) Représentation BVD équivalente. b) Représentation électromécanique équivalente du transducteur piézoélectrique : Modèle de Mason à 3 ports (un accès électrique, deux accès mécaniques)

Le modèle de Mason permet de distinguer la partie mécanique de la partie électrique (partie grisée). Elles sont, du point de vue énergétique, séparées par le transformateur électromécanique qui traduit la conversion de l'énergie électrique en énergie mécanique. Contrairement au modèle BVD modifié (Figure IV-6 (a)), le domaine fréquentiel de validité de ce modèle de Mason (Figure IV-6 (b)) n'est pas uniquement restreint autour des résonances mécaniques. Ce domaine est aussi limité autour de fréquences de résonance RF.

On peut considérer que le Modèle de Mason présenté ici interconnecte les deux lignes de propagation puisque  $C_1$  est inversement proportionnel à l'impédance caractéristique de la ligne RF. Compte tenu de la similitude des deux modèles présentés ici avec ceux largement présentés dans la littérature et en annexe A, les modèles correspondants deviennent évidents lorsque l'élément piézoélectrique est au contact d'un matériau. Pour le modèle BVD modifié, une impédance de charge est alors ajoutée dans la branche motionnelle. Il faut, en revanche, absolument tenir compte de l'évolution de la branche statique sur la branche motionnelle (voir annexe A). En ce qui concerne le modèle de Mason, on ajoute une charge représentative du matériau aux bornes des accès mécaniques [15]. Notons que les propriétés du quartz sont modifiées de manière indépendante lorsque le matériau est au contact d'une des électrodes. Si l'on dépose sur chacune des faces du quartz (1 et 2) un matériau différent, l'accès mécanique ( $i = 1$  ou  $2$ ) du modèle de Mason est chargé par une impédance  $Z_i$  caractéristique du matériau en contact.

## IV.3 Mise en œuvre des premiers prototypes de TSMMA "on-chip"

Bien que les transducteurs présentés dans les chapitres précédents (chapitres II et III) puissent exciter une onde acoustique à distance, le TSMMA "on-chip" permettrait de résoudre deux inconvénients majeurs :

- **Miniaturisation**

L'utilisation du TSMMA en tant que capteur en micro-rhéologie implique des fréquences de cisaillement entre 5 et 50 MHz. Pour des raisons technologiques, les fréquences les plus élevées sont généralement obtenues en utilisant les harmoniques supérieures au détriment d'une diminution des coefficients de transduction. Les fréquences de résonance mécanique et électromagnétique RF devant coïncider, il est donc préférable d'accorder le résonateur RF à aux harmoniques mécaniques les plus basses. Cette contrainte est en fait antinomique avec notre volonté de miniaturiser le TSMMA puisque plus la fréquence

recherchée est basse, plus la ligne de transmission RF doit être longue, et par conséquent, plus le diamètre moyen du transducteur s'accroît. Pour une même fréquence de résonance, on peut néanmoins diminuer l'épaisseur du substrat ou en choisir un substrat de permittivité élevée pour réduire ce diamètre moyen, mais dans la pratique des verrous technologiques limitent le processus de miniaturisation. En effet, bien que le substrat de quartz ait une permittivité plus de deux fois plus élevée que le Cuflon®, l'épaisseur des substrats de quartz les plus faibles, qui assurent un confort d'utilisation sans les briser, est de quelques centaines de micromètres. On choisit donc l'un des wafers piézoélectriques à quartz vendus dans le commerce les plus grands (50 mm de diamètre pour 450  $\mu\text{m}$  d'épaisseur). Il devient donc difficile de réduire considérablement la fréquence de résonance sans imposer plusieurs tours de spire. Cela implique une maîtrise des techniques de dépôt afin de garantir les pertes les plus faibles.

- **Couplage optimisé des lignes de transmission mécanique et RF**

Dans la pratique, la conception du TSMMA "on-chip" doit permettre d'éviter toute connexion physique (à l'aide de pinces par exemple) ou de soudures tendant à réduire l'efficacité et la sensibilité du capteur. Le point innovant de ce capteur est d'inclure dans le même substrat un système structurellement multimodal combinant les ondes ultrasonores et l'excitation par induction RF dont le couplage est implicite. Ce couplage sera donc d'autant plus performant que la technologie de dépôt double-face d'électrodes concentriques, de dimension réduite sera maîtrisée. Cependant l'objet de cette thèse étant de valider le concept du TSMMA "on-chip", aucune étude d'optimisation des protocoles n'a été envisagée. Ainsi, même si un réel savoir-faire de conception de microsystèmes complexes est présent dans le laboratoire, y compris sur substrat de quartz, les dimensions des premiers prototypes ont été choisies de telle sorte à s'affranchir au maximum des problèmes technologiques propres à la conception de microsystèmes. Les techniques de dépôt des électrodes, dont les protocoles sont brièvement présentés ci-après, n'ont pas fait l'objet d'une étude d'optimisation.

### IV.3.1 Protocole de dépôt des électrodes sur le quartz

Cette section présente donc, dans les grandes lignes, le protocole de dépôt d'électrodes d'or en salle blanche sur substrats piézoélectriques de quartz [16]. Le détail est approfondi en annexe C.

Ce protocole comporte plusieurs étapes chronologiques essentielles :

- **L'étape de préparation des substrats :**

Cette étape consiste à préparer la surface des substrats de silicium et borosilicate par nettoyage en utilisant les procédés physique et chimique et plasma air. Cette phase est très importante pour l'adhésion des couches métalliques.

- **L'étape de dépôt du métal par évaporation :**

Cette deuxième étape consiste à chauffer par effet Joule le métal (en ce qui nous concerne de l'or) qui, une fois vaporisé, va se déposer sur le substrat.

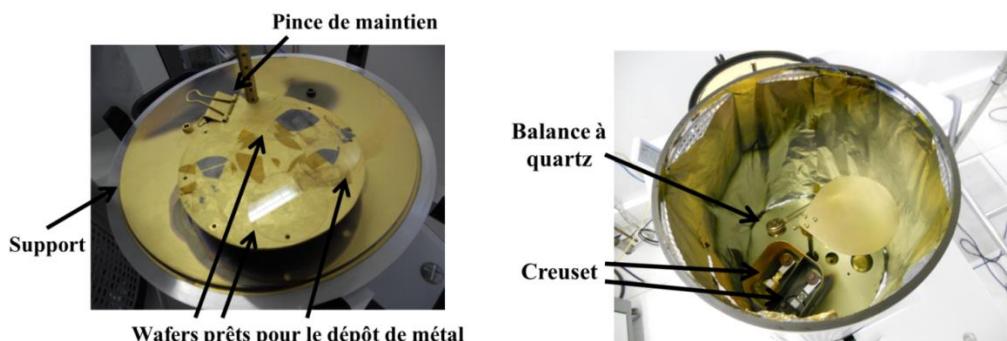


Figure IV-7 : Installation de wafer sur le couvercle et Vue intérieure de l'évaporateur.

- **La fabrication de la couche mince de résine pour réaliser le masque :**

La troisième étape sert à mettre en place la couche mince de résine servant à la création des pistes des micro-capteurs pendant le procédé de photolithographie. Les matériels utilisés sont la résine positive S1818 et la tournette.

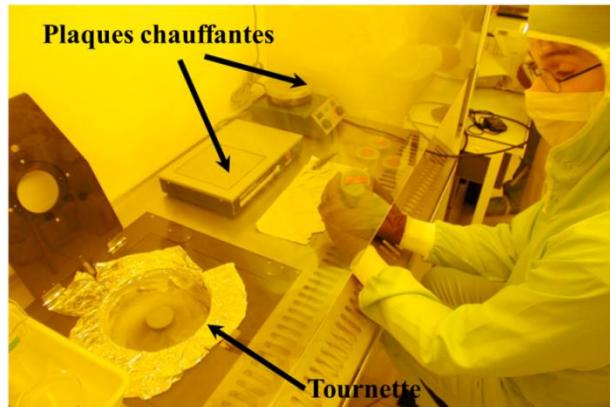


Figure IV-8 : Plaques chauffantes et tournette pour la fabrication de la couche mince de résine.

- **L'impression des motifs :**

La quatrième étape permet d'imprimer les motifs sur la couche métallique. Les matériels utilisés ici sont la photo-lithogravure, le masque, la résine S1818 et le Developer.

- **Et enfin la gravure en phase humide :**

Cette dernière étape permet de graver les motifs des électrodes. Les matériels utilisés ici sont la solution de gravure pour le titane, la solution de gravure pour l'or et le Remover S1818.

### IV.3.2 Réalisation du premier prototype : le TSMMA à un tour

#### IV.3.2.1 Architecture du TSMMA à un tour

Le prototype le plus simple mis en œuvre est le TSMMA on-chip avec une ligne de transmission RF à un tour. L'objectif est de simplifier au maximum sa mise en œuvre afin de valider le concept et le modèle. Compte tenu du diamètre de wafer choisi, et afin d'avoir un flux magnétique rayonné le plus important possible tout en maintenant une fréquence de résonance RF coïncidant à une harmonique mécanique la plus basse possible, la plus grande surface de rayonnement est privilégiée.

Le Tableau IV-2 résume les paramètres caractéristiques de ce transducteur conçu pour résonner autour de la 53<sup>ème</sup> harmonique mécanique.

<b>Paramètres du substrat de quartz en coupure AT</b>	<b>Valeurs</b>
Constante diélectrique de wafer ( $\epsilon_r$ )	4,55
Épaisseur de wafer ( $h$ )	462µm
Diamètre de wafer ( $a$ )	50,6mm
Fréquence fondamentale de résonance mécanique ( $f_{m0}$ )	3,608 MHz
<b>Paramètres de la bande en or</b>	<b>Valeurs</b>
Épaisseur de la spirale ( $h_b$ )	200nm
Nombre de tours de la spirale ( $N$ )	1
Rayon intérieur de la spirale ( $a_I$ )	18,25mm
Rayon extérieur de la spirale ( $a_N$ )	22,7mm
Largeur de la bande de la spirale ( $w_b$ )	4,45mm
Espacement de bande de la spirale ( $s_b$ )	1mm
Inductance totale de la ligne RF ( $L_{tot}$ )	$4,1 \times 10^{-7}$ H

Tableau IV-2 : Paramètres de transducteur TSMMA visé à la fréquence haute de résonance électromagnétique.

La Figure IV-9 montre la photo et l'image 3D de ce transducteur TSMMA uni-tour. Il est réalisé par le dépôt d'une couche d'or sur le substrat et par la gravure humide nécessaire pour obtenir les motifs des électrodes. Les deux croix au milieu sont utilisées pour l'alignement lors de l'impression des motifs : en effet, les deux électrodes situées sur les deux faces doivent être rigoureusement opposées pour que le champ électrique soit généré correctement.

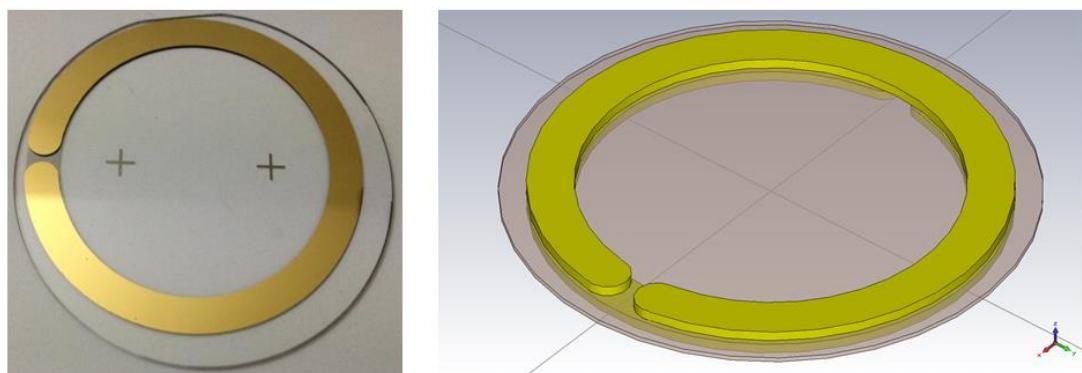


Figure IV-9 : Photo et image 3D du premier prototype TSMMA à un tour.

La limite de ce transducteur est la fréquence de résonance élevée, qui demande un vibromètre laser fonctionnant en haute fréquence pour détecter les ondes acoustiques, mais aussi un générateur suffisamment puissant ces fréquences là pour pouvoir les exciter.

#### IV.3.2.2 Mesure des caractéristiques du TSMMA à un tour

La technique utilisée pour caractériser la réponse du transducteur est celle présentée dans le chapitre II.3. Le transducteur est donc excité par la même petite sonde inductive. La mesure de la réponse fréquentielle du TSMMA est réalisée par une mesure d'impédance par réflectométrie à l'entrée de la sonde à l'aide de l'analyseur de réseaux. Compte tenu du couplage inductif entre la sonde et le TSMMA, cette mesure est représentative de l'admittance du TSMMA.

La Figure IV-10 montre les mesures de la résistance et de la réactance d'entrée de la sonde. La ligne RF résonne à une fréquence  $f_0$  (194 MHz) un peu plus élevée que celle prévue en théorie. Ce décalage est explicable par le fait que la surface effective des électrodes est plus petite que celle calculée, prévue empiriquement par Wheeler. On constate néanmoins un facteur de qualité relativement faible par rapport aux valeurs maximales théoriques ( $Q_0$  de 53, pour comparaison une même architecture en Cuflon on obtient classiquement un coefficient entre 200 et 300). Ce faible coefficient de qualité s'explique en grande partie par la faible couche d'or déposée dans un premier temps impliquant une augmentation des pertes conductives.

Du point de vue mécanique, on peut noter qu'autour de la résonance RF il existe des résonances mécaniques induites régulièrement réparties.

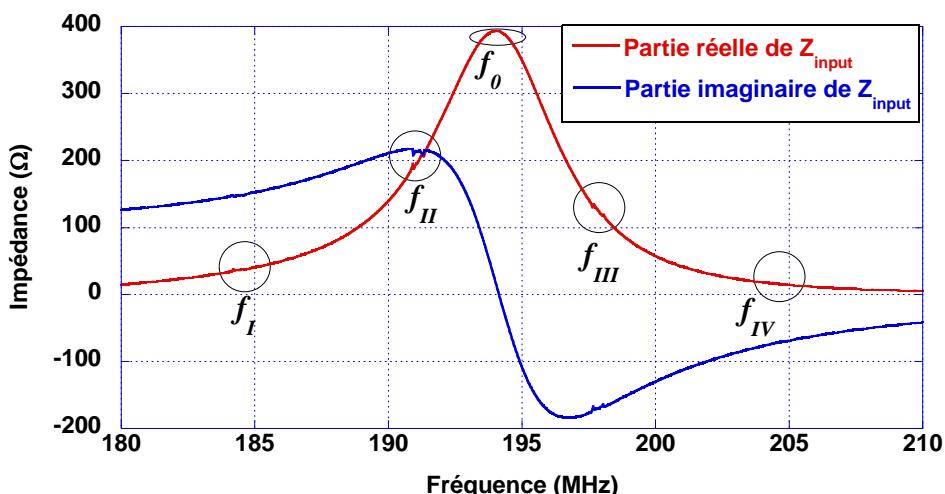


Figure IV-10 : Mesure de l'impédance d'entrée de la sonde couplée au TSMMA uni-tour ( $f_0 = 194\text{MHz}$  et  $Q_0 = 53$ ).

Quatre résonances :  $f_I$  (184,4 MHz),  $f_{II}$  (191,1 MHz),  $f_{III}$  (197,9 MHz), et  $f_{IV}$  (204,6 MHz) sont en effet détectables. On peut noter que ces résonances sont très proches des multiples impairs de la fréquence fondamentale mécanique théorique (facteurs respectifs : 51, 53, 55, et 57). Cela confirme que ces pics sont dus aux vibrations mécaniques du capteur. Ces quatre résonances sont de faible dynamique compte tenu du rang élevé des harmoniques impaires excitées.

La Figure IV-11 fait un focus de la résistance et la réactance du TSMMA vue de la sonde en fonction de la fréquence autour de ces 4 résonances.

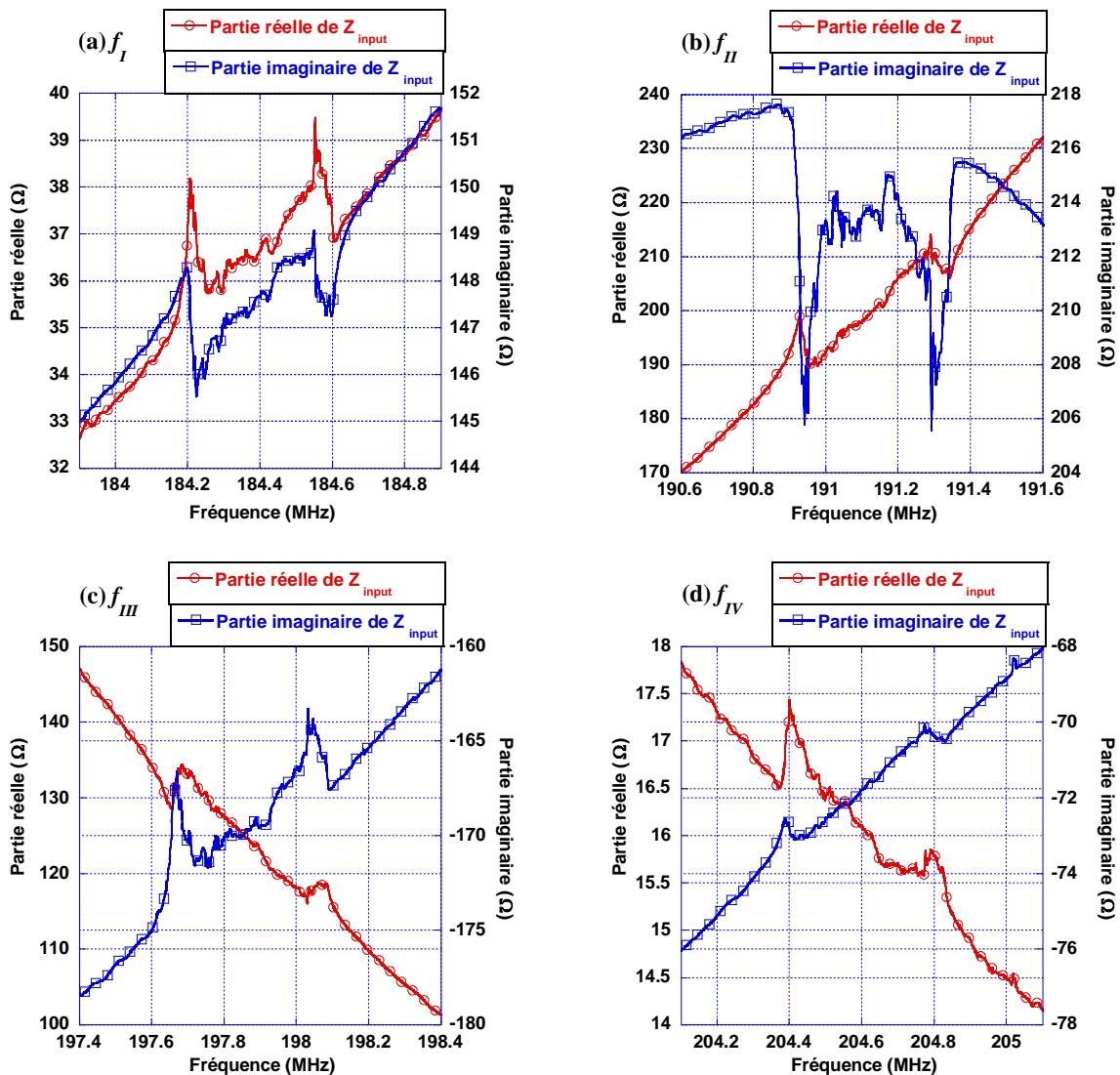


Figure IV-11 : Zoom sur les harmoniques mécaniques : a) harmonique 51, b) harmonique 53, c) harmonique 55, d) harmonique 57.

#### IV.3.2.3 Existence de doublet

Les zooms font apparaître un doublet systématique quelle que soit l'harmonique. Afin d'en analyser le comportement acoustique, l'influence de la ligne de base introduite par la résonance électromagnétique RF est éliminée par un ajustement utilisant la méthode des moindres carrés asymétriques [17], [18]. La Figure IV-12 montre à titre d'exemple les résultats obtenus autour des fréquences  $f_I$  (184,4 MHz) et  $f_{II}$  (191,1 MHz).

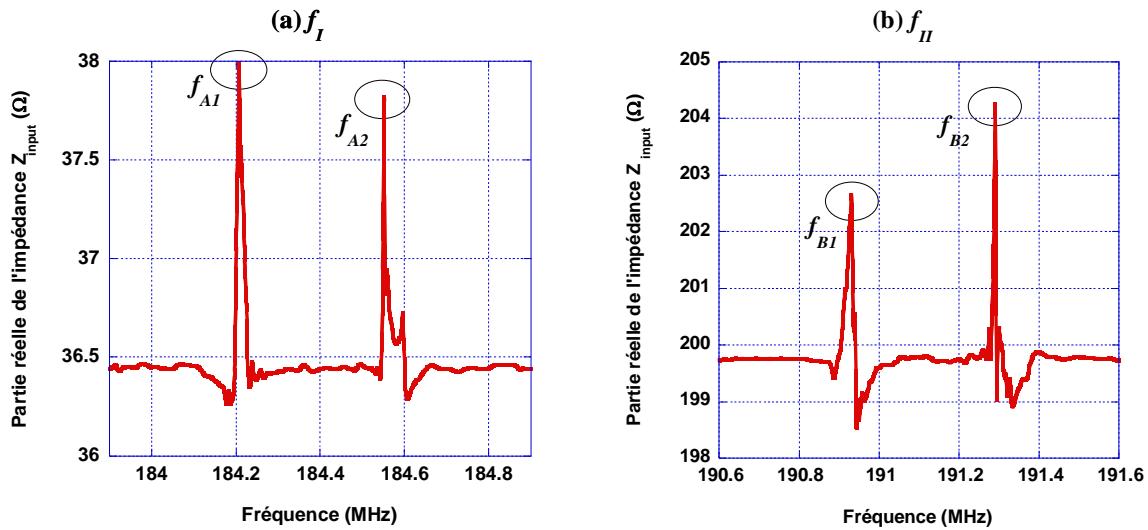


Figure IV-12 : Extraction de la variation mécanique (hors influence de la résonance électromagnétique) a) à l'harmonique 51, b) à l'harmonique 53.

Le Tableau IV-3 résume les paramètres fréquentiels des pics significatifs autour des fréquences  $f_I$  (184,4 MHz) et  $f_{II}$  (191,1 MHz).

Paramètres de détection	Valeurs
$f_{A1}$	184,208 MHz
$f_{A2}$	184,552 MHz
$f_{B1}$	190,931 MHz
$f_{B2}$	191,280 MHz
$\Delta f_A = f_{A2} - f_{A1}$	343,8 kHz
$\Delta f_B = f_{B2} - f_{B1}$	349,1 kHz

Tableau IV-3 : Valeurs des doublets de résonances pour les harmoniques 51 et 53.

On peut noter que les écarts de fréquences  $\Delta f_A$  et  $\Delta f_B$  sont proches et relativement faibles au regard de la fréquence de résonance fondamentale mécanique. La variation respective des doublets étant de même signe, ceux-ci ne semblent pas correspondre à l'existence d'une

résonance et d'une antirésonance. Cette hypothèse peut se démontrer grâce au modèle BVD modifié que nous avons présenté dans la section précédente. En effet, l'admittance du TSMMA autour des résonances simultanées mécanique et électromagnétique peut s'écrire à partir du circuit Figure IV-6 a):

$$Y_{TSMMA} = \frac{\left( -\frac{j}{L_1 \omega} + j C_1 \omega \right) \left( R_{1q} - \frac{j}{C_{1q} \omega} + j L_{1q} \omega + \frac{1}{-\frac{j}{L_1 \omega} + j C_1 \omega} \right)}{R_{1q} - \frac{j}{C_{1q} \omega} + j L_{1q} \omega} \quad (4-9)$$

L'effet de la partie réelle de cette admittance présentée dans la Figure IV-12 est alors obtenu en extrayant la partie réelle de l'expression (4-9) :

$$\frac{R_{1q}}{L_1 \omega \left( \frac{1}{L_1 \omega} - C_1 \omega \right) \left( R_{1q}^2 + \left( L_{1q} \omega - \frac{1}{C_{1q} \omega} \right)^2 \right)} \quad (4-10)$$

Sa variation en fonction de la fréquence est alors donnée par la dérivée de l'expression (4-10) par rapport à  $\omega$ :

$$\frac{2 C_{1q}^2 R_{1q} \omega \left( 1 - C_{1q}^2 L_{1q}^2 \omega^4 \right)}{\left( 1 + C_{1q} \omega^2 \left( C_{1q} R_{1q}^2 + L_{1q} \left( -2 + C_{1q} L_{1q} \omega^2 \right) \right) \right)^2} \quad (4-11)$$

Les zéros de cette expression ne pouvant exister que lors de la condition de résonance mécanique classique, les solutions d'annulation possibles montrent clairement qu'il n'existe pas dans ce cas d'antirésonance. Le couple résonance-antirésonance connu classiquement pour les TSM (voir annexe A), ne peut donc pas justifier ce doublet.

Compte tenu que l'onde de cisaillement est générée par la résonance d'épaisseur, la périodicité fréquentielle pourrait être induite par une résonance spatiale sur une longueur caractéristique  $l = c_t / \Delta f = 10 \text{ mm}$ . Cette longueur correspond à un aller-retour dans la largeur de l'électrode. Cette hypothèse est cohérente avec le fait que les ondes puissent être générées en bord d'électrode tout comme observé au chapitre III. Une étude plus approfondie permettrait

de confirmer cette hypothèse.

Pour être le plus complet possible, ce type de doublet a déjà été observé dans le cas d'études sur les modes de galerie [19]–[22] et en particulier sur leur application dans les filtres en télécommunications [23], [24]. Après vérifications, cette piste n'a cependant pas été retenue car la configuration présentée dans ce chapitre semblait trop éloignée de ces études.

L'ensemble des mesures réalisées avec ce prototype permettent en tout cas de valider le concept du TSMMA "on-chip" favorisant un couplage significatif entre la ligne résonante électromagnétique RF et la ligne résonante mécanique liée à la vibration du substrat de quartz. **Des ondes ultrasonores peuvent donc bien être générées par une excitation à distance à l'aide d'une simple boucle de courant. Par réciprocité, il est possible de mesurer à distance toute modification de la contrainte mécanique.**

Cette architecture simple tour ne nous a malheureusement pas permis d'aller plus loin sur l'investigation mécanique faute de ne pas avoir de générateur capable de fournir une tension suffisante dans cette gamme de fréquences élevées. En effet, dans notre cas, compte tenu des harmoniques relativement élevées, trop peu d'énergie électrique est transmise au résonateur mécanique. Afin d'augmenter d'une part l'énergie électromagnétique RF/mécanique transmise et d'autre part de visualiser le comportement acoustique de ce type de capteur, un nouveau prototype fonctionnant à une fréquence plus faible est construit.

### IV.3.3 Réalisation du second prototype : le TSMMA multi-tours

Afin de réduire la fréquence de résonance RF, la ligne de transmission RF est allongée en réalisant plusieurs tours concentriques selon l'architecture multi-tours présentée au chapitre II. Puisque la fréquence fondamentale de résonance mécanique de quartz est de 3,608 MHz, nous avons choisi de réaliser une ligne de transmission RF résonant autour du cinquième harmonique (soit autour de 18 MHz).

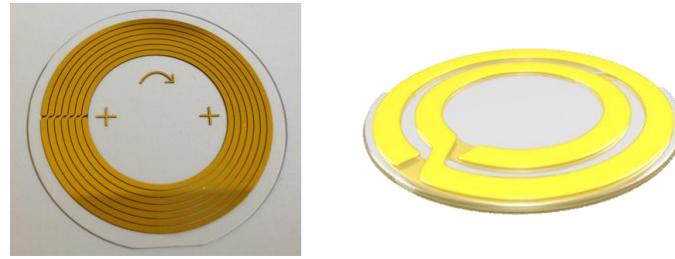


Figure IV-13 : Prototype de TSMMA multi-tours

Cette fréquence est un compromis entre plusieurs facteurs d'influence : une largeur de bande des spires la plus grande possible pour assurer au mieux un champ TM, le diamètre intérieur de la spirale le plus grand possible pour capter le maximum de flux magnétique et un diamètre extérieur le plus faible possible pour réduire l'encombrement. Le nombre de tours est alors limité, cette condition est plutôt favorable puisqu'elle minimise d'autant les pertes du résonateur. Le Tableau IV-4 reprend les paramètres caractéristiques permettant de réaliser un système RF résonnant à la fréquence électromagnétique de 18 MHz.

<i>Paramètres du substrat de quartz en coupure AT</i>	<i>Valeurs</i>
Constante diélectrique de wafer ( $\epsilon_r$ )	4,55
Epaisseur de wafer ( $h$ )	462 $\mu\text{m}$
Diamètre de wafer ( $a$ )	50,6 mm
Fréquence fondamentale de résonance mécanique ( $f_{m0}$ )	3,608 MHz
Fréquence du cinquième harmonique ( $f_{m5}$ )	18,04 MHz
<i>Paramètres des électrodes d'or</i>	<i>Valeurs</i>
Epaisseur d'or ( $h_b$ )	200 nm
Nombre de tours ( $N$ )	7
Rayon intérieur de la ligne ( $a_I$ )	13,8 mm
Rayon extérieur de la ligne ( $a_N$ )	22,7 mm
Largeur de la bande ( $w_b$ )	1,1 mm
Espacement entre bandes ( $s_b$ )	0,2 mm
Inductance de la ligne ( $L_{tot}$ )	$3,50 \times 10^{-6} \text{H}$
Fréquence de résonance électromagnétique ( $f_{0RF}$ )	22 MHz

Tableau IV-4 : Paramètres du TSMMA multi-tour réalisé.

Notons que pour des raisons technologiques, l'épaisseur de la couche d'or est maintenue au maximum de ce que peut réaliser notre système soit 200 nm. Cette épaisseur ne permet pas de respecter les conditions de conducteur massique qui assureraient des pertes de conductivité minimum. On peut donc s'attendre à un coefficient de qualité plus faible que le prototype

précédent.

La Figure IV-14 permet de visualiser le prototype de ce transducteur TSMMA on-chip multi-tour.

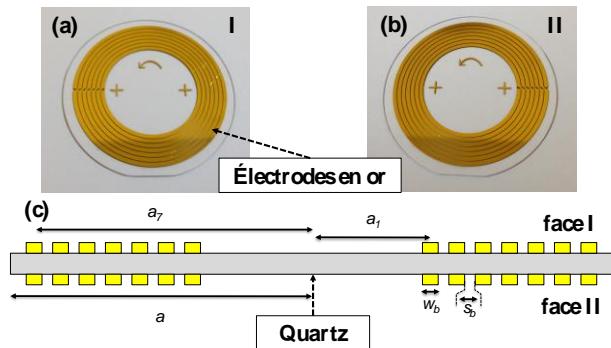


Figure IV-14 : Transducteur TSMMA multi-tour : (a) vue de dessus, (b) vue de dessous, (c) vue sur la tranche.

#### IV.3.3.1 Détection électromagnétique par analyseur de réseaux

Afin de tester ce prototype, le transducteur est toujours excité avec la petite sonde inductive et les réponses fréquentielles du transducteur sont mesurées en utilisant l'analyseur d'impédance. La Figure IV-15 présente les résultats de la mesure d'impédance autour de la fréquence de résonance RF. Comme précédemment, et conformément à nos attentes, le coefficient de qualité est encore plus faible que précédemment puisque les pertes résistives augmentent avec la longueur de la ligne. Ce point peut tout à fait être résolu par un dépôt massique plus important (amélioration technologique en cours). Compte tenu de la bande passante ainsi observée (près de 15 MHz), plusieurs résonances mécaniques (marquées par des cercles noirs) sont détectables.

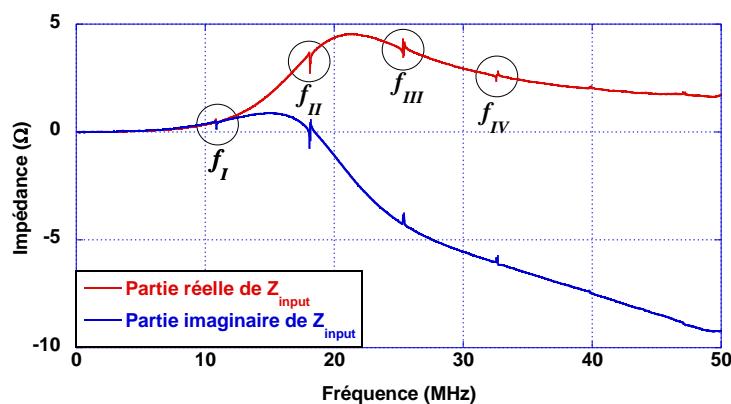


Figure IV-15 : Mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour.

Ces résonances sont analysées dans le Tableau IV-5. Quatre harmoniques impaires mécaniques sont détectables (harmoniques 3 à 9). L'harmonique 5 étant proche expérimentalement de la résonance RF, celle-ci présente une réactance peu déformée (partie imaginaire autour de 0) et le transfert d'énergie RF/mécanique le plus important.

<b>Point</b>	<b>Fréquence centrale</b>	<b>Relation avec <math>f_{quartz} = 3,63\text{MHz}</math></b>	<b>Harmonique</b>
$f_I$	10,85 MHz	$f_I = 3 \times f_{quartz}$	harmonique de rang 3
$f_{II}$	18,15 MHz	$f_{II} = 5 \times f_{quartz}$	harmonique de rang 5
$f_{III}$	25,39 MHz	$f_{III} = 7 \times f_{quartz}$	harmonique de rang 7
$f_{IV}$	32,65 MHz	$f_{IV} = 9 \times f_{quartz}$	harmonique de rang 9

Tableau IV-5 : Valeurs des fréquences et harmoniques correspondantes pour les résonances intéressantes dans la mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour.

Comme précédemment, un zoom autour des harmoniques (Figure IV-16) montre l'existence de pics de résonance plus étroits. L'analyse de la fréquence  $f_{II}$  fait apparaître une distribution régulière des crêtes qui augmente proche de la résonance mécanique (après 18,15 MHz).

Le nombre de pic est élevé et leur écart difficile à estimer. On peut toutefois imaginer que la forme multi-tour des électrodes puisse engendrer ces pics supplémentaires dans la mesure où le couplage RF-mécanique devient d'autant plus complexe que le nombre de tour de lignes concentriques augmente. Dans ce cas, l'existence de plus d'une vingtaine de pics pour sept tours n'est pas surprenante. En outre, le cas idéal voudrait que le champ électrique soit normal à la surface du quartz hors des discontinuités. Or, les différents tours de pistes imposent des composantes inter-pistes à l'image des capteurs piézoélectriques interdigités [25]. Par conséquent, il est cohérent que les résultats présentent une superposition d'un grand nombre de modes de vibrations. Une analyse par vibrométrie devrait permettre d'identifier quelques-uns de ces modes.

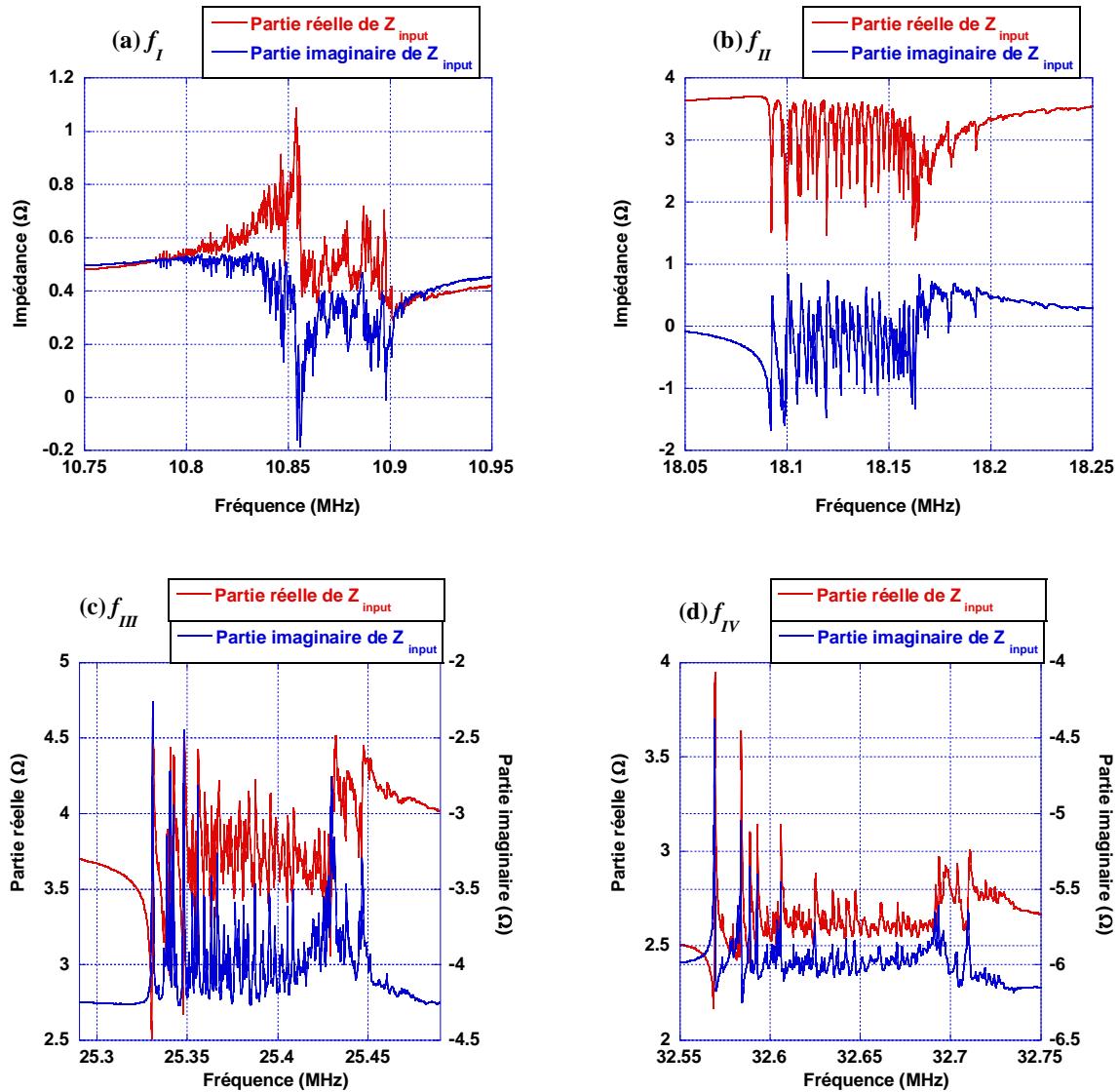


Figure IV-16 : Zoom sur les résonances intéressantes dans la mesure d'impédance du transducteur TSMMA multi-tour.

#### IV.3.3.2 Analyse mécanique par vibrométrie Laser sur un point

Afin d'effectuer une détection optique par vibrométrie laser, nous utilisons le dispositif expérimental présenté sur la Figure IV-17.

Le générateur produit, via la sonde T/R, un champ magnétique RF sinusoïdal avec balayage de fréquences dans une gamme comprise entre 18,05 MHz et 18,25 MHz. Le TSMMA, placé à proximité de la sonde, est alors excité par induction. Afin de mesurer les effets de la transduction électrique mécanique, le vibromètre laser réalise une détection sur la surface d'une des bandes en or (plus réfléchissante). Le signal détecté par la tête de laser est

demodulé par le contrôleur (Polytec OFV-2570) et ensuite analysé par un analyseur de spectre (Tektronix RSA 3303A DC-3GHz), qui est destiné à afficher les fréquences contenues dans le signal détecté ainsi que leurs amplitudes respectives.

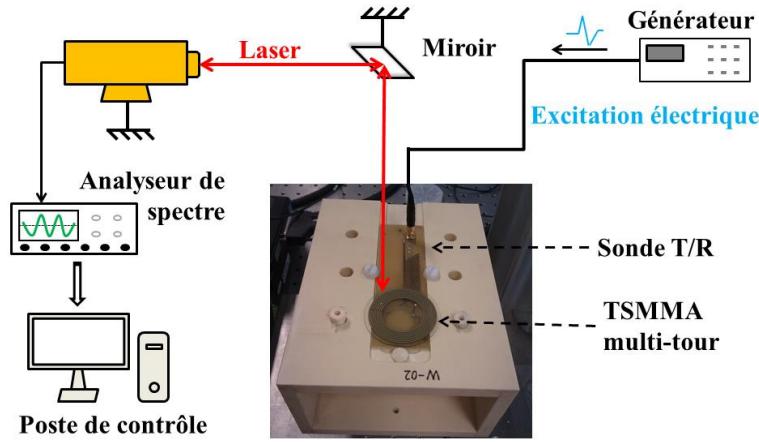


Figure IV-17 : Dispositif expérimental mis en œuvre pour une excitation à distance du transducteur TSMMA multi-tour.

Notons que le vibromètre mesure la composante normale à la surface résultant de la vibration. Le transducteur étant conçu pour vibrer en cisaillement, le signal de réception attendu devrait être faible. L'acquisition prochaine d'un nouveau vibromètre 3D devrait permettre une analyse précise des mouvements de cisaillement engendrés.

La Figure IV-18 montre les résultats de mesure du signal détecté.

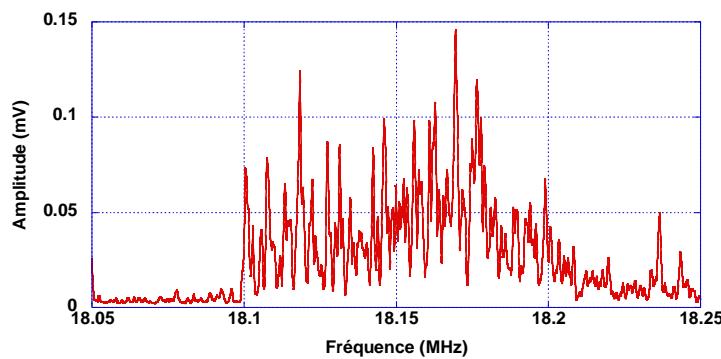


Figure IV-18 : Résultats de mesure du signal détecté avec l'analyseur de spectre pour le transducteur TSMMA multi-tour.

D'un point de vue phénoménologique, on détecte les différents pics précédemment observés. La bande passante (bande pour laquelle une transduction d'énergie électrique vers

de l'énergie mécanique est détectable) est tout à fait comparable à celle observée dans la Figure IV-16 (b). On peut néanmoins noter une légère translation des fréquences mesurées, tout à fait possible instrumentalement dans la mesure où les mesures faites sur des analyseurs différents ne sont pas synchronisés.

Afin de néanmoins réaliser une comparaison avec les résultats obtenus électriquement autour de 18,15MHz sur la Figure IV-16 (b), nous choisissons de ne conserver que les pics dont l'amplitude est supérieure au seuil de  $50 \mu\text{V}$ . Une méthode de détection des maxima est mise en œuvre. Le même traitement est effectué sur les résultats obtenus précédemment en module d'impédance pour un seuil de  $3 \Omega$ . La Figure IV-19 montre les résultats de détection de crête. Les lignes rouges discontinues présentent les amplitudes de seuil choisies.

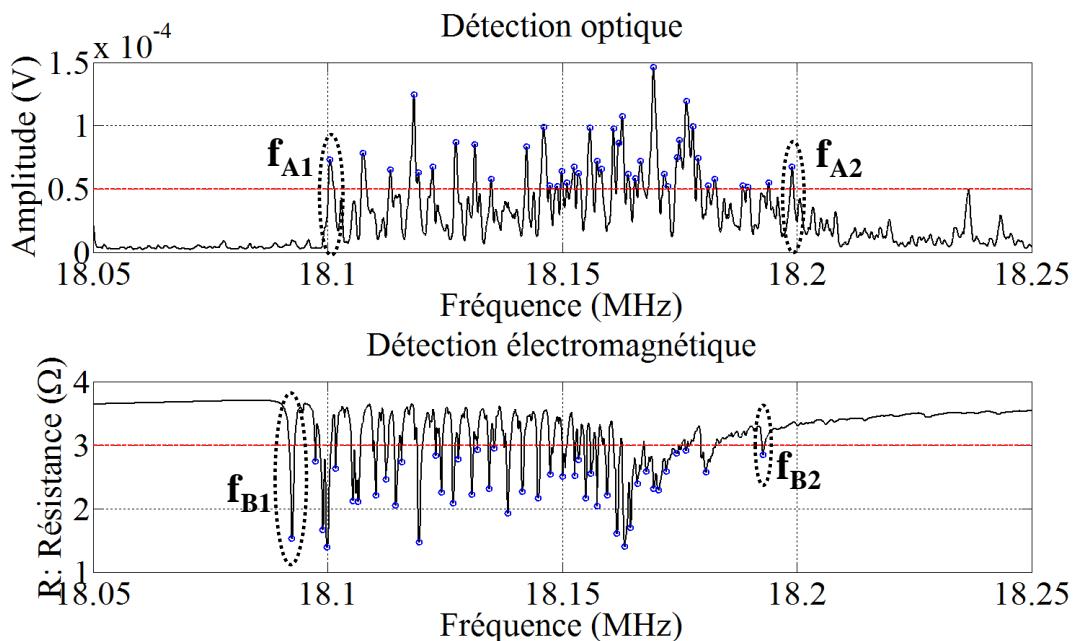


Figure IV-19 : Résultats de détection de crête entre la détection des ondes ultrasonores et la détection des résonances électromagnétique autour de 18,15MHz du transducteur TSMMA multi-tour.

Nous choisissons deux pics significatifs (de premier et le dernier de chaque courbe) et pouvons obtenir les valeurs dans le Tableau IV-6. Afin d'avoir le maximum de précision sur la bande passante mesurée, nous choisissons de détecter les minima de la résistance d'entrée vue de la sonde. Nous constatons que par rapport à la fréquence centrale de la zone de crêtes (18,15 MHz), les comportements ultrasonores obtenus par la détection optique et la détection électromagnétique existent quasiment sur la même zone de fréquence (seulement 8 kHz de

décalage sur les 88 kHz observés soit 1% d'erreur). On détecte bien optiquement une composante des ondes ultrasonores générées par l'excitation à distance.

<i>Paramètres de détection</i>	<i>Valeurs</i>
$f_{A1}$	18,1004 MHz
$f_{A2}$	18,1889 MHz
$f_{B1}$	18,0924 MHz
$f_{B2}$	18,1806 MHz
$\Delta f_A = f_{A2} - f_{A1}$	88,5 kHz
$\Delta f_B = f_{B2} - f_{B1}$	88,2 kHz
$\Delta f_1 = f_{A1} - f_{B1}$	8 kHz
$\Delta f_2 = f_{A2} - f_{B2}$	8,3 kHz
$\Delta f_1/18,15\text{MHz}$	0,044%
$\Delta f_2/18,15\text{MHz}$	0,045%

*Tableau IV-6 : Paramètres et ses valeurs pour les crêtes significantes des résultats de détection du transducteur TSMMA multi-tour.*

#### IV.3.3.3 Analyse spatiale à l'aide d'un scan complet

Une cartographie complète est effectuée pour permettre la visualisation des ondes se propageant à la surface du TSMMA.

A partir des résultats obtenus précédemment (Figure IV-19), nous choisissons d'exciter le système à une fréquence fixée à 18,1004 MHz (correspondant au premier pic  $f_{A1}$ ). Sur la partie centrale du wafer, la mesure est réalisée au niveau de la surface supérieure de wafer afin d'éviter au maximum les effets de diffusion optique liés aux imperfections du substrat.

Vu la grande surface du capteur, afin de garder des durées de scan raisonnables, le scan complet est volontairement sous échantillonné, afin de repérer les zones intéressantes à cartographier avec une résolution spatiale suffisante.

La Figure IV-20 présente les résultats du scan complet sur toute la surface du transducteur TSMMA multi-tour.

On note que l'ensemble des signaux est fortement bruité, ce qui est normal vu qu'on est proche de la limite de bande passante du vibromètre.

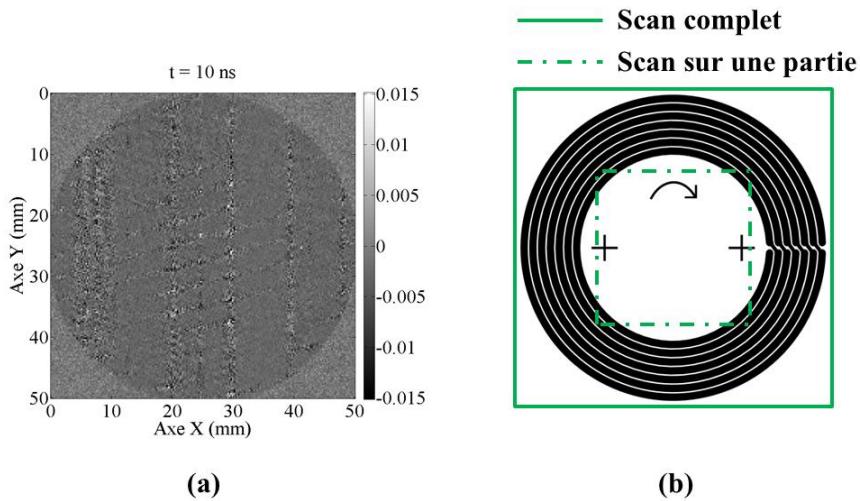


Figure IV-20 : (a) Résultat du scan complet sur toute la surface du transducteur TSMMA (50 mm×50 mm) avec un pas spatial de 0,25 mm à l'instant  $t=10$  ns ; (b) repérage de la zone du scan complet (en ligne verte) et du scan sur une partie (en tiret-point vert).

La région pour laquelle les trois types d'oscillation sont bien définies est la zone centrale que l'on choisit pour réaliser le scan permettant de respecter le critère de Nyquist spatial pour l'onde transverse (zone rectangulaire de 20 mm×20 mm avec un pas spatial de 0,1 mm, en tiret-point vert sur la Figure IV-20 (b)). La durée d'acquisition est de 2  $\mu$ s avec un pas temporel de 0,4 ns. La Figure IV-21 présente les résultats de détection optique par le vibromètre laser.

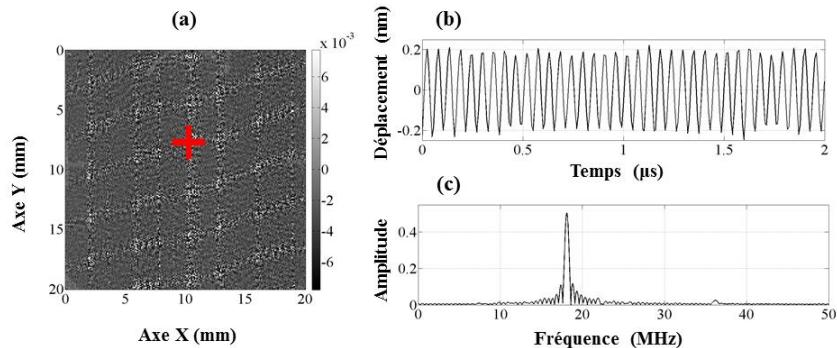


Figure IV-21 : (a) Résultats de signal  $S(x, y, t_0)$  détecté par un scan complet de laser ; (b) Signal temporel et (c) son spectre d'un point marqué en croix rouge sur (a).

Nous choisissons un point d'analyse (marqué en croix rouge) dans un des maxima afin de mesurer le signal temporel en fonction du temps et en faire une analyse spectrale correspondant en fonction de la fréquence sur la Figure IV-21 (b). Nous constatons que le

signal détecté en ce point est aussi un signal sinusoïdal dont la fréquence est près de  $f_{AI}$  (18,1004 MHz). Si nous prenons en compte le calibre de 50 nm/V utilisé par le contrôleur du vibromètre laser, nous obtenons un déplacement  $d_5=0,2$  nm pour ce point particulier, contre 2 nm observés classiquement avec un capteur TSM standard (donc avec une tension électrique d'entrée de 10 Vpp).

La relation entre le déplacement  $d_1$  à la fréquence fondamentale et le déplacement  $d_N$  à l'harmonique  $N$  est montrée dans l'équation :

$$d_N = \frac{d_1}{N^2} \quad (4-12)$$

Le déplacement  $d_1$  doit ainsi être  $d_5 \times 5^2 = 5$  nm pour le transducteur TSMMA.

De plus, à partir de l'équation (2-22), le coefficient de couplage entre la sonde et le résonateur RF  $k_{p-RF}$  est toujours entre 0 et 1, et peut être exprimé de la manière suivante :

$$k_{p-RF} = \frac{M_1}{\sqrt{L_p L_1}} \quad (4-13)$$

Expérimentalement, la valeur de  $k_{p-RF}$  est autour de 0,1. Pour une tension électrique d'entrée de 10 Vpp sur la sonde, il n'y a donc qu'une tension électrique de 1 Vpp sur les électrodes du transducteur TSMMA. Si on veut comparer pour une tension électrique d'entrée identique, soit on doit exciter la sonde par une tension de 100 Vpp (ce qui n'est pas faisable), soit on suppose que le transducteur est linéaire (pour un calcul rapide). Il y aura donc un déplacement de 50 nm pour une tension électrique de 10 Vpp sur les électrodes du transducteur TSMMA.

**Ce calcul rapide du coefficient de transduction montre que pour une tension électrique d'entrée identique, le TSMMA on-chip (non optimisé) permet d'obtenir un coefficient de transformation 25 fois plus fort.**

Sur la Figure IV-21 (a), le signal détecté  $S(x, y, t_0)$  à l'instant donné  $t_0$  montre une « grille » régulière dont les intersections correspondent à un maximum de vibration. Les « colonnes » verticales et les « lignes » inclinées de cette grille ne sont pas perpendiculaires :

les « lignes » parallèles sont inclinées avec un angle identique *d'environ*  $21^\circ$  par rapport à l'axe X. La période spatiale de ces « lignes » est très proche de la périodicité radiale des électrodes (2,6mm). L'annexe B5 propose une modélisation de la génération de ces champs de lignes parallèles par source acoustique virtuelle en rotation le long des électrodes, la longueur d'onde étant imposée par la périodicité radiale.

A ce motif en « grille » sont superposées de très faibles oscillations. Les analyses de la Figure IV-22 présentent le signal du nombre de l'onde-fréquentiels  $K(k_x, k_y, \omega)$  à la fréquence de 18MHz. Il existe principalement deux cercles différents ( $c_1$  et  $c_2$ ). Les nombres d'onde pour ces deux cercles sont respectivement de  $5,15\text{mm}^{-1}$  ( $5150\text{m}^{-1}$ ) et de  $2,82\text{mm}^{-1}$  ( $2820\text{m}^{-1}$ ). Les vitesses de phase correspondantes ( $v_p = f/k$ ) sont 3495m/s et 6386m/s sont très proches de la vitesse de l'onde transversale (3334m/s) et la vitesse de l'onde longitudinale (6337m/s) dans le quartz.

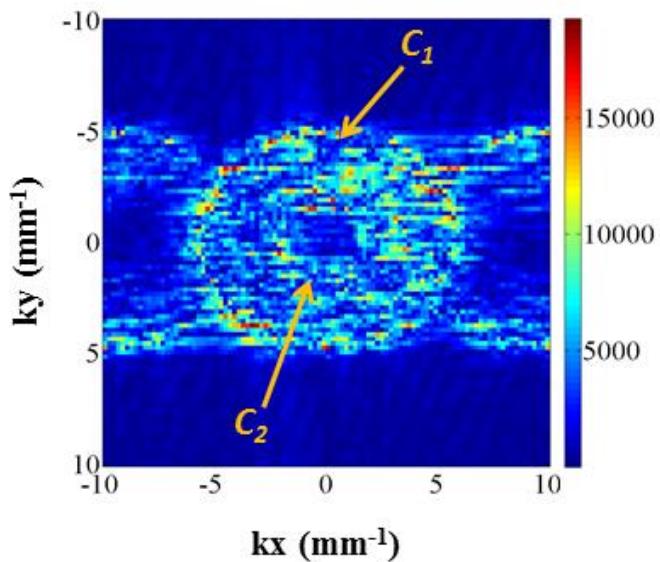


Figure IV-22 : Signal nombre de l'onde-fréquentiels  $K(k_x, k_y, \omega)$  à la fréquence de 18MHz pour le transducteur TSMMA multi-tour avec le pas spatial de 0,05mm.

Ces mesures acoustiques montrent que le TSMMA est excité mécaniquement par le système RF.

## IV.4 Conclusion

Ce chapitre conclut la preuve de concept d'un capteur TSM à excitation sans contact. Deux premiers prototypes de TSMMA on-chip ont ainsi été réalisés. Une étude d'impédance via un système de mesure radiofréquences original ainsi qu'une étude mécanique par vibrométrie Laser ont permis de faire une première étude comportementale tant d'un point de vue électromagnétique que mécanique.

Il reste néanmoins à approfondir ces études pluridisciplinaires pour optimiser l'architecture du capteur et sa conception. Quelques améliorations rapides sont d'ores et déjà possible technologiquement comme par exemple l'augmentation de l'épaisseur de la bande conductrice en or (l'effet de peau est de  $16,84\mu\text{m}$  pour  $20\text{MHz}$  et de  $5,32\mu\text{m}$  pour  $200\text{MHz}$ ). D'autres conducteurs pourront d'ailleurs être testés dans le cadre d'une étude de minimisation des pertes résistives. On peut également imaginer d'utiliser d'autres substrats piézoélectriques en fonction des propriétés (mécaniques, diélectriques, thermiques, et optiques recherchées).

D'un point de vue théorique, cette étude n'en est qu'aux prémisses. En effet l'étude de la répartition du champ électrique entre les bandes conductrices n'est pas triviale. Une étude analytique ne peut être que très approximative et heuristique. En outre le mode de fonctionnement du TSMMA étant basé sur le couplage entre deux lignes de transmissions électriques et mécaniques, une étude théorique approfondie de l'optimisation du capteur nécessitera certainement d'avoir recours aux calculs par éléments finis. Une étude collaborative internes au sein de SATIE utilisant l'algorithme DPSM (Distributed Point Source Method) est actuellement en cours [26], [27].

D'un point de vue pratique, l'utilisation d'un vibromètre 3D devrait permettre d'étudier plus finement le comportement du TSMMA en cisaillement. En effet, un ensemble de systèmes de mesure vibrométrique haute résolution est en cours d'acquisition au laboratoire SATIE afin d'envisager cette étude. Même si le nombre d'applications potentielles sont nombreuses et encore à imaginer, une première étude comportementale en charge (sur des

liquides et des gels) doit pouvoir de démarrer dès que la première optimisation de la sensibilité du capteur de concevoir une nouvelle génération de capteurs pour la micro-rhéologie.

## IV.5 Références

- [1] D. S. J. Ballantine, R. M. White, S. J. Martin, A. J. Ricco, G. C. Frye, E. T. Zellars, and H. Wohltjen, *Acoustic Wave Sensors - Theory, Design, and Physico-Chemical Applications*. Elsevier, 1997.
- [2] R. Jones and H. Meixner, *Sensors Micro- and Nanosensor Technology-Trends in Sensor Markets, Volume 8*, vol. 8. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH, 1995.
- [3] J. Rickert, W. Göpel, G. L. Hayward, B. A. Covic, and M. Thompson, “Biosensors Based on Acoustic Wave Devices,” *Sensors Updat.*, vol. 5, no. 1, pp. 105–139, Apr. 1999.
- [4] P. Gonord, S. Kan, A. Leroy-Willig, and C. Wary, “Multigap parallel-plate bracelet resonator frequency determination and applications,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 65, no. 11, pp. 3363–3366, 1994.
- [5] E. Royer and M. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides, Tome 2*, Dunod. Paris: Enseignement de la physique Paris, 1999.
- [6] W. Mason, “A Dynamic Measurement of the Elastic, Electric and Piezoelectric Constants of Rochelle Salt,” *Phys. Rev.*, vol. 55, no. 8, pp. 775–789, Apr. 1939.
- [7] A. Ballato, “Modeling piezoelectric and piezomagnetic devices and structures via equivalent networks,” *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 48. pp. 1189–1240, 2001.
- [8] M. Valentin and C. Filiâtre, “Application of the impedance transformation on transmission lines to electrochemical microbalance,” *J. Phys. III*, vol. 4, no. 7, pp. 1305–1319, Jul. 1994.
- [9] E. Royer and M. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides, Tome 1 : propagation libre et guidée*, Masson. Paris, 1996.

- [10] I. J. Bahl and S. S. Stuchly, “Closed-form expressions for computer-aided design of microstrip ring antennas,” *Int. J. Microw. Millimeter-Wave Comput. Eng.*, vol. 2, no. 3, pp. 144–154, 1992.
- [11] R. Hopkins and C. Free, “Equivalent circuit for the microstrip ring resonator suitable for broadband materials characterisation,” *IET Microw. Antennas Propag.*, no. 1, pp. 66–73, 2008.
- [12] L.-H. Hsieh and K. Chang, “Equivalent lumped elements G, L, C, and unloaded Q’s of closed- and open-loop ring resonators,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 50, no. 2, pp. 453–460, 2002.
- [13] W. Mason, *Crystal physics of interaction processes*. New York edt: Academic Pr., 1966.
- [14] A. Arnau, Y. Jimenez, and T. Sogorb, “An extended Butterworth Van Dyke model for quartz crystal microbalance applications in viscoelastic fluid media,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 48, no. 5, pp. 1367–1382, Sep. 2001.
- [15] R. W. Cernosek, S. J. Martin, A. R. Hillman, and H. L. Bandey, “Comparison of lumped-element and transmission-line models for thickness-shear-mode quartz resonator sensors,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 45, no. 5, pp. 1399–1407, Sep. 1998.
- [16] F. A. RAZAN, “Etude de microcapteurs à ondes acoustiques dédiés à la détection fine de produits chimiques à l'échelle laboratoire et industrielle. Application à la détection de monomères résiduels et à la mesure de cinétique en réacteurs.,” Université Bordeaux 1, 2005.
- [17] P. H. C. Eilers and H. F. M. Boelens, “Baseline Correction with Asymmetric Least Squares Smoothing,” [http://www.science.uva.nl/~hboelens/publications/draftpub/Eilers\\_2005.pdf](http://www.science.uva.nl/~hboelens/publications/draftpub/Eilers_2005.pdf), 2005. .
- [18] J. Peng, S. Peng, A. Jiang, J. Wei, C. Li, and J. Tan, “Asymmetric least squares for multiple spectra baseline correction.,” *Anal. Chim. Acta*, vol. 683, no. 1, pp. 63–8, Dec. 2010.
- [19] X. H. Jiao, P. Guillon, and L. A. Bermudez, “Resonant frequencies of whispering-gallery dielectric resonator modes,” *IEE Proc. H Microwaves, Antennas Propag.*, vol. 134, no. 6, p. 497, 1987.
- [20] G. Liu, S. Liu, and J. Wu, “Theoretical analysis of whispering-gallery mode ring dielectric resonator,” *Int. J. Infrared Millimeter Waves*, vol. 16, no. 3, pp. 629–639, Mar. 1995.

- [21] S. Bittner, B. Dietz, M. Miski-Oglu, P. Iriarte, A. Richter, and F. Schäfer, “Experimental test of a two-dimensional approximation for dielectric microcavities,” *Phys. Rev. A*, vol. 80, no. 2, p. 023825, Aug. 2009.
- [22] H. Kwak, Y. Shin, J. Yang, S. Moon, S.-Y. Lee, and K. An, “Mode interaction in a circular shell ultrasonic cavity,” in *2011 13th International Conference on Transparent Optical Networks*, 2011, pp. 1–1.
- [23] F. Monifi, S. Kaya Özdemir, and L. Yang, “Tunable add-drop filter using an active whispering gallery mode microcavity,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 103, no. 18, p. 181103, 2013.
- [24] G. C. Righini, Y. Dumeige, P. Féron, M. Ferrari, G. N. Conti, D. Ristic, and S. Soria, “Whispering gallery mode microresonators : Fundamentals and applications,” *Riv. del nuovo Cim.*, vol. 34, no. 7, pp. 435–488, 2011.
- [25] M. Duquennoy, O. Rigo, S. Hocquet, C. Courtois, and J. Deboucq, “Développement de capteurs interdigités sur substrat piézoélectrique de type PZT pour la génération des ondes de surface en haute fréquence,” in *Acoustics 2012 Nantes Conference*, 2012, no. April, pp. 43–49.
- [26] M. Eskandarzade, T. Kundu, N. Liebeaux, D. Placko, and F. Mobadersani, “Numerical simulation of electromagnetic acoustic transducers using distributed point source method.,” *Ultrasonics*, vol. 50, no. 6, pp. 583–91, May 2010.
- [27] D. Placko, T. Yanagita, E. K. Rahani, and T. Kundu, “Mesh-free modeling of the interaction between a point-focused acoustic lens and a cavity.,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 57, no. 6, pp. 1396–404, Jun. 2010.



# Conclusion et perspectives

Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit, dans le cadre de la mise en œuvre d'une technique ultrasonore pour un suivi en temps réel des caractéristiques des matériaux complexes par un contrôle à distance, ont aboutis à des prototypes certes non optimaux mais prouvant leurs pertinences.

Les intérêts sont multiples : pour les applications alimentaires ou en lien avec les sciences du vivant, une mesure sans contact assure une accessibilité importante et un contrôle totalement non invasif. Mais la prise en compte d'une excitation sans fil des transducteurs ultrasonores à ondes de cisaillement n'est pas la seule motivation de ce travail de thèse.

En effet, un nouveau concept de capteur TSMMA (*Thickness Shear Mode Magneto-Acoustic*) est développé. Il est commandé à distance par induction, pour la micro-rhéologie. Ce capteur, couplant un résonateur RF (*radiofréquence*) et un TSM (*Thickness Shear Mode*), est relativement complexe. Deux architectures différentes y sont proposées. Le système de mesure et le modèle électrique équivalent, permettant d'extraire de la mesure électrique les propriétés micro-rhéologiques, y sont détaillés. Enfin, une étape expérimentale de mesure d'impédancemétrie en présence de fluides newtoniens (mélanges eau-glycérol) a permis d'en valider le concept.

Pour connaître l'influence de la forme de l'électrode sur l'excitation par induction d'une onde de cisaillement, une étude des ondes acoustiques se propageant dans un disque de quartz avec différents types d'excitations est effectuée. Le suivi de la détection des ondes est réalisé par vibrométrie laser dont la mesure ponctuelle autorise une cartographie de la surface. Pour l'excitation impulsionale, les modes de Lamb sont générés dans une large gamme de fréquences. Une bonne correspondance entre les résultats de traitement et la théorie classique des disques a été montrée. Pour l'excitation sinusoïdale, les vibrations en fréquence de fonctionnement du capteur sont principalement en mode de Lamb A0. Enfin, la connaissance de l'influence de la géométrie d'électrode permet de réaliser des capteurs optimisés.

Afin d'optimiser ce capteur TSMMA, plusieurs modèles du transducteur "on-chip" innovant qui génèrent des ondes ultrasonores à partir d'excitation à distance sont ainsi présentés. Cette approche nécessite de repenser le design du capteur notamment en réalisant une ligne de transmission RF "on-chip", le quartz piézoélectrique étant utilisé simultanément comme substrat diélectrique et comme transducteur mécanique. Nous avons réussi à détecter des comportements acoustiques par des méthodes de mesure électromagnétique et optique.

Les perspectives de ce travail sont nombreuses. Il faut, dans un premier temps, poursuivre l'optimisation du transducteur TSMMA "on-chip" en prenant en compte certains aspects déjà identifiés.

Tout d'abord, l'épaisseur de la bande conductrice (ou de l'électrode en or) doit être augmentée. En effet l'épaisseur de peau effective est 16,84  $\mu\text{m}$  pour 20 MHz et 5,32  $\mu\text{m}$  pour 200 MHz. Pour pouvoir faire passer une intensité de courant plus importante dans la bande conductrice, l'épaisseur de l'électrode actuelle de 200 nm n'est pas suffisante.

Ensuite, les tailles et les formes des électrodes du résonateur à quartz doivent être optimisées. Par exemple, la forme optimale de l'électrode semble être elliptique (le grand axe dépassant d'environ 25% le petit axe) [Mindlin 1967 + Yang 2009]. Une étude plus poussée doit donc être mener sur ce point précis.

Enfin, l'étude théorique de la répartition de la tension électrique entre les bandes conductrices n'est pas encore finie. Pour avancer sur ce sujet, nous avons déjà commencé une simulation de notre modèle de transducteur par la méthode des éléments finis (DPSM ou *Distributed Point Source Method*), méthode développée au sein du laboratoire SATIE par Dominique PLACKO.

En outre, les résultats détectés par le vibromètre laser sont encourageants pour la compréhension du quartz en tant que capteur, quand il est chargé par des matériaux viscoélastiques. Dans ce cas, la fréquence de résonance va être décalée, mais le mode de vibration peut aussi être modifié. Alors, soit par la mesure du nombre d'onde, soit par l'image de propagation de l'onde, nous pouvons estimer cette modification et étudier la relation entre

ces différences et les caractéristiques viscoélastiques du matériau.

Le transducteur TSMMA "on-chip" présenté dans ce manuscrit est simple et innovant, il faut néanmoins compléter les études expérimentales et théoriques. Cela nécessite des savoir-faire interdisciplinaires pour la mise en œuvre dans des applications pratiques.



---

# Annexe A      Modèle électrique du TSM

---

## Sommaire

A.1	PRINCIPE DU TSM .....	142
A.2	LE MODELE ELECTRIQUE EFFECTIF A CONSTANTES LOCALISEES .....	146
A.2.1	<i>Effets du milieu conducteur sur les propriétés statiques</i> .....	148
A.2.2	<i>Effets du milieu conducteur sur le comportement mécanique</i> .....	149
A.3	EFFETS MECANIQUES LIES A LA CHARGE.....	155
A.4	REFERENCES.....	156

Les résonateurs TSM (Thickness Shear Mode) sont couramment employés en électronique pour leur longévité et leur stabilité en fréquence [1]–[4]. La coupe AT d'un cristal de quartz (orientation de la coupe AT à  $35,25^\circ$  par rapport à l'axe optique) permet de générer des ondes de cisaillement tout en offrant la meilleure stabilité en fréquence dans une gamme de température de 0 à  $50^\circ\text{C}$  ( $\Delta f/f \approx 10^{-8}$ ). Des conditions aux limites optimales impliquent des résonances mécaniques avec un déplacement maximum de cisaillement se produisant à la surface [5]. Les résonateurs à quartz de coupe AT sont de ce fait appropriés pour la réalisation de capteurs à ondes de volume propices à la caractérisation micro-rhéologique des fluides complexes.

## A.1 Principe du TSM

Le transducteur est un disque piézoélectrique dont le comportement électromécanique a été largement étudié dans la littérature [6], [7]. L'excitation se fait au moyen de deux électrodes métalliques déposées sur ses deux faces. Sa géométrie et ses dimensions permettent de déterminer les propriétés de transduction en fonction de l'épaisseur du quartz  $h$ , de ses propriétés intrinsèques (permittivité  $\epsilon_q$ , rigidité  $\mu_q$ , et la masse volumique  $\rho_q$ ) de la constante piézoélectrique  $e_q$  et de la surface de l'électrode  $A_q$ .

Dans le cas d'un capteur TSM classique (commercialisé par la société Q-Sense) : il s'agit d'un disque mince de quartz pris en sandwich entre une paire d'électrodes en or (Figure A-1). L'épaisseur du quartz ( $h$ ) est de  $330\ \mu\text{m}$ , conditionnant la fréquence de fonctionnement de ce capteur autour de  $4,95\ \text{MHz}$  pour le mode de cisaillement. L'épaisseur des électrodes varie entre  $40\ \text{nm}$  et  $1\ \mu\text{m}$ . Le capteur a un état de surface avec un poli optique dont la rugosité de surface est inférieure à  $3\ \text{nm}$  (RMS ou Root Mean Square).

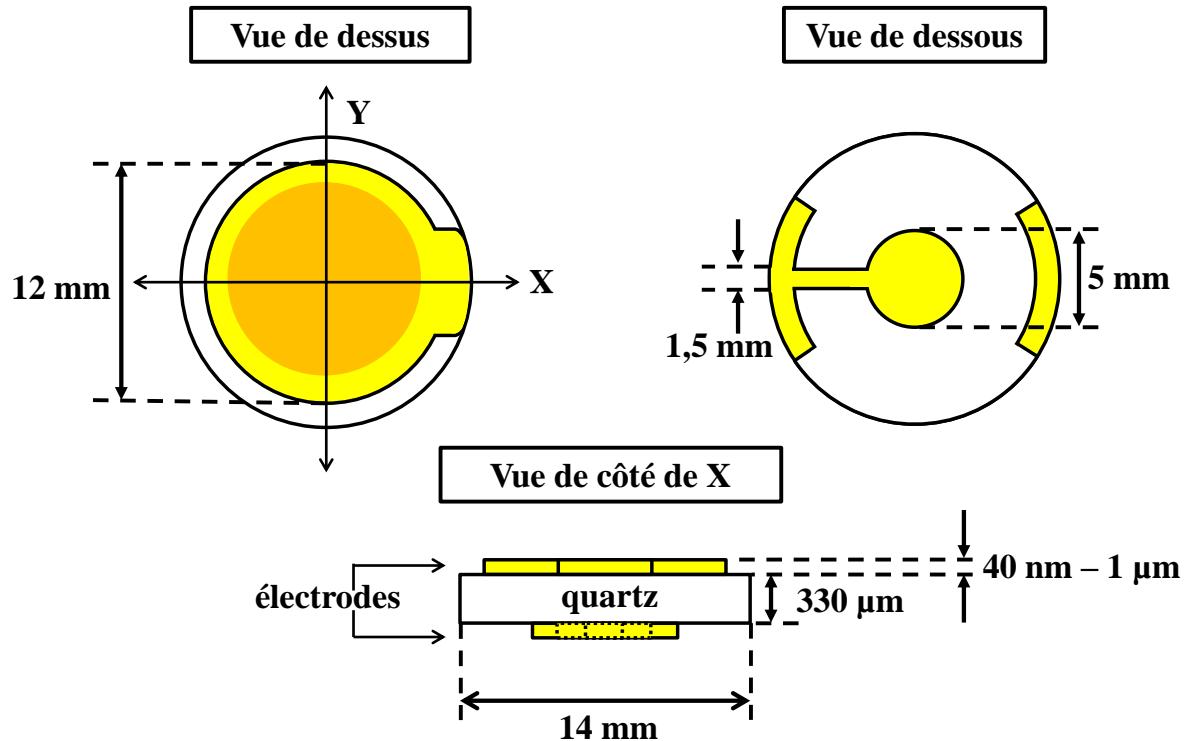


Figure A-1 : Schéma à trois vues et les dimensions du capteur TSM.

Si le quartz est considéré sans perte, son impédance mécanique est déterminée par la relation suivante :

$$Z_q = \sqrt{\rho_q \mu_q} \quad (\text{A-1})$$

Pour une épaisseur  $h_q$  définie par la relation suivante, ce transducteur devient une cavité résonante :

$$k_q h = N\pi \quad (\text{A-2})$$

où  $N$  est un nombre entier impair positif et  $k_q$  est le vecteur d'onde dans le quartz.

A partir de l'équation précédente et en introduisant la vitesse de propagation de l'onde dans le quartz  $c_q$ , on peut déduire la fréquence de résonance mécanique fondamentale et ses harmoniques  $f_{mN}$  à partir de la relation approchée suivante :

$$f_{mN} \approx N \frac{c_q}{2h} \quad (\text{A-3})$$

Avec

$$c_q = \sqrt{\frac{\mu_q}{\rho_q}} = 3334 \text{ m/s} \quad (\text{A-4})$$

Ces fréquences correspondent aux conditions pour lesquelles le déplacement particulaire à la surface des électrodes est le plus important. La distribution du déplacement suit une loi gaussienne [8], [9] essentiellement centrée dans la zone métallisée.

Le modèle unidimensionnel électromécanique, issus des équations constitutives piézoélectriques décrites ci-après a d'abord été présenté par Mason [10]. Dans des cas particuliers de faibles charges, le modèle de Mason peut être simplifié autour des fréquences de résonance. Toutefois ce modèle classique utilisé pour extraire le module de cisaillement complexe suppose que les lignes de champ électrique entre les deux électrodes soient uniformes. La caractérisation systématique de plusieurs liquides newtoniens de propriétés connues met en exergue les limitations de ce modèle [11]. Il n'est valable, en effet, que pour des matériaux faiblement visqueux et très faiblement conducteurs. Ce qui exclut le contrôle de matériaux dont les propriétés mécaniques et électriques varient simultanément durant leur formation.

Pour étendre le domaine de validité à ce type de matériau, il est nécessaire de compléter le modèle en tenant compte des pertes électriques et mécaniques de l'ensemble transducteur-matériau. Pour remédier à ces imprécisions, l'étude théorique de la distribution du champ électrique dans le capteur et dans le matériau doit être effectuée. A la fréquence de résonance, cette répartition peut être déduite à partir des équations de Helmholtz et des relations constitutives piézoélectriques. Pour les électrodes en forme d'anneau, la solution d'équations de forme intégrale n'est pas une solution triviale singulièrement en raison des conditions d'exploitation de la bande passante RF. Par ailleurs, en raison des conditions aux limites, la résolution de l'équation de Maxwell est très difficile et ne peut être estimé que par des calculs par éléments finis.

Afin d'obtenir une solution analytique approchée, une nouvelle représentation du

résonateur réel par un résonateur effectif est proposée. Ces équations peuvent être simplifiées alors en utilisant les méthodes d'analyse de microbandes développées par Wheeler [12] pour les techniques de dispositifs de transmission.

L'approche utilisée consiste à introduire le quartz effectif chargé prenant en compte les pertes électriques induites par le milieu conducteur en contact et par la forme des électrodes. L'ensemble capteur-matériau est représenté, du point de vue électrique, par une structure fictive considérant :

- Le matériau viscoélastique non conducteur (propriétés électriques identiques à celles de l'air).
- L'élément piézoélectrique comme un substrat fictif de permittivité effective complexe  $\epsilon_{eff}^*$  incluant les effets électriques liés au matériau.

La Figure A-2, illustre l'équivalence entre l'ensemble quartz- "matériau conducteur" et l'ensemble fictif. Entre les deux électrodes parallèles il existe des lignes de champ électrique  $E$ .

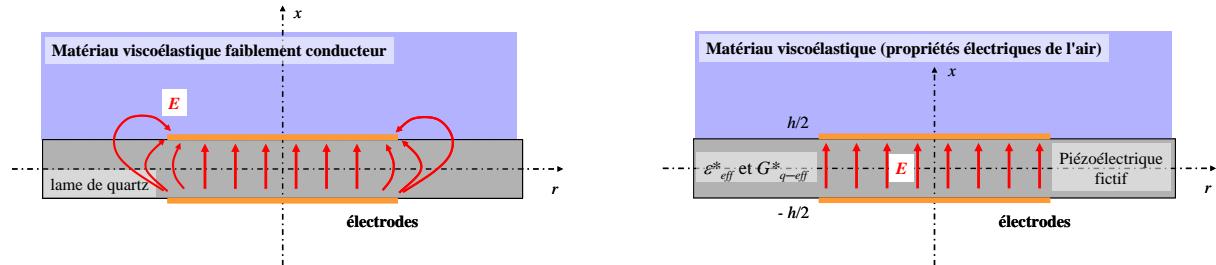


Figure A-2 : Modification des lignes de champ électrique liée aux propriétés électriques du matériau en contact avec le transducteur.

La modification des propriétés effectives de l'élément piézoélectrique a deux conséquences :

- La capacité statique apparente créée par les deux électrodes parallèles inclue des pertes qui évoluent en fonction des propriétés électriques effectives du matériau en contact.
- La solution de l'équation de propagation de l'onde mécanique dans l'élément piézoélectrique est modifiée. Il en résulte que le lien entre l'impédance mécanique à la surface de l'électrode et l'impédance électrique mesurée est affecté.

Les évolutions des propriétés électriques effectives de l'élément piézoélectrique sont

prises en compte dans un nouveau modèle électrique présenté ci-dessous au moyen de paramètres effectifs résumés dans le Tableau A-1.

<i>Paramètres de quartz</i>	<i>Valeur</i>	<i>Description</i>
$\epsilon_q$	$3,982 \times 10^{-11} \text{ A}^2 \cdot \text{s}^4 \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$	Permittivité de quartz
$\mu_q$	$2,947 \times 10^{10} \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$	Rigidité du quartz
$\eta_q$	$9,27 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$	Viscosité de quartz
$e_q$	$9,657 \times 10^{-2} \text{ A} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$	Constante piézoélectrique
$\rho_q$	$2651 \text{ kg/m}^3$	Masse volumique de quartz
$h$	$330 \text{ } \mu\text{m}$	Epaisseur de quartz
$A_q$	$2,92 \times 10^{-5} \text{ m}^2$	Surface de l'électrode
<i>Paramètres de transducteur effectifs</i>	<i>Unité</i>	<i>Description</i>
$\epsilon_{eff}^*$	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	Permittivité complexe de transducteur effectif
$\epsilon'$	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	Permittivité du transducteur effectif
$\epsilon''$	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	Perte diélectrique de transducteur effectif
<i>Paramètres de matériaux</i>	<i>Unité</i>	<i>Description</i>
$\rho_{mat}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	Densité du matériau étudié
$G^*$	Pa	Module complexe de cisaillement
$G'$	Pa	Module d'élasticité du matériau
$G''$	Pa	Module visqueux du matériau
$\sigma_{mat}$	$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$	Conductivité du matériau
<i>Paramètres généraux</i>	<i>Valeur</i>	<i>Description</i>
$\epsilon_0$	$8,854 \times 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$	Constante électrique
$\sigma_{air}$	$0,3 \text{ à } 0,8 \times 10^{-14} \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$	Conductivité de l'air
$\mu_0$	$4\pi \times 10^{-7} \text{ H} \cdot \text{m}^{-1}$	Constante magnétique

Tableau A-1 : Liste des paramètres utilisés.

## A.2 Le modèle électrique effectif à constantes localisées

Pour tenir compte des effets électriques, le quartz TSM est supposé comme un substrat

piézoélectrique équivalent avec une permittivité effective complexe  $\epsilon_{eff}^*$  [13], telle que :

$$\epsilon_{eff}^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (A-5)$$

La partie réelle  $\epsilon'$  est la constante diélectrique équivalente. La partie imaginaire  $\epsilon''$  est liée à la conductivité du matériau. Les deux effets sont ensuite introduits dans l'équation piézoélectrique constitutive (PCE ou Piezoelectric Constitutive Equation).

Dans ces conditions, lorsqu'un champ électrique est appliqué le long de la direction  $y$  du quartz, un déplacement mécanique est généré dans la direction  $x$ . La relation constitutive du couplage à une dimension entre les caractéristiques mécaniques (contrainte et déformation) et les composants électriques (le champ électrique et le champ électrique de déplacement) peut être décrite pour des matériaux piézoélectriques et pour le mode de cisaillement correspondant :

$$T_q = \mu_q \frac{\partial u}{\partial y} - e_q E \quad (A-6)$$

$$D_y = \epsilon_{eff}^* E + e_q \frac{\partial u}{\partial y} \quad (A-7)$$

où  $T_q$  est la contrainte de cisaillement à l'intérieur du quartz,  $E$  est le champ électrique,  $D_y$  est le champ électrique de déplacement dans la direction  $y$ ,  $u$  est le déplacement dans la direction  $x$  de l'élément de quartz,  $\mu_q$  et  $e_q$  sont respectivement le module de cisaillement élastique concerné et la constante piézoélectrique du cristal de quartz.

En présence d'une différence de potentiels sinusoïdale  $U$  entre les électrodes, l'équation (A-7) implique que :

$$U = \int_{-h/2}^{h/2} Edx = \int_{-h/2}^{h/2} \frac{D_y}{\epsilon_{eff}^*} dx - \int_{-h/2}^{h/2} \frac{e_q \frac{\partial u}{\partial y}}{\epsilon_{eff}^*} dx = U_0 - U_m \quad (A-8)$$

La première intégrale permet de retrouver les propriétés statiques liées aux courants de

conduction et de déplacement induits dans le substrat effectif, et peut être notée comme la tension statique  $U_0$ . La seconde intégrale est propre à l'effet piézoélectrique et permet de déterminer les contraintes résultantes à la surface des électrodes, et peut être notée comme la tension motionnelle  $U_m$ .

### A.2.1 Effets du milieu conducteur sur les propriétés statiques

Entre les électrodes de surface  $A_q$ , l'induction électrique dans le substrat fictif est considérée constante et uniforme. L'équation de conservation de la charge permet de déterminer le courant  $I$  qui traverse le substrat :

$$I = j\omega D_y A_q \quad (\text{A-9})$$

En intégrant l'équation (A-8) et en considérant l'induction constante suivant l'axe  $x$ , on déduit que l'effet statique peut être représenté par l'impédance  $Z_{q0}$  du quartz pur définie par :

$$Z_{q0} = \frac{U_0}{I} = \frac{\frac{D_y h}{\epsilon_{eff}^*}}{j\omega D_y A_q} = \frac{1}{j\omega \epsilon' \frac{A_q}{h} + \omega \epsilon'' \frac{A_q}{h}} = \frac{1}{j\omega C_0 + \frac{1}{R_0}} \quad (\text{A-10})$$

Cette impédance statique  $Z_{q0}$  se ramène à une résistance  $R_0$  en parallèle avec un condensateur de capacité  $C_0$  pour un disque de quartz pur sans considérer l'influence électromagnétique lié aux électrodes. Nous retrouvons dans cette expression une capacité ( $C_0$ ) liée au champ électrique de déplacement dans le substrat et une résistance de dissipation ( $R_0$ ) liée au champ électrique de déplacement dans le substrat de quartz entre les électrodes.

$$\left\{ \begin{array}{l} C_0 = \frac{\epsilon' A_q}{h} \\ R_0 = \frac{h}{\omega \epsilon'' A_q} \end{array} \right. \quad (\text{A-11})$$

## A.2.2 Effets du milieu conducteur sur le comportement mécanique

L'équation d'onde du résonateur piézo-électrique pour le mode de cisaillement d'épaisseur est basée sur la loi de Newton, et est donnée par :

$$\rho_q \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \left( \mu_q + j\omega\eta_q + \frac{e_q^2}{\epsilon_{eff}^*} \right) \cdot \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \quad (A-12)$$

où  $\rho_q$  est la masse volumique du quartz,  $\omega$  est la pulsation angulaire et  $\eta_q$  est la viscosité du cristal de quartz.

Le comportement vibratoire du cristal de quartz et de la charge de surface peut être traité en utilisant un modèle de ligne de transmission à une dimension et en résolvant l'équation des ondes dans chaque milieu. Un développement mathématique détaillé de la théorie des lignes de transmission est donnée dans la littérature, et par Cernosek *and al.* en particulier [14]. L'impédance d'entrée électrique complexe pour le résonateur à quartz avec une charge au contact d'un côté, décrite par le modèle à trois ports de Mason [10], peut être exprimée en utilisant les paramètres effectifs par :

$$Z_e = Z_{q0} \left( 1 + \frac{K_{eff}^2}{k_{eff}^* \cdot h} \cdot \frac{2 \tan \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right) - j \frac{Z_L}{Z_{eff}}}{\left( j \frac{Z_L}{Z_{eff}} \cdot \frac{1}{\tan(k_{eff}^* \cdot h)} - 1 \right)} \right) = Z_{q0} (1 + \alpha) \quad (A-13)$$

Dans cette expression,  $\alpha$  représente le deuxième terme du facteur, dans lequel :

- $Z_L$  est l'impédance mécanique du matériau en contact avec l'électrode,  $h$  est l'épaisseur du quartz.
- $K_{eff}^2$  est le coefficient complexe de couplage électromécanique effectif du quartz, déterminé à partir des équations (A-6) et (A-7) par :

$$K_{eff}^2 = \frac{e_q^2}{(\mu_q + j\omega\eta_q) \epsilon_{eff}^* + e_q^2} \quad (A-14)$$

où  $k_{eff}^*$  est le vecteur d'onde complexe effective exprimée comme suit :

$$k_{eff}^* = \omega \sqrt{\frac{\rho_q}{\mu_q + j\omega\eta_q + \frac{e_q^2}{\epsilon_{eff}^*}}} \quad (A-15)$$

$Z_{eff}$  est l'impédance mécanique équivalente. Cette impédance, la caractéristique du substrat, dépend des effets électriques et est donnée par :

$$Z_{eff} = \sqrt{\rho_q \left( \mu_q + j\omega\eta_q + \frac{e_q^2}{\epsilon_{eff}^*} \right)} \quad (A-16)$$

Pour le fonctionnement du résonateur à des fréquences proches de la résonance mécanique, il a été montré [5] qu'un modèle modifié de BVD peut être déduit de l'équation (A-13). En tenant compte de notre approche effective, un circuit étendu de BVD introduisant des éléments localisés effectifs peut alors être proposé. En effet, en considérant les deux branches parallèles  $Z_{q0}$  (branche statique) et  $Z_m$  (pour la branche dynamique), l'impédance d'entrée  $Z_e$  peut être décrite comme une impédance constituée de deux impédances en parallèle :

$$\frac{1}{Z_e} = \frac{1}{Z_{q0}} + \frac{1}{Z_m} \quad (A-17)$$

L'impédance électrique dynamique totale  $Z_m$  peut être extraite de la manière suivante :

$$Z_m = \frac{1}{\frac{1}{Z_{q0}(1+\alpha)} - \frac{1}{Z_{q0}}} = Z_{q0} \left( -1 - \frac{1}{\alpha} \right) \quad (A-18)$$

A partir de l'équation (A-13), et en réintroduisant l'expression du terme  $\alpha$ , nous pouvons obtenir :

$$Z_m = Z_{q0} \left( \frac{\frac{k_{eff}^* \cdot h}{K_{eff}^2} \cdot \frac{1 - j \frac{Z_L}{Z_{eff}} \cdot \frac{1}{\tan(k_{eff}^* \cdot h)}}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) - j \frac{Z_L}{Z_{eff}}} - 1}{\frac{k_{eff}^* \cdot h}{K_{eff}^2} \cdot \frac{1 - j \frac{Z_L}{Z_{eff}} \cdot \frac{1}{\tan(k_{eff}^* \cdot h)}}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) - j \frac{Z_L}{Z_{eff}}} - 1} \right) \quad (A-19)$$

En introduisant le développement connu :

$$\frac{1}{\tan(k_{eff}^* \cdot h)} = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} - \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) \right) \quad (A-20)$$

la simplification de l'équation (A-19) permet d'obtenir :

$$Z_m = Z_{q0} \left( \frac{\frac{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) - j \frac{Z_L}{Z_{eff}}}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} + j \frac{Z_L}{2Z_{eff}} \cdot \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)}{\frac{\frac{k_{eff}^* \cdot h}{K_{eff}^2} \cdot \frac{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} - 1}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) - j \frac{Z_L}{Z_{eff}}}} \right) \quad (A-21)$$

Près des résonances mécaniques harmoniques, deux impédances dynamiques en série décrivent alors cette dernière équation :

$$Z_m = Z_{q0} \left( \frac{\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2K_{eff}^2} - 1}{\tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} + Z_{q0} \frac{j k_{eff}^* \cdot h \cdot Z_L}{4K_{eff}^2 \cdot Z_{eff}} \left( 1 - \frac{j \frac{Z_L}{Z_{eff}}}{2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} \right)^{-1} \right) \quad (A-22)$$

Nous pouvons voir que le premier terme correspond à l'impédance dynamique à vide du quartz noté  $Z_m^0$  (qui est indépendant de l'impédance mécanique de charge  $Z_L$ ), et le second représente l'impédance électrique liée au matériau en contact avec le quartz  $Z_{load}$  (qui dépend de  $Z_L$ ). Notons qu'à vide  $Z_L = 0$ ,  $Z_m$  ne dépend que de  $Z_m^0$ .

$$Z_m^0 = Z_{q0} \left( \frac{\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2K_{eff}^2}}{\tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right)} - 1 \right) \quad (A-23)$$

$$Z_{load} = Z_{q0} \frac{j k_{eff}^* \cdot h \cdot Z_L}{4 K_{eff}^2 \cdot Z_{eff}} \left( 1 - \frac{j \frac{Z_L}{Z_{eff}}}{2 \tan \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right)} \right)^{-1} \quad (A-24)$$

En supposant que près de la  $N^{\text{ième}}$  fréquence de résonance :  $k_{eff}^* h / 2 \approx N\pi / 2 = \theta$ , le développement en série de fractions du terme en  $\tan(\theta)/\theta$  permet d'obtenir l'expression approchée suivante :

$$\tan \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right) = \frac{2 \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right)}{\left( \frac{N\pi}{2} \right)^2 - \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right)^2} \quad (A-25)$$

Alors l'impédance  $Z_m^0$  peut être simplifiée de la manière suivante :

$$Z_m^0 = Z_{q0} \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2 K_{eff}^2} \frac{\left( \frac{N\pi}{2} \right)^2 - \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right)^2}{2 \left( \frac{k_{eff}^* \cdot h}{2} \right)} - 1 \right) \quad (A-26)$$

Nous avons ensuite :

$$Z_m^0 = Z_{q0} \left( \frac{1}{K_{eff}^2} \frac{\left( N\pi \right)^2}{8} - \frac{\left( k_{eff}^* \cdot h \right)^2}{8 K_{eff}^2} - 1 \right) \quad (A-27)$$

Pour simplifier cette expression, nous combinons les équations (A-14) et (A-15) pour obtenir :

$$\left( \frac{k_{eff}^*}{K_{eff}} \right)^2 = \frac{\omega^2 \rho_q \epsilon_{eff}^*}{e_q^2} \quad (A-28)$$

En introduisant cette expression, nous pouvons simplifier l'équation (A-27) de la manière suivante :

$$Z_m^0 = \frac{\epsilon_{eff}^*}{e_q^2} Z_{q0} \left( \frac{(\mu_q + j\omega\eta_q)(N\pi)^2}{8} - \frac{\omega^2 \rho_q h^2}{8} \right) + Z_{q0} \left( \frac{(N\pi)^2}{8} - 1 \right) \quad (A-29)$$

Nous avons donc ici l'impédance simplifiée  $Z_m^0$  qui peut être présentée en une série d'éléments localisés comme suit :

$$Z_m^0 = \left( \frac{h(N\pi)^2 \eta_q}{8A_q e_q^2} + \frac{j\omega h^3 \rho_q}{8A_q e_q^2} + \frac{h(N\pi)^2 \mu_q}{j8\omega A_q e_q^2} \right) + Z_{q0} \left( \frac{(N\pi)^2}{8} - 1 \right) \quad (A-30)$$

L'équation (A-30) peut se mettre sous la forme :

$$Z_m^0 = \left( R_{q1} + j\omega L_{q1} + \frac{1}{j\omega C_{q1}} \right) + \alpha_N Z_{q0} \quad (A-31)$$

Avec les paramètres :

$$\left\{ \begin{array}{l} R_{q1} = \frac{h(N\pi)^2 \eta_q}{8A_q e_q^2} \\ L_{q1} = \frac{h^3 \rho_q}{8A_q e_q^2} \\ C_{q1} = \frac{8A_q e_q^2}{h(N\pi)^2 \mu_q} \\ \alpha_N = \frac{(N\pi)^2}{8} - 1 \end{array} \right. \quad (A-32)$$

Le modèle de Masson se ramène donc à un circuit électrique équivalent constitués d'éléments localisés. Le modèle couramment utilisé est celui de Butterworth-Van-Dyke (BVD) [12]. Pour ce dernier modèle, on peut démontrer que les deux effets mécanique et électrique peuvent être représentés de manière indépendante par deux branches parallèles :

- Une branche statique représentant les propriétés diélectriques du quartz (dépendant de la répartition du champ électrique entre les électrodes).
- Une branche dynamique (branche motionnelle) représentant les propriétés mécaniques du quartz.

La modélisation étendue de notre capteur TSM est donné à la Figure A-3 et les éléments de circuit localisés effectifs sont résumés dans le Tableau A-2.

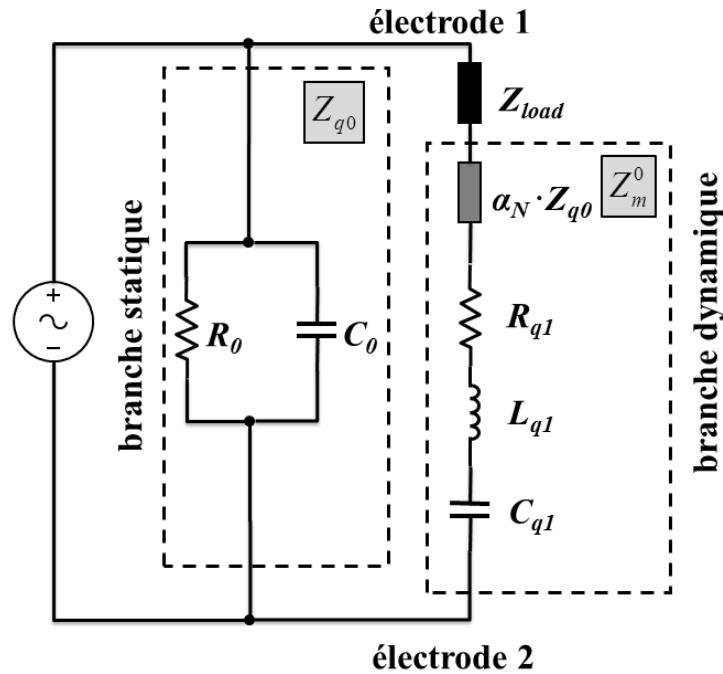


Figure A-3 : Un circuit équivalent étendu de Butterworth-Van-Dyke modifié (BVDm) pour le résonateur TSM.

Paramètre du modèle	Expression	Description
$R_{q1}$	$R_{q1} = \frac{h(N\pi)^2 \eta_q}{8A_q e_q^2}$	Résistance dynamique de quartz
$L_{q1}$	$L_{q1} = \frac{h^3 \rho_q}{8A_q e_q^2}$	Inductance dynamique de quartz
$C_{q1}$	$C_{q1} = \frac{8A_q e_q^2}{h(N\pi)^2 \mu_q}$	Capacité dynamique de quartz
$R_0$	$R_0 = \frac{h}{\omega \varepsilon'' A_q}$	Résistance statique effective
$C_0$	$C_0 = \frac{A_q \varepsilon'}{h}$	Capacité statique effective
$N$		Nombre d'harmonique
$\alpha_N$	$\alpha_N = \frac{(N\pi)^2}{8} - 1$	Valeur du coefficient de $N^{\text{ième}}$ harmonique

Tableau A-2 : Paramètres effectifs étendues de modèle BVD.

Notez que, par rapport au modèle classique de BVD, notre modèle étendu de l'impédance dynamique non chargé comprend une impédance dynamique supplémentaire en série  $\alpha_N \cdot Z_{q0}$  en raison des effets électromagnétiques et met en exergue une résistance statique  $R_0$  en parallèle. Grace à sa forte valeur (de l'ordre de 100 kΩ), cette résistance doit permettre une excitation par un générateur de courant mis en parallèle.

### A.3 Effets mécaniques liés à la charge

L'impédance de charge de surface  $Z_{load}$  est corrélée aux interactions entre la charge et la surface du résonateur TSM. Pour une charge non-rigide (par exemple les fluides complexes ou les gels), le mouvement de cisaillement imposé à l'interface résonateur/charge induit une accumulation d'énergie élastique et une dissipation d'énergie visqueuse dans le matériau en contact, en raison de ses propriétés viscoélastiques [15]. En outre, la surface rugueuse des électrodes et le cristal de quartz peuvent piéger une quantité de fluide dans les dépressions de surface [16]. Comme le fluide complexe est contraint par les parois latérales des dépressions, un mouvement synchrone avec l'oscillation de la surface est induit. Cet effet peut être modélisé par une réponse effective à peu près identique à une couche de masse idéale.

Pour une faible charge, due à des fluides viscoélastiques mous [14], nous avons :

$$\frac{Z_L}{Z_{eff}} \ll 2 \tan\left(\frac{k_{eff}^* \cdot h}{2}\right) \quad (A-33)$$

Autour de la N<sup>ième</sup> résonance,  $k_{eff}^* \cdot h$  est voisin de  $N \cdot \pi$ . L'impédance électrique de la charge de surface, donnée par l'équation (A-24), peut être alors réduite à :

$$Z_{load} = Z_{q0} \cdot j \frac{k_{eff}^* \cdot h}{4K_{eff}^2} \left( \frac{Z_L}{Z_{eff}} \right) \quad (A-34)$$

En utilisant l'équation (A-14), (A-15) et (A-16), nous pouvons obtenir la simplification suivante :

$$\frac{k_{eff}^*}{K_{eff}^2 \cdot Z_{eff}} = \frac{\omega \cdot \epsilon_{eff}^*}{e_q^2} \quad (A-35)$$

Enfin, l'impédance électrique de la charge de surface est décrite de la manière suivante :

$$Z_{load} = \frac{h^2}{4A_q e_q^2} Z_L \quad (A-36)$$

Donc l'impédance électrique de la charge de surface  $Z_{load}$  est directement proportionnelle à l'impédance mécanique du matériau en contact avec l'électrode  $Z_L$ . Puisque l'impédance mécanique  $Z_L$  est celle de l'impédance caractéristique du matériau et l'impédance électrique  $Z_{load}$  peut être mesurée expérimentalement par l'analyseur de réseaux, une mesure de la caractéristique du matériau peut ainsi être effectuée.

## A.4 Références

- [1] E. Benes, M. Gröschl, W. Burger, and M. Schmid, "Sensors based on piezoelectric resonators," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 48, no. 1, pp. 1–21, May 1995.
- [2] E. Benes, M. Groschl, F. Seifert, and A. Pohl, "Comparison between BAW and SAW sensor principles.,," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 45, no. 5, pp. 1314–30, Jan. 1998.
- [3] P. Hauptmann, N. Hoppe, and A. Püttmer, "Application of ultrasonic sensors in the process industry," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 13, no. 8, pp. R73–R83, Aug. 2002.
- [4] M. Hoummady, A. Campitelli, and W. Włodarski, "Acoustic wave sensors: design, sensing mechanisms and applications," *Smart Mater. Struct.*, vol. 6, no. 6, pp. 647–657, Dec. 1997.
- [5] P. Leclaire, J. Goossens, L. Martinez, N. Wilkie-Chancelier, S. Serfaty, and C. Glorieux, "Study of the bending modes in circular quartz resonators," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 53, no. 10, pp. 1934–1943, Oct. 2006.
- [6] D. S. J. Ballantine, R. M. White, S. J. Martin, A. J. Ricco, G. C. Frye, E. T. Zellars, and H. Wohltjen, *Acoustic Wave Sensors - Theory, Design, and Physico-Chemical Applications*. Elsevier, 1997.

- [7] W. Göpel, J. Hesse, J. N. Zemel, H. Meixner, and R. Jones, “Micro- and Nanosensor Technology - Trends in Sensor Markets - Volume 8,” in *Sensors A Comprehensive Survey*, Weinheim: VCH, 1995, p. 552.
- [8] B. A. Martin and H. E. Hager, “Velocity profile on quartz crystals oscillating in liquids,” *J. Appl. Phys.*, vol. 65, no. 7, p. 2630, 1989.
- [9] A. C. Hillier and M. D. Ward, “Scanning electrochemical mass sensitivity mapping of the quartz crystal microbalance in liquid media,” *Anal. Chem.*, vol. 64, no. 21, pp. 2539–2554, Nov. 1992.
- [10] W. Mason, “A Dynamic Measurement of the Elastic, Electric and Piezoelectric Constants of Rochelle Salt,” *Phys. Rev.*, vol. 55, no. 8, pp. 775–789, Apr. 1939.
- [11] C. Ould Ehssein, “Système instrumental pour la rhéologie ultrasonore,” Université de Cergy-Pontoise, 2006.
- [12] H. A. Wheeler, “Transmission-Line Properties of Parallel Strips Separated by a Dielectric Sheet,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 13, no. 2, pp. 172–185, Mar. 1965.
- [13] N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, S. Serfaty, and P. Griesmar, “Lamb Wave Sensor for Viscous Fluids Characterization,” *IEEE Sens. J.*, vol. 9, no. 9, pp. 1142–1147, Sep. 2009.
- [14] R. W. Cernosek, S. J. Martin, A. R. Hillman, and H. L. Bandey, “Comparison of lumped-element and transmission-line models for thickness-shear-mode quartz resonator sensors,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 45, no. 5, pp. 1399–1407, Sep. 1998.
- [15] S. J. Martin, “Closing Remarks: Interactions of acoustic waves with thin films and interfaces,” in *Faraday Discussion 107*, 1997, p. 463.
- [16] R. Schumacher, J. G. Gordon, and O. Melroy, “Observation of morphological relaxation of copper and silver electrodes in solution using a quartz microbalance,” *J. Electroanal. Chem. Interfacial Electrochem.*, vol. 216, no. 1–2, pp. 127–135, Sep. 1987.



---

## Annexe B      Transformée de Gabor

---

### Sommaire

B.1	TRANSFORMEE DE GABOR 1D.....	160
B.2	TRANSFORMEE DE GABOR 2D.....	162
B.3	TRANSFORMEE DE GABOR 3D.....	166
B.4	SIMULATION ACOUSTIQUE : SOURCES REPARTIES SUR UN ANNEAU .....	172
B.5	REFERENCES.....	174

## B.1 Transformée de Gabor 1D

En premier lieu, nous simulons un signal temporel d'une dimension (1D) de  $S(t)$  avec 3 impulsions I, II et III.

Tableau B-1 montre les caractéristiques des trois impulsions simulées pour cette étude théorique. Le temps de simulation total est de 10  $\mu$ s avec des pas de temps 0,25 ns et donc le nombre total de points d'acquisition est de 40000.

<i>Signaux</i>	<i>Temps de début</i>	<i>Pulsation principale</i>
Impulsion I	$t_1 = 1 \mu\text{s}$	$\omega_1 = 80 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$
Impulsion II	$t_2 = 6 \mu\text{s}$	$\omega_2 = 400 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$
Impulsion III	$t_3 = 9 \mu\text{s}$	$\omega_3 = 80 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$

Tableau B-1 : Caractéristiques des trois impulsions simulées I, II et III pour la simulation 1D.

Figure B-1 (a) montre ce signal temporel 1D nommée par «Signal», qui contient trois impulsions apparaissant séquentiellement. Les trois figures ci-dessous (Figure B-1 (b), (c) et (d)) montrent plus précisément les trois impulsions, l'impulsion I à l'instant de  $t_1 = 1 \mu\text{s}$ , l'impulsion II à l'instant de  $t_2 = 6 \mu\text{s}$  et l'impulsion III à l'instant de  $t_3 = 9 \mu\text{s}$ .

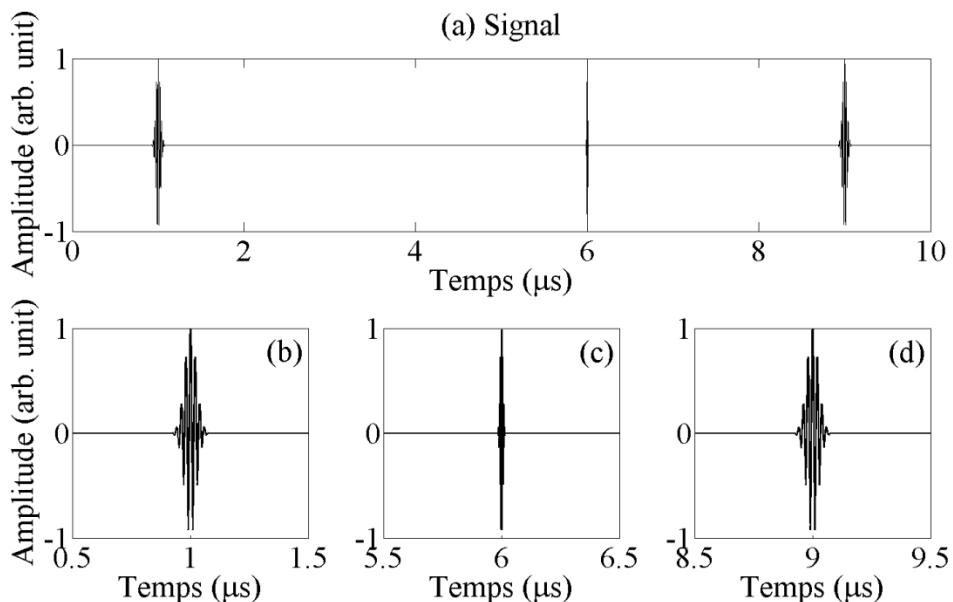


Figure B-1 : (a) Le signal temporel 1D avec 3 impulsions de (b)  $80 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$ , (c)  $400 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$  et (d)  $80 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$ .

Ensuite, une transformée de Gabor 1D est réalisée avec une fenêtre glissante afin d'identifier les contenus différents des fréquences par rapport au temps (Figure B-2 (a)). Afin d'éviter tous les effets de bord de la fenêtre temporelle glissante, on multiplie le signal relevé par une fenêtre de pondération.

Nous avons le choix entre : la fenêtre rectangulaire, la fenêtre de Hanning, la fenêtre de Hamming, la fenêtre de Blackman-Harris et la fenêtre de Kaiser. Toutes ces fenêtres ont une longueur ajustable et leurs propriétés sont largement décrites dans les références [1] et [2].

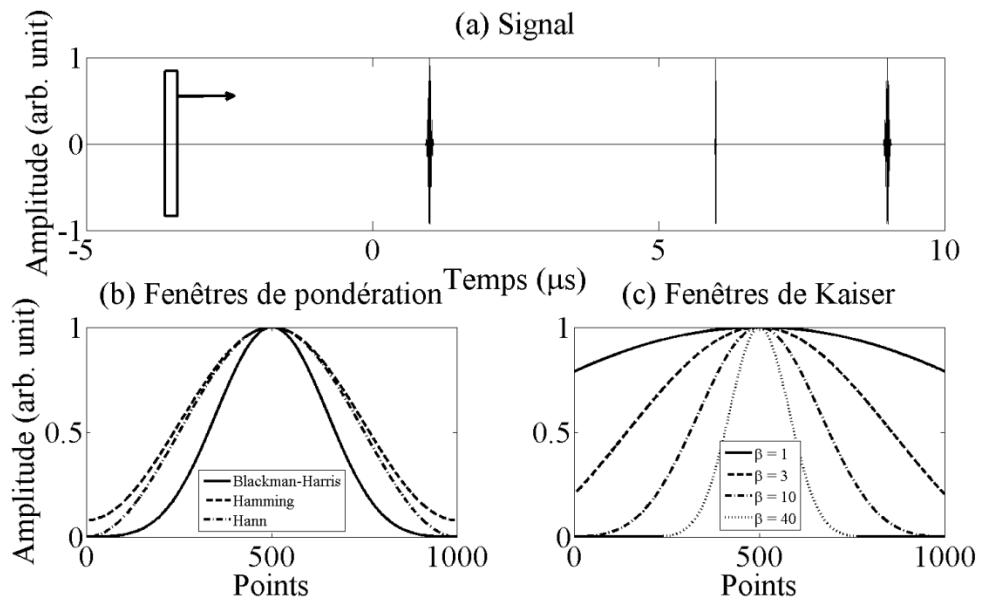


Figure B-2 : Différents types de fenêtres pour la transformée de Gabor.

La fenêtre de Blackman présente un compromis intéressant au niveau résolution de deux pics voisins. Les formes des fenêtres de Blackman-Harris, Hamming et Hanning sont données (Figure B-2 (b)). Elles ont été calculées sur 1000 points. Nous remarquons que les valeurs initiale et finale de la fonction de Hamming ne sont pas nulles. Cela ne permettra pas de supprimer totalement le phénomène de Gibbs dû aux discontinuités par troncature. Nous remarquons encore que la fenêtre de Blackman par une ‘atténuation’ plus importante des bords que la fonction de Hanning atténue plus les effets dus aux discontinuités de dérivée du signal tronqué.

L'intérêt de la fenêtre de Kaiser-Bessel est que pour une longueur fixe, sa largeur à

mi-hauteur est paramétrable à l'aide du paramètre  $\beta$ . Sur la Figure B-2 (c), nous donnons la forme de la fenêtre pour différentes valeurs de  $\beta$ . Tant que  $\beta$  est inférieur à 5, la fenêtre n'est pas intéressante car le phénomène de Gibbs ne peut être considérablement atténué. Pour  $\beta$  proche de 10, nous nous rapprochons de la fenêtre de Blackman-Harris. Cette dernière fenêtre est intéressante car, sans changer le pas fréquentiel, nous pouvons affiner des zones où la fréquence évolue très rapidement alors que le retard de groupe change peu. En général, nous avons utilisé la fenêtre de Blackman-Harris qui est la plus polyvalente et, pour les cas plus délicats, une fenêtre de Kaiser-Bessel adaptée.

Sur la Figure B-3 (a), les deux fréquences principales sont faciles à distinguer. Dans le spectrogramme de temps-fréquence  $S(\omega, t)$ , trois îles indiquent quand certaines fréquences apparaissent dans le signal. Sur la Figure B-3 (b), un large pic apparaît pour la plus grande fréquence ( $\omega = 80 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ ), car cette fréquence d'impulsion apparaît deux fois dans le signal par rapport à une fois d'autre fréquence ( $\omega = 400 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ ).

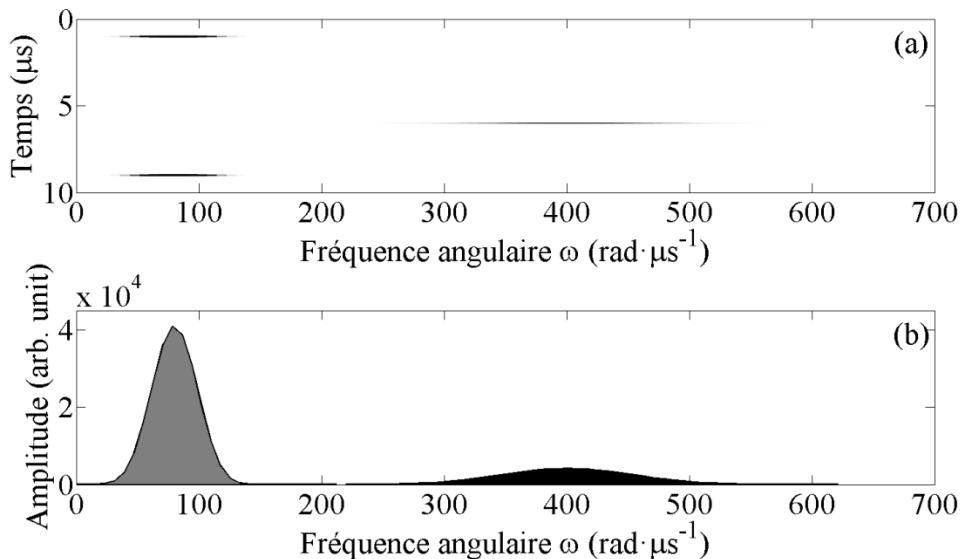


Figure B-3 : (a) Le signal  $S(\omega, t)$  après la transformée de Gabor 1D; (b) la répartition stationnaire des fréquences.

## B.2 Transformée de Gabor 2D

En deuxième lieu, nous simulons deux impulsions IV et V, qui sont signaux 2D en temps et en espace. Elles propagent suivant la même direction X.

Tableau B-2 montre les caractéristiques des impulsions. Tableau B-3 montre les détails de simulation pour le temps et l'espace.

<b>Signaux</b>	<b>Heure de début</b>	<b>Pulsion principale</b>	<b>Nombre d'onde</b>
Impulsion IV	$t_1 = 3 \mu\text{s}$	$\omega_1 = 40 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$	$k_1 = 7540 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$
Impulsion V	$t_2 = 2 \mu\text{s}$	$\omega_2 = 100 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$	$k_2 = 25133 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$

Tableau B-2 : Caractéristiques de deux impulsions simulées IV et V.

<b>En temps</b>		<b>En espace</b>	
durée totale	$10 \mu\text{s}$	distance totale	20 mm
pas de temps	5 ns	pas d'espace	0,01 mm
Nombre d'acquisition	2000	Nombre d'acquisition	2000

Tableau B-3 : Détails de simulation 2D pour le temps et l'espace.

La loi de mouvement de chaque impulsion est écrite de la manière suivante :

$$S(t, x) = e^{-\left(\frac{kx-\omega t}{\delta}\right)^2} \cdot e^{-i(kx-\omega t)} \quad (\text{B-1})$$

La Figure B-4 (a) montre le signal  $S(t, x)$  dans un diagramme d'espace-temps.

Cet exemple représente des données typiques obtenues par la mesure d'une onde acoustique de surface (SAW ou Surface Acoustic Wave) avec une vitesse autour de  $3000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  (la vitesse de phase de la première onde  $V_{p1} = \omega_1/k_1 = 5305 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et de la deuxième onde  $V_{p2} = \omega_2/k_2 = 3979 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ). Le but d'une transformée de Gabor est de visualiser la dépendance du temps et d'espace avec la fréquence et aussi le nombre d'onde de l'onde de propagation.

En utilisant la transformé de Fourier dans le temps  $\mathcal{F}_{t \rightarrow \omega}$ , dans l'espace  $\mathcal{F}_{x \rightarrow k}$  et ensuite la transformée de Fourier inverse dans le temps  $\mathcal{F}_{\omega \rightarrow t}^{-1}$ , nous pouvons réaliser une identification élémentaire de la propagation des ondes, dans les trois images intéressantes (b), (c) et (d) de la Figure B-4.

$$\begin{cases} S(\omega, x) = \mathcal{F}_{t \rightarrow \omega}(S(t, x)) \\ S(\omega, k) = \mathcal{F}_{x \rightarrow k}(S(\omega, x)) \\ S(t, k) = \mathcal{F}_{\omega \rightarrow t}^{-1}(S(\omega, k)) \end{cases} \quad (\text{B-2})$$

A partir de la terme  $S(\omega, k)$ , il est possible de déterminer l'atténuation et la vitesse de phase de l'onde. Cependant, à partir de ce diagramme  $S(\omega, k)$ , il est impossible de séparer les deux ondes différentes qui sont caractérisés par la même paire de  $(k, \omega)$ . Pour surmonter cette difficulté, des fenêtres spatiale-temporelles en 2D peuvent être utilisées. Ces fenêtres glissent dans le temps et dans l'espace sur le signal en sélectionnant une région étroite pour laquelle nous prenons une 2D FFT. L'application de cette méthode au signal  $S(x, t)$  conduit à une fonction de  $S(k, x, t, \omega)$  et nécessite une quantité énorme de ressources de calcul. En outre, il n'est pas facile de visualiser ou d'imaginer une fonction dans un espace de 4D.

Par conséquent, une approche alternative est utilisée: une transformée de Fourier à court terme (STFT) est appliquée à  $S(t, k)$  le long de la dimension de temps qui conduit à  $S(t, k, \omega_0)$ . Ensuite, des fréquences d'intérêt (par exemple ici  $\omega_1 = 40 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$  et  $\omega_2 = 100 \text{ rad} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ ) peuvent être sélectionnées. Cette représentation donne la possibilité de localiser les nombres d'onde en fonction du temps à une certaine fréquence (voir la Figure B-5 (a) et (b)). Il n'y a que des nombres d'ondes positives présentés dans le signal qui signifie que les ondes sont en cours d'avancer suivant la direction  $X$  positive.

$$S(t, k, \omega_0) = \mathcal{STFT}_{t \rightarrow \omega_0}(S(t, k)) \quad (\text{B-3})$$

Et puis, une transformée de Fourier inverse dans l'espace est prise et nous pouvons obtenir les derniers résultats  $S(t, x, \omega_0)$  (voir la Figure B-5 (c) et (d)).

$$S(t, x, \omega_0) = \mathcal{F}_{k \rightarrow x}^{-1}(S(t, k, \omega_0)) \quad (\text{B-4})$$

Enfin, une autre transformée de Fourier à court terme (STFT) conduit alors à  $S(t, x, \omega_0, k)$ .

$$S(t, x, \omega_0, k) = \mathcal{STFT}_{x \rightarrow k}(S(t, x, \omega_0)) \quad (\text{B-5})$$

$S(t_i, x, \omega_0, k)$  est représenté pour trois instants différents ( $t_i$ ), montrant la localisation spatiale du nombre d'onde pour  $\omega = \omega_0$  en fonction du temps (voir la Figure B-6).

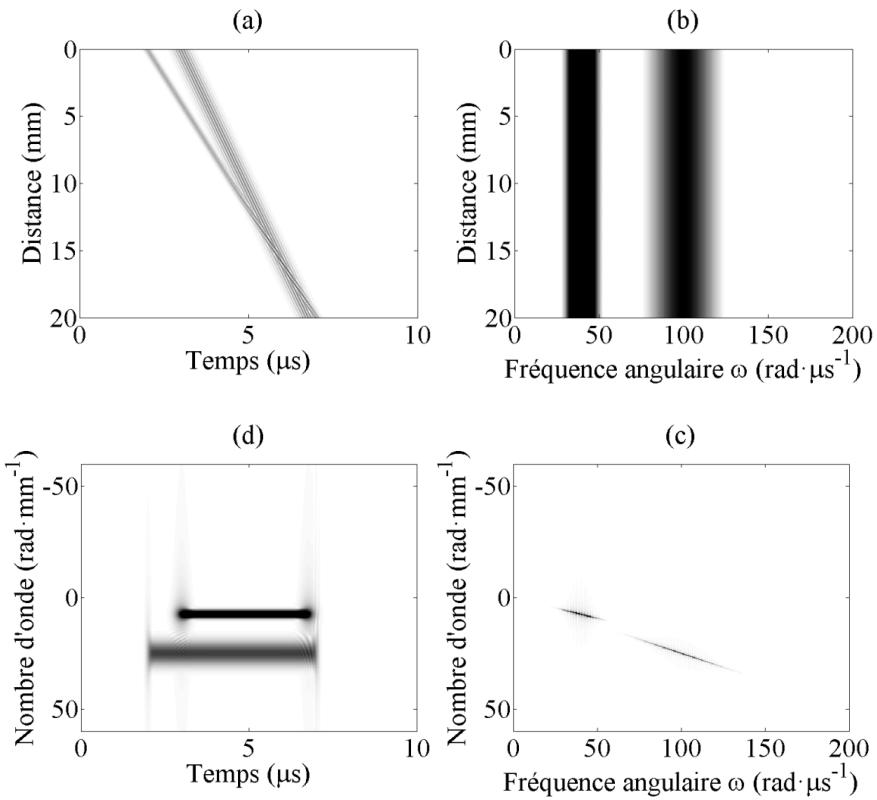


Figure B-4 : (a) Le signal 2D de  $S(t, x)$  avec deux impulsions de  $40 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$  et  $100 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$  ; (b) le signal de  $S(\omega, x)$  ; (c) le signal de  $S(\omega, k)$  ; (d) le signal de  $S(t, k)$ .

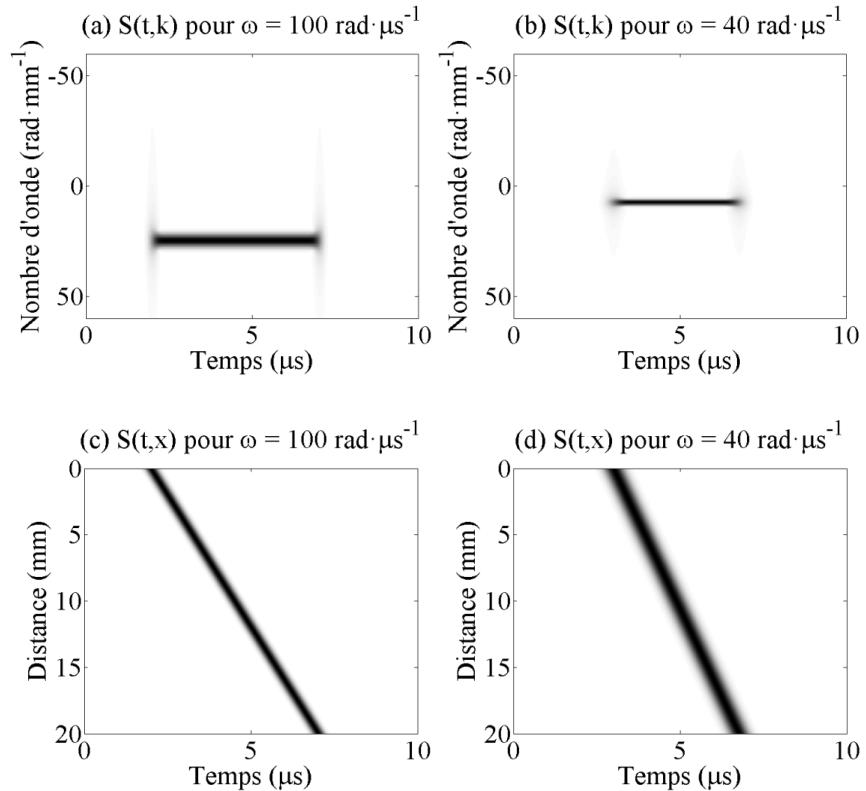


Figure B-5 : Les signaux  $S(t, k)$  et  $S(t, x)$  pour des fréquences sélectionnées.

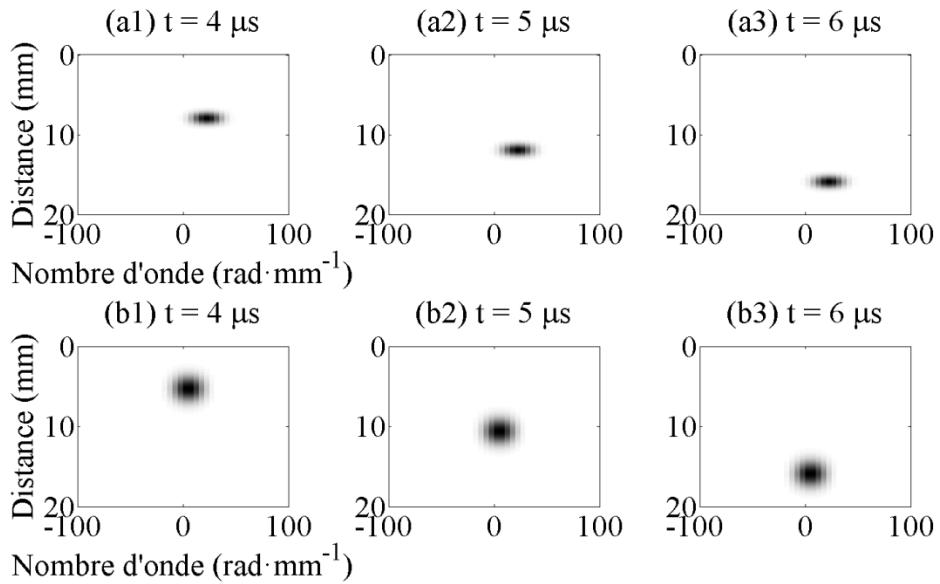


Figure B-6 : Les signaux  $S(t_i, x, \omega_0, k)$  en fonction du temps pour  $100 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$  (a1), (a2), (a3) et pour  $40 \text{ rad}\cdot\mu\text{s}^{-1}$  (b1), (b2), (b3).

### B.3 Transformée de Gabor 3D

En troisième lieu, nous simulons un signal 3D en temps et en espace de  $S(x, y, t)$ . Il consiste en deux ondes circulaires (I et II) qui sont générées simultanément sur deux points séparés et se propagent suivant toutes les directions. Tableau B-4 montre les caractéristiques de ces deux ondes simulées.

Signaux	Vitesse de phase avec $f = 0$	Point de départ
Onde I	$c_1 = 2929 \text{ m/s}$	$(x, y) = (0 \text{ mm}, 0 \text{ mm})$
Onde II	$c_2 = 4394 \text{ m/s}$	$(x, y) = (2,5 \text{ mm}, 2,5 \text{ mm})$

Tableau B-4 : Caractéristiques de deux ondes simulées I et II.

En temps		En espace	
durée totale	$2 \mu\text{s}$	distance totale en X ou Y	$10 \text{ mm}$
pas de temps	$20 \text{ ns}$	pas d'espace	$0,05 \text{ mm}$
nombre d'acquisition	100	nombre d'acquisition	200

Tableau B-5 : Détails de simulation 3D pour le temps et l'espace.

La Figure B-7 montre le schéma d'analyse de la transformée de Gabor 3D. Il commence par le signal original de  $S(x, y, t)$  et se termine par le signal analysé de  $G(x, y, t, kx, ky, \omega)$ . Les liens entre des signaux différents sont successivement: (1) la transformée de Fourier rapide (FFT ou Fast Fourier Transform) 1D en temps ; (2) la FFT 2D en espace ; (3) la transformée de Fourier rapide inverse (IFFT ou Inverse Fast Fourier Transform) 1D en fréquence ; (4) la transformée de Fourier à court terme (STFT ou Short-Time Fourier Transform) 1D en temps ; (5) l'IFFT 2D en nombre d'onde ; (6) la STFT 2D en espace.

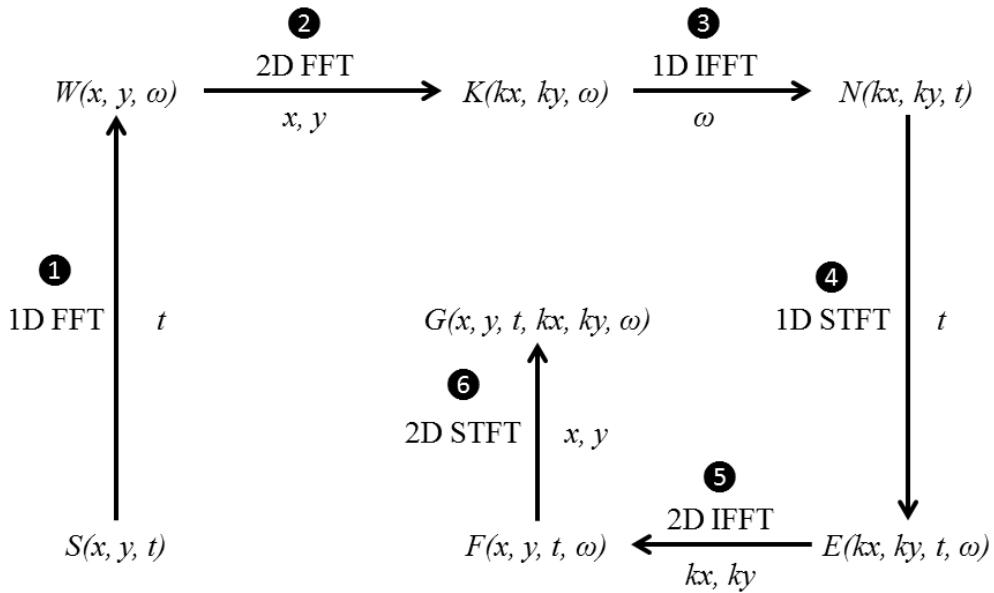


Figure B-7 : Le schéma d'analyse de la transformée de Gabor 3D.

La Figure B-8 présente ce signal simulé de  $S(x, y, t)$  entre  $t = 0,2 \mu\text{s}$  et  $t = 0,7 \mu\text{s}$ . Nous pouvons constater qu'il consiste plusieurs ondes sphériques dont les fronts d'onde sont des sphères. Ces ondes peuvent simuler les environnements réels de la source lumineuse ponctuelle ou le jet de pierre dans l'eau. La solution  $S$  de la propagation de l'onde est exprimée dans l'équation (B-6) avec la distance à l'origine  $r$ , le temps  $t$ , le nombre d'onde  $k$ , la pulsation  $\omega$ , et une constante  $S_0$ .

$$\begin{cases} S(r, t) = \frac{S_0}{r} e^{j(kr - \omega t)} & \text{si } t > 0 \\ S(r, t) = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{B-6})$$

Puisque le spectre d'un point n'est pas suffisant pour montrer la relation entre le domaine

temporel et spatial. Ainsi, une analyse multidimensionnelle est nécessaire. Ensuite, une analyse complète de la transformée de Gabor 3D sur le signal simulé  $S(x, y, t)$  est réalisée.

La Figure B-9 montre le signal de  $W(x, y, \omega)$ . Les deux ondes I et II sont toujours affichées. Lorsque les fréquences augmentent ( $f = 2$  MHz, 7 MHz et 12 MHz), la longueur de l'onde diminuent.

La Figure B-10 montre le signal de  $K(kx, ky, \omega)$ . Nous pouvons constater qu'il existe principalement deux nombres d'ondes différentes qui augmentent avec la croissance de fréquence.

La Figure B-11 montre le signal de  $N(kx, ky, t)$  qui présente les changements des nombres d'ondes dans le temps.

La Figure B-12 montre les signaux  $E(kx, ky, t, \omega)$  avec la fréquence correspondante ( $f_I = 12,5$  MHz) après la 1D STFT. Nous pouvons donc choisir n'importe quelle fréquence dans le domaine du nombre de l'onde.

La Figure B-13 montre les signaux  $F(x, y, t, \omega)$  qui est la 2D IFFT sur les signaux  $E(kx, ky, t, \omega)$  avec la fréquence correspondante ( $f_I = 12,5$  MHz). Pour le moment, nous pouvons séparer les ondes différentes si les fréquences d'onde sont différentes et constater les prorogations des ondes avec des fréquences différentes.

Enfin, la dernière transformée de la STFT 2D en espace pour obtenir les signaux  $G(x, y, t, kx, ky, \omega)$  est prise en compte sur la Figure B-14. Pour la fréquence choisie et l'instant intéressant, nous pouvons obtenir les propagations des ondes et aussi indiquer clairement les directions de propagations par les flèches en couleur bleu, qui sont liées aux nombres d'ondes  $kx$  et  $ky$ .

En global, nous avons vu que la transformée de Gabor 3D peut introduire les signaux dans les domaines différents qui sont vraiment intéressants pour les analyses multidimensionnelles. Cette méthode peut être utilisée dans la partie pour étudier et caractériser le capteur TSM à partir des mesures par le vibromètre laser.

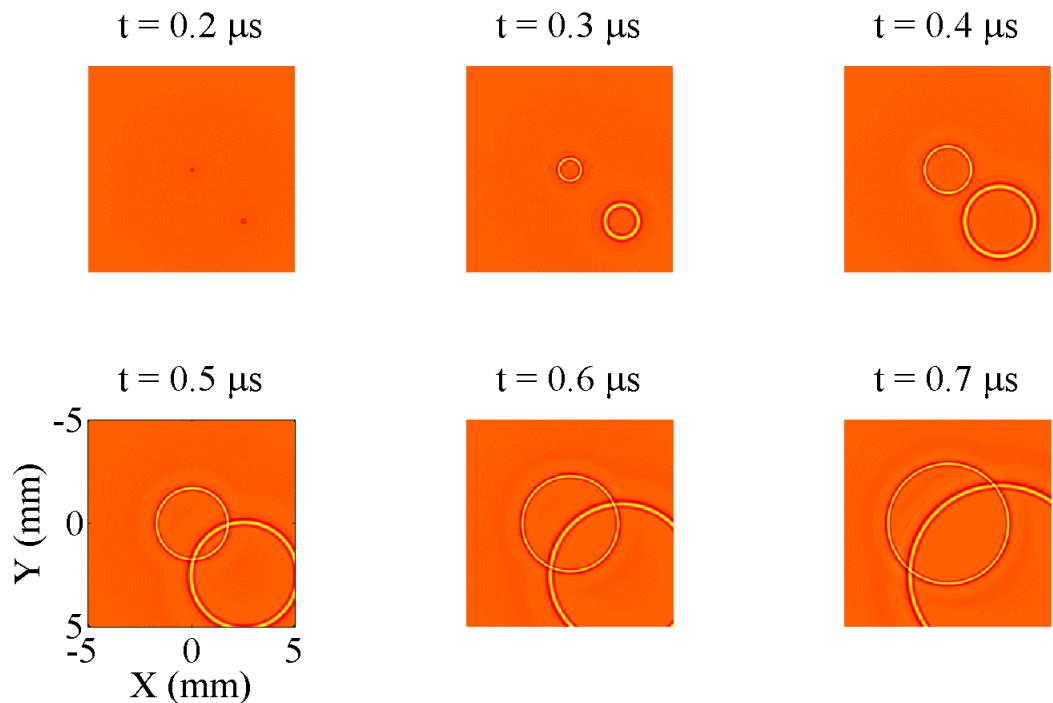


Figure B-8 : Le signal simulé en 3D de  $S(x, y, t)$ .

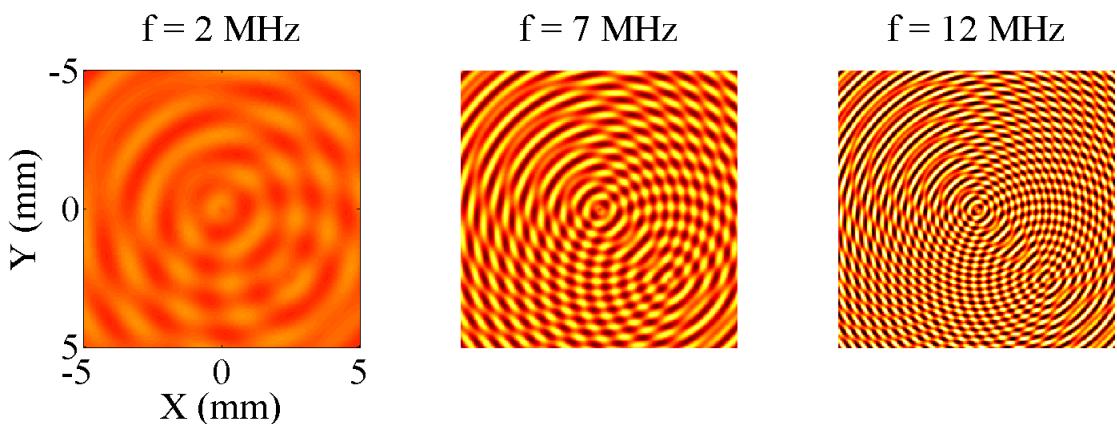


Figure B-9 : Le signal  $W(x, y, \omega)$  en fonction de fréquence.

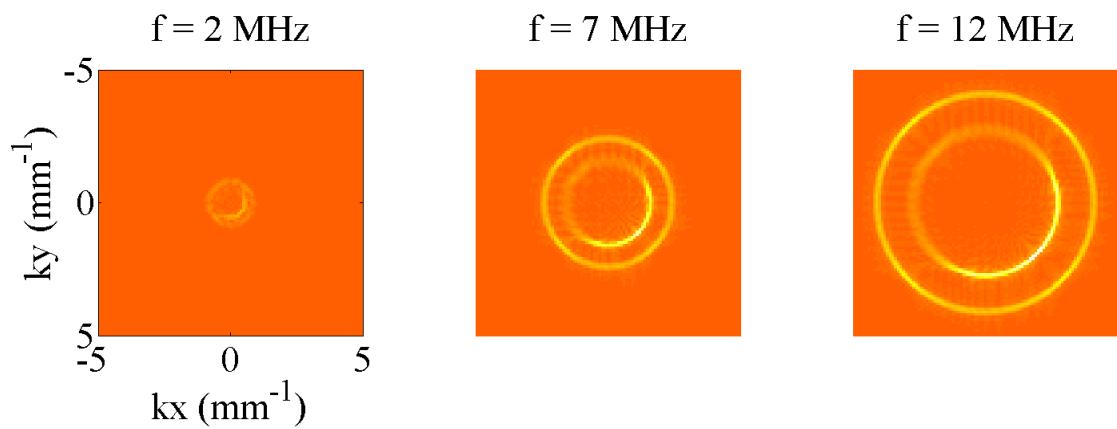


Figure B-10 : Le signal  $K(kx, ky, \omega)$  en fonction de fréquence.

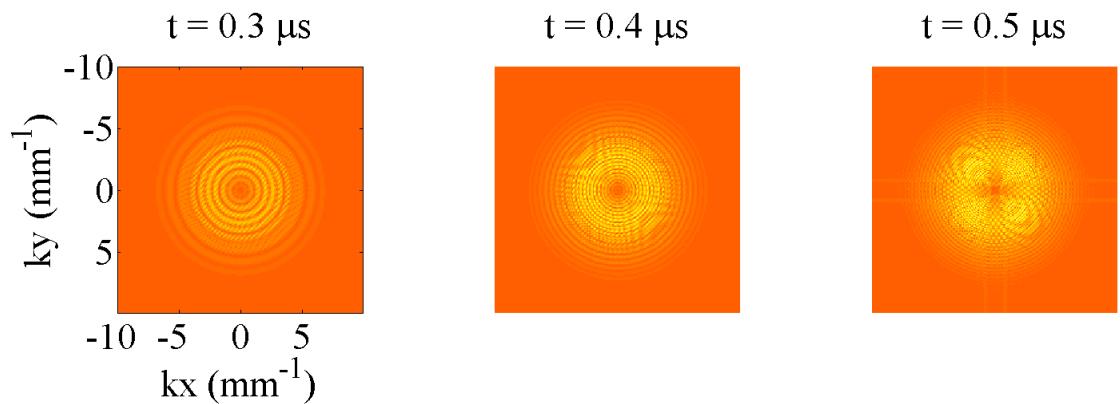


Figure B-11 : Le signal  $N(kx, ky, t)$  en fonction du temps.

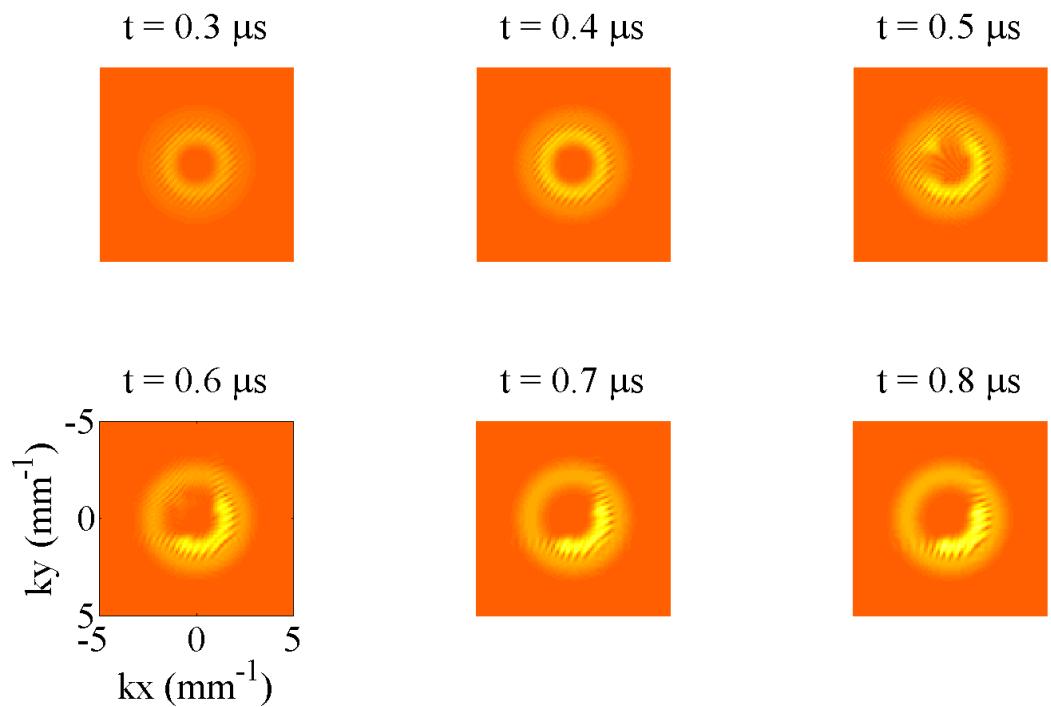


Figure B-12 : Le signal  $E(kx, ky, t, \omega_I)$  avec la fréquence  $f_I = 12,5 \text{ MHz}$  en fonction du temps.

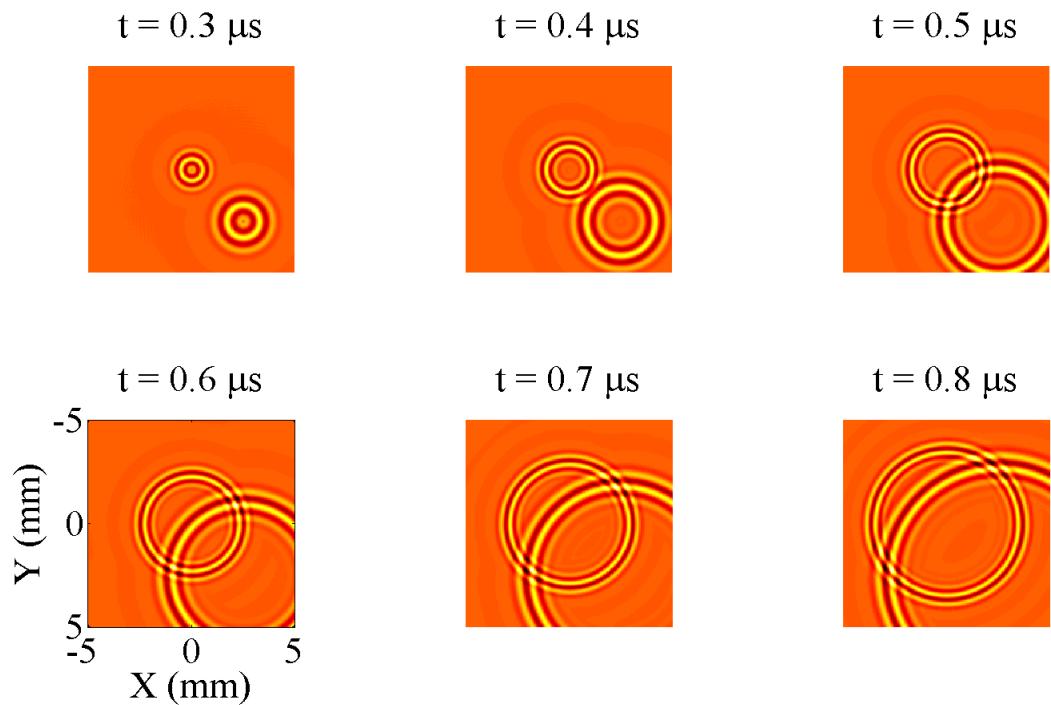


Figure B-13 : Le signal  $F(x, y, t, \omega_l)$  avec la fréquence  $f_l = 12,5 \text{ MHz}$  en fonction du temps.

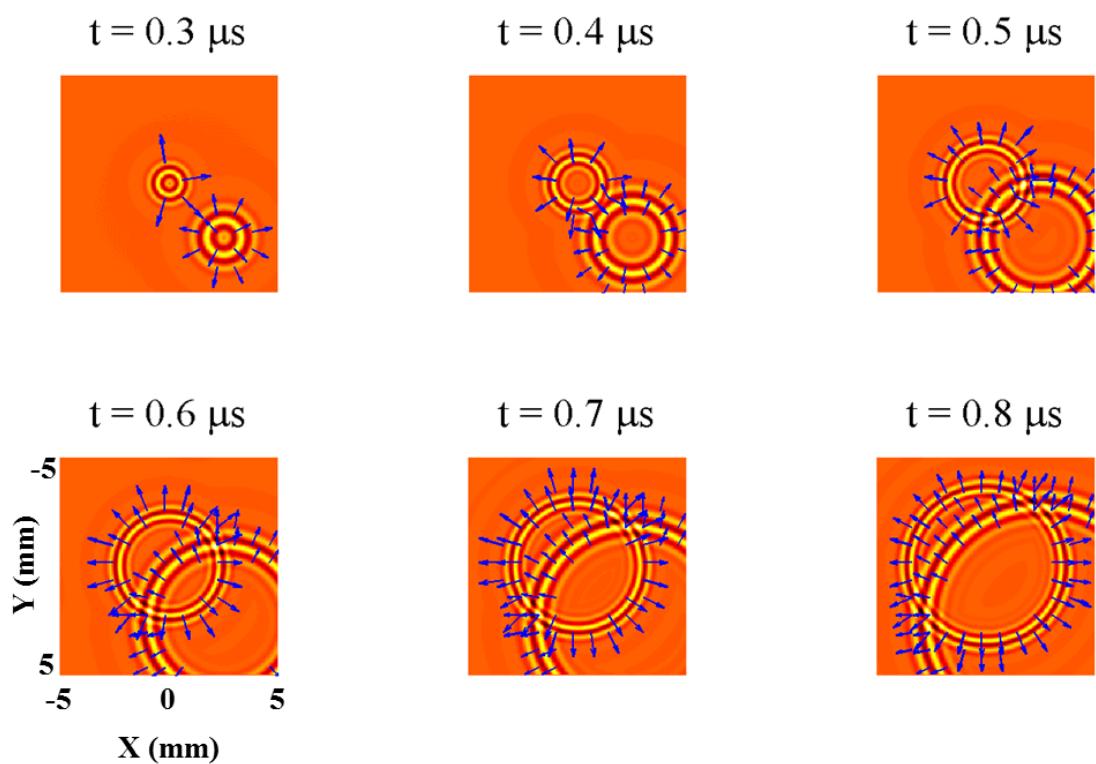


Figure B-14 : Le signal  $G(x, y, t, kx, ky, \omega)$  avec la fréquence  $f_l = 12,5 \text{ MHz}$  en fonction du temps.

## B.4 Simulation acoustique : sources réparties sur un anneau

Nous simulons ici un front d'onde plan qui est observé sur la détection optique de la vibration du transducteur TSMMA, alors que les électrodes sont circulaires.

Notre hypothèse est que le front plan peut être la somme de sources ponctuelles ( $S_i$ ) réparties sur un anneau. La loi de phase des sources ( $S_i$ ) autour de l'anneau pour reconstruire un front plan est que le retard spatial ( $L_i$ ) doit respecter la relation suivante :

$$L_i = -r_0 \cdot \cos(\Phi_i) \quad (\text{B-7})$$

avec la position angulaire de chaque source  $\Phi_i$  et le rayon de l'anneau  $r_0$ .

La Figure B-15 montre les résultats de simulation. Après la somme de sources ponctuelles ( $S_i$ ) sur un anneau, nous pouvons constater le front d'onde plan au milieu d'anneau. Tableau B-6 montre des paramètres et des valeurs de la simulation sur une zone carrée de 50 mm×50 mm.

Paramètres	Valeurs
Distance totale en X ou Y	50 mm
Pas en espace	0,1 mm
Nombre de simulation en espace	500
Rayon de l'anneau $r_0$	20 mm
Le nombre d'onde	500 m <sup>-1</sup>
La longueur d'onde	2 mm

Tableau B-6 : Paramètres et valeurs de la simulation.

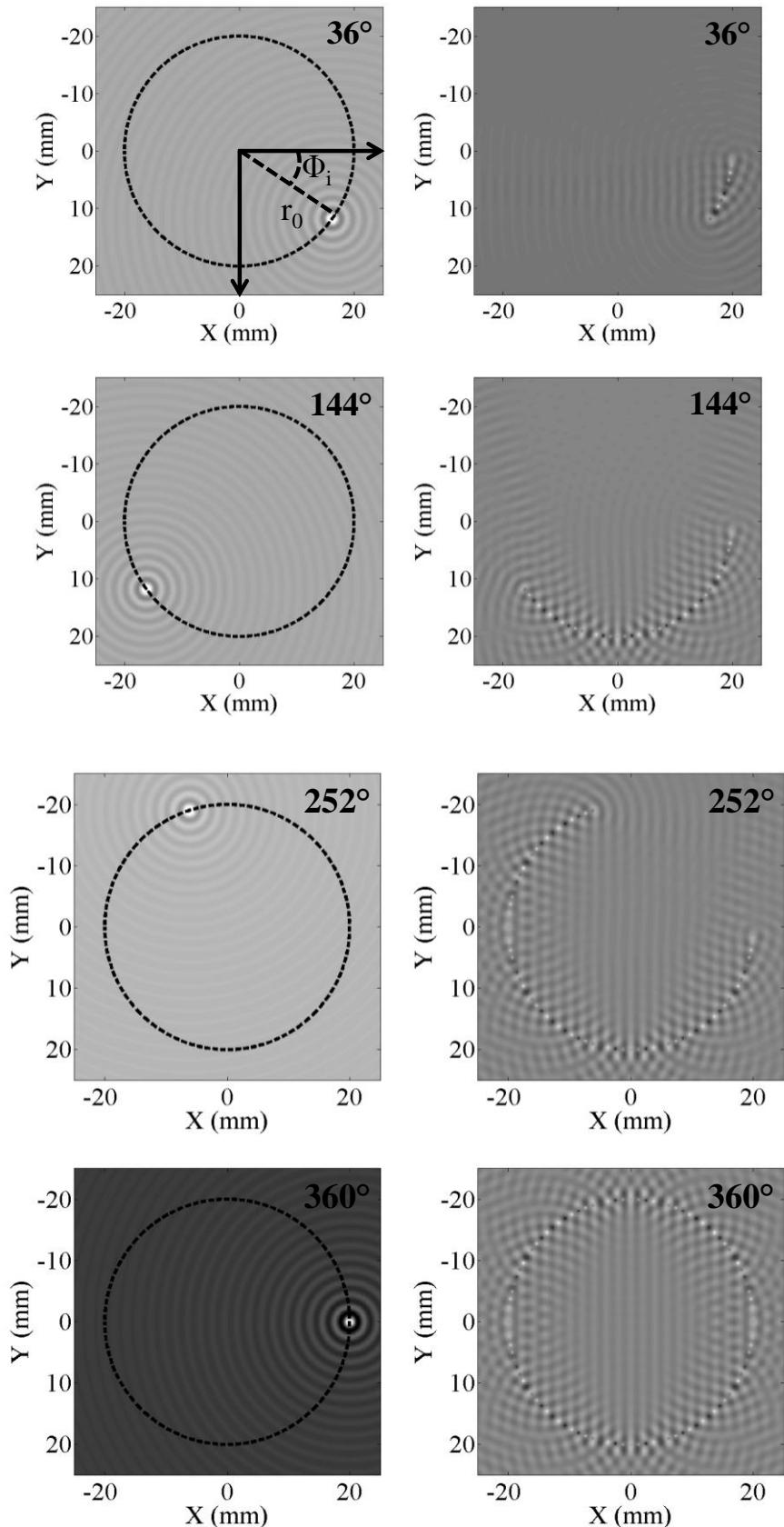


Figure B-15 : (a) Toutes les images à gauche sont les simulations des ondes acoustiques circulaires sur un anneau avec les sources ponctuelles ( $S_i$ ) réparties à certain angle ( $\Phi = 36^\circ, 144^\circ, 252^\circ$ , et  $360^\circ$ ). (b) Toutes les images à droite sont la somme de sources ponctuelles ( $S_i$ ) précédentes.

## B.5 Références

- [1] J. Max and L. Audaire, *Méthodes et techniques de traitement du signal et applications aux mesures physiques: Principes généraux et méthodes classiques*. Paris: Masson, 1985, p. 354.
- [2] R. Blackman and J. Tukey, *The measurement of power spectra*. New York: Dover Publications, 1958, p. 190.

## Sommaire

C.1	PREPARATION DES SUBSTRATS .....	176
C.2	DEPOT DE METAL PAR EVAPORATION.....	177
C.3	DEPOT D'UNE COUCHE DE RESINE.....	178
C.4	IMPRESSION DES MOTIFS .....	178
C.5	GRAVURE HUMIDE .....	179

Cette annexe a pour but d'expliquer la procédure mise en œuvre pour concevoir les transducteurs présentés dans ce manuscrit.

Le protocole consiste en plusieurs étapes chronologiques :

- Préparation des substrats,
- Dépôts de métal par évaporation,
- Dépôt d'une couche de résine,
- Impression des motifs,
- Gravure humide.

Les parties suivantes détaillent chacune de ces étapes.

## C.1 Préparation des substrats

La première étape consiste à préparer la surface des substrats de quartz piézoélectriques par nettoyage en utilisant les procédés physique et chimique et plasma air. Cette phase est très importante pour l'adhésion des couches métalliques.

Les produits utilisés ici sont :

- Solvants : acétone, éthanol, isopropanol.
- Déturgent : Hellmanex.
- Bac à ultrasons (ref CREST).

Le processus physique à suivre est décrit dans le tableau suivant :

1	Préparer un bécher contenant une solution d'Hellmanex dilué à 2% dans de l'eau distillée.
2	Remplir le bac à ultrasons d'eau pure.
3	Introduire le bécher dans le bac à ultrasons et y insérer les wafers à nettoyer.
4	Démarrer les ultrasons pour un traitement de 60 min à 60°C.
5	Rincer les wafers à l'eau distillée.
6	Sécher les wafers à l'air comprimé

Le procédé chimique est alors :

1	Tremper les wafers dans l'acétone pendant 1 min.
2	Tremper les wafers dans l'éthanol pendant 1 min.
3	Tremper les wafers dans l'isopropanol pendant 1 min.
4	Rincer les wafers à l'eau distillée.
5	Sécher les wafers avec de l'air comprimé.

Le dernier procédé (Plasma air) est :

1	Mettre les échantillons dans le bâti.
2	Faire le vide pendant 30 sec.
3	Mettre le plasma en marche.

## C.2 Dépôt de métal par évaporation

La deuxième étape de la méthode de dépôt par évaporation consiste à chauffer par effet Joule un métal, qui, vaporisé, va se déposer sur le substrat.

Les matériels pour le dépôt de métal sont :

- Substrats préalablement préparés.
- Lingot de métal de Ti et d'Au.
- Bâti d'évaporation PLASSYS ME300.



Figure C-1 : Bâti d'évaporation (à gauche) et panneau de contrôle de la machine (à droite).

Le protocole expérimental est présenté ci-dessous :

1	Après avoir nettoyé les wafers, déposer les substrats sur le couvercle du bâti d'évaporation grâce aux pinces de maintiens.
2	Une fois les wafers installés, il faut préparer le creuset et la matière à évaporer, Titane pur et or pur (99.8%).
3	Une fois cette étape réalisée, remettre le couvercle sur le bâti, et lancer le processus de pompage. Pour avoir une évaporation optimale, laisser pomper jusqu'à obtenir une pression dans l'enceinte de minimum $5 \times 10^{-7}$ mbar.
4	A pression suffisante, vérifier les paramètres d'évaporation (densité du métal à évaporer, épaisseur consigne) (voir la Figure C-1).
5	Choisir la source du courant (S1 pour l'or et S2 pour le titane).
6	Appuyer sur HI. Pour le titane aller jusqu'au environ de 270 A et pour l'or aller jusqu'à 200 A.
7	A pression ambiante sortir les échantillons du bâti et les entreposer dans des boites en attendant le procédé de photolithographie.

### C.3 Dépôt d'une couche de résine

La troisième étape sert à mettre en place la couche mince de résine servant à la création des pistes des microcapteurs pendant le procédé de photolithographie. Les matériels utilisés sont la résine positive S1818 et la tournette.

Le protocole expérimental est montré ci-dessous :

1	Disposer le wafer métallisé sur le support tournant.
2	Choisir le programme de rotation à effectuer pour la fabrication de la couche de résine. Pour réaliser une couche de 2 $\mu\text{m}$ d'épaisseur de résine à la surface du wafer, il faudra donc choisir les conditions d'expérimentation suivante : Vitesse = $4000 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$ , Accélération = $500 \text{ tr} \cdot \text{s}^{-1}$ , Temps = 30 sec.
3	Déposer de la résine à l'aide d'une pipette au centre du wafer.
4	Lancer le programme de rotation.
5	Effectuer un post-bake à $115^\circ\text{C}$ pendant 1 min pour «cuire» la résine déposée.

### C.4 Impression des motifs

La quatrième étape permet d'imprimer les motifs sur la couche métallique. Les matériels

utilisés ici sont la photolithographie, le masque, la résine S1818 et le développeur.

Le protocole expérimental est montré ci-dessous :

1	Installer le masque.
2	Installer le substrat.
3	Choisir les paramètres.
4	Exposer.
5	Récupérer le substrat.
6	Préparer un bêcher de développer de S1818.
7	Mettre le substrat sur une pince plastique.
8	Tremper 45 sec dans la solution de développer.

## C.5 Gravure Humide

La cinquième étape permet enfin de graver les motifs des électrodes. Les matériaux utilisés ici sont la solution de gravure pour le titane, la solution de gravure pour l'or et le Remover S1818.

Le protocole expérimental est montré ci-dessous :

1	Tremper 30 sec dans la solution de gravure de l'or.
2	Tremper dans la solution de rinçage.
3	Tremper 45 sec dans la solution de gravure du titane.
4	Tremper dans la solution de rinçage.
5	Tremper dans la solution de Remover S1818.
6	Tremper dans la solution de rinçage.
7	Sécher.



# Liste des publications

## • Publications dans une revue :

- [1] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, S. Serfaty, L. Martinez, B. Roucaries, J.-Y. Le Huérou, "New RF EMUS Transducer for Complex Fluid Characterization," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol.49, no.1, pp.132-135, Jan. 2013.
- [2] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, S. Serfaty, L. Martinez, J.-Y. Le Huérou, "Thickness shear mode magneto-acoustic sensor for high frequency viscometry," *Sensors and Actuators A: Physical*, Article soumis.
- [3] E. Vourc'h, **Y. Wang**, P.-Y. Joubert, A. Couderette, L. Cima, "Neel Effect current sensor featuring double core toroidal topology," *Electronics Letters*, vol.48, no.22, pp.1412-1414, Oct. 2012.
- [4] E. Vourc'h, **Y. Wang**, P.-Y. Joubert, B. Revol, A. Couderette, L. Cima, "Neel Effect Toroidal Current Sensor," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol.49, no.1, pp.81-84, Jan. 2013.

## • Communications dans des congrès avec actes :

- [5] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, L. Martinez, S. Serfaty, "Electrodes geometry and surface waves generation on a quartz disk: experimental study," *11th French Congress of Acoustics (CFA 2012)*, Nantes, France, Apr. 13-17, 2012.
- [6] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, S. Serfaty, L. Martinez, B. Roucaries, J.-Y. Le Huérou, "New RF EMAT for complex fluid characterization," *9th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators (EMSA 2012)*, Prague, Czech Republic, Jul. 1-4, 2012.
- [7] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, L. Martinez, S. Serfaty, "Etude du Comportement Acoustique d'un Transducteur EMUS Excité Sans Contact," *12th French Congress of Acoustics (CFA 2014)*, Poitiers, France, Apr. 22-25, 2014.

## • Communications dans des congrès sans actes :

- [8] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, L. Martinez, S. Serfaty, "Interactions of a fluid droplet with surface waves inductively generated," *IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS 2012)*, Dresden, Germany, Oct. 7-10, 2012.
- [9] **Y. Wang**, N. Wilkie-Chancellor, L. Martinez, B. Roucaries, S. Serfaty, "Fluid droplet monitoring using surface waves inductively generated by RF EMUS transducer," *Piezo 2013 Conference*, Les Arcs, France, Mar. 17-20, 2013.

## **RESUME (Développement d'un capteur magnéto acoustique on-chip pour la caractérisation des matériaux complexes)**

Les ondes acoustiques et électromagnétiques offrent des méthodes de caractérisation des matériaux très peu invasives. Souvent utilisées à l'aide de capteurs indépendants, l'approche développée ici est de proposer un résonateur multimodal acoustique et électromagnétique. Afin de répondre à une grande variété d'applications, le choix de l'élément actif piézo-électrique s'est porté sur un disque de quartz de coupe AT. L'étude s'articule autour des étapes aboutissant in fine à un capteur magnéto acoustique on-chip à excitation sans contact.

L'étude théorique d'un capteur magnéto-acoustique à excitation inductive est tout d'abord réalisée pour un capteur chargé par un fluide visqueux. Ce capteur est constitué de trois éléments : une sonde radiofréquence (RF), un résonateur RF à fort facteur de qualité et le quartz sur lequel ont été déposées deux électrodes en anneau. Cette étude montre comment déduire la viscosité complexe du matériau étudié à partir de l'impédance électrique du système complet. Les mesures effectuées sur des mélanges étalons montrent une très bonne correspondance avec les résultats théoriques.

L'intégration du résonateur RF sur l'élément piézo-électrique s'effectuant via des électrodes circulaires, une étude préliminaire est menée sur les ondes acoustiques pouvant être générées sur le quartz et leur interaction avec les électrodes. Les mesures de vibration par vibrométrie laser montrent que des ondes de Lamb sont générées dans une large gamme de fréquence (de 100 kHz à 20 MHz). L'analyse de la réponse impulsionnelle spatiale par transformée de Gabor 3D localise la source de ces ondes sur le bord des électrodes. Par ailleurs, l'étude du disque au fondamental montre une grande non-linéarité mécanique du quartz.

Le modèle de résonateur RF plan multi-tour puis son intégration sur le disque de quartz du capteur magnéto-acoustique on-chip sont ensuite étudiés. Les résultats expérimentaux par mesure d'impédance et vibrométrie laser valident le modèle. La gamme de fréquence sélectionnée (entre 5 et 20 MHz) permet d'envisager des mesures micro-rhéologiques.

**Mots clés :** Capteur ultrasonore, Viscoélasticité, Caractérisation des matériaux complexes, Contrôle par induction RF, Vibrométrie laser, Capteur magnéto-acoustique à ondes de cisaillement

## **ABSTRACT (Magneto-acoustic on-chip sensor design for the characterization of complex materials)**

Acoustic and electromagnetic waves are key probing candidates for characterizing their propagation media with minimum perturbation. Often used with independent sensors based on specialized transducing materials, the approach developed here provides an on-ship multimodal sensor using the same sensing material for probing the acoustic and electromagnetic properties of the material. To meet a wide range of applications, the choice of the active piezoelectric element is carried out on an AT cut quartz. The study focuses on the steps leading in fine to an on-chip magneto-acoustic sensor with a contactless excitation.

The theoretical study of a magneto-acoustic sensor inductively excited and loaded by a viscous fluid is first carried out. This sensor consists of three elements: a radio frequency (RF) sensor, a high quality factor RF resonator and a quartz on which two ring electrodes have been deposited. The complex viscosity of the studied material is derived from the electrical impedance of the complete system. The measurements carried on etalon viscoelastic materials show a good agreement with the theoretical results.

The integration of the RF resonator on the piezoelectric element being via circular electrodes, a preliminary study is performed for determining the acoustic waves that can be generated in the quartz and their interaction with the electrodes. The laser vibrometry measurements indicate that Lamb waves are generated in a wide frequency range, from 100 kHz to 20 MHz. The analysis of the spatial pulse response of the sensor surface by 3D Gabor transform locates the source of these waves on the edge of the electrodes. Furthermore, the study of the disk at its fundamental frequency points out the high nonlinear mechanical behavior of the quartz.

The plane RF multi-turn resonator and its integration on the quartz disk of the magneto-acoustic on-chip sensor are then studied. The experimental results of impedance and laser vibrometry measurements validate the proposed theoretical model. The selected frequency range (between 5 and 20 MHz) allows one to consider micro rheological measurements.

**Key words :** Ultrasonic transducer, Viscoelasticity, Complex material characterization, Remotely control by RF induction, Laser vibrometry, Thickness Shear Mode Magneto-Acoustic (TSMMA) sensor