



Development of a high temperature surface acoustic wave pressure sensor based on piezoelectric fresnoite glass-ceramics

Florian DUPLA

Défense de thèse externe

Sous la supervision de : Prof. Maurice GONON

Partenaires



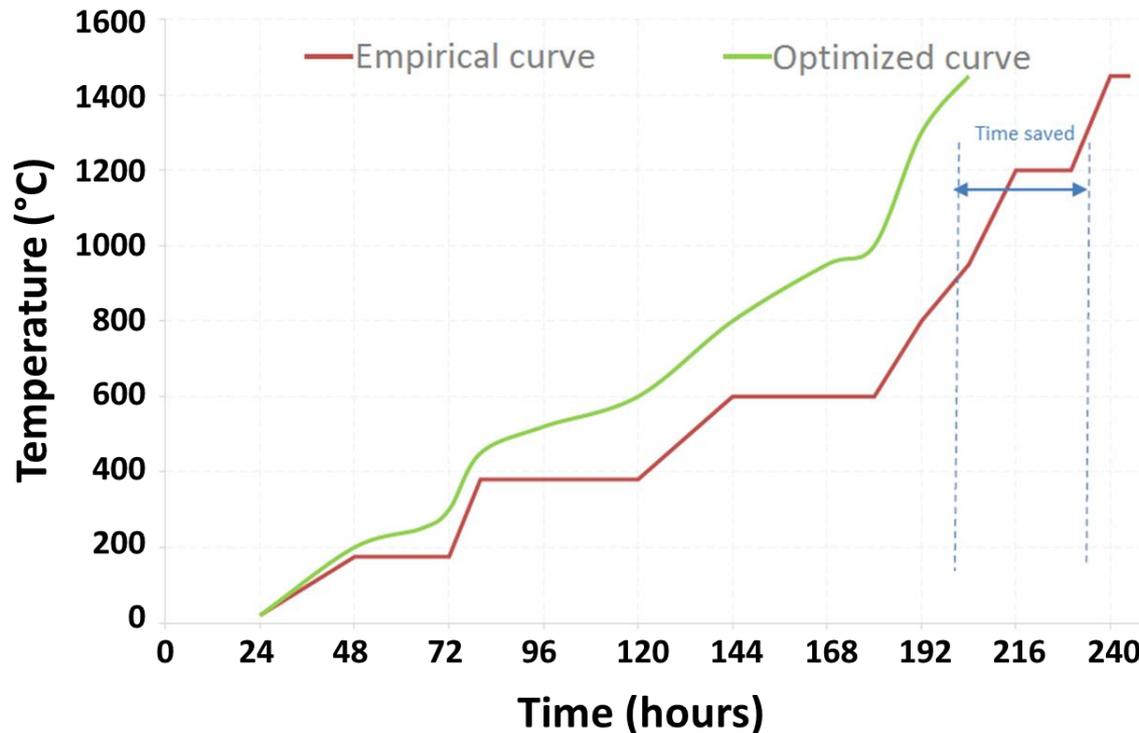
Contexte

Monitoring in situ du séchage de bétons réfractaires → Projet CUBISM

- Eau pour mise en forme et durcissement
- Procédé empirique et long (> 10 jours)
- Haute température : > 1000°C
- Problèmes sous 600°C : Humidité & Pression



Explosion d'un bloc de béton



Buts

- Capteurs de pression & humidité
- Empêcher les fissures et les explosions
- Réduire temps de séchage

→ Réduction des coûts

Sommaire

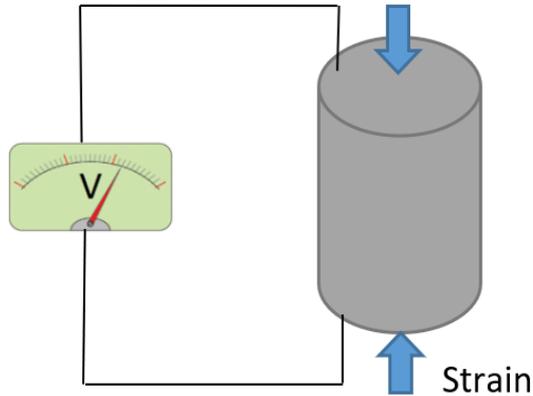
- Etat de l'art
 - Piézoélectricité
 - Capteurs SAW (Surface Acoustic Wave)
 - Vitrocéramiques
 - Fresnoite

- Résultats
 - Caractérisations à haute température
 - Développement et test d'un dispositif SAW
 - Développement et test d'un capteur de pression SAW

- Conclusions et perspectives

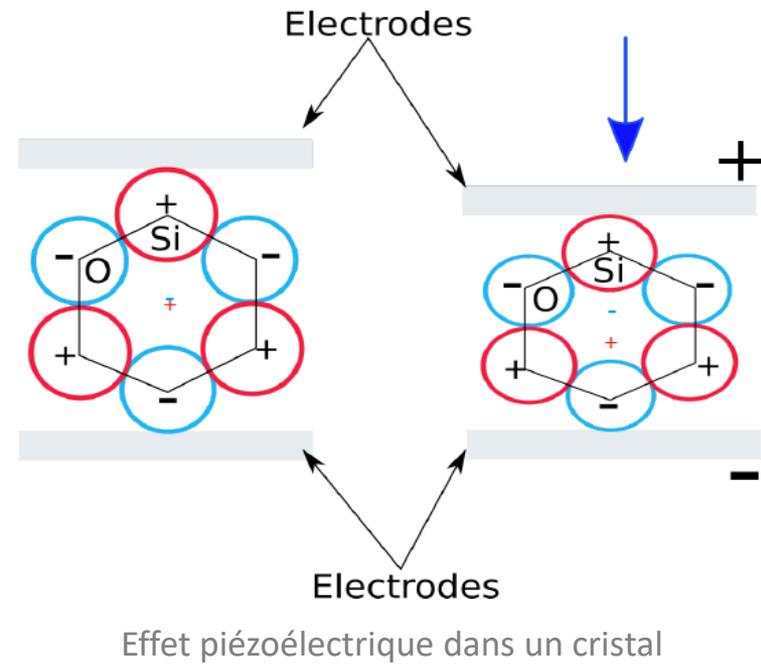
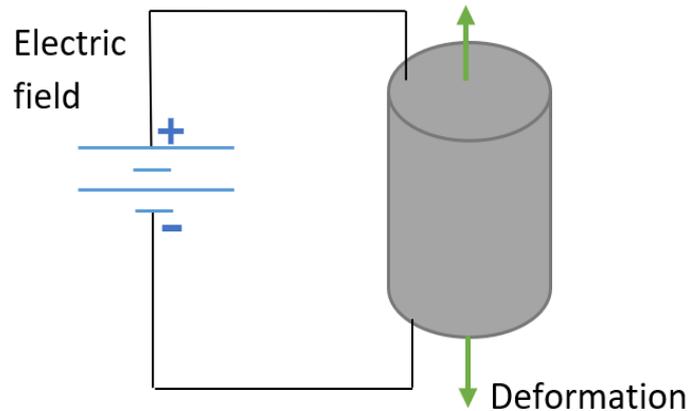
La piézoélectricité

Effet direct



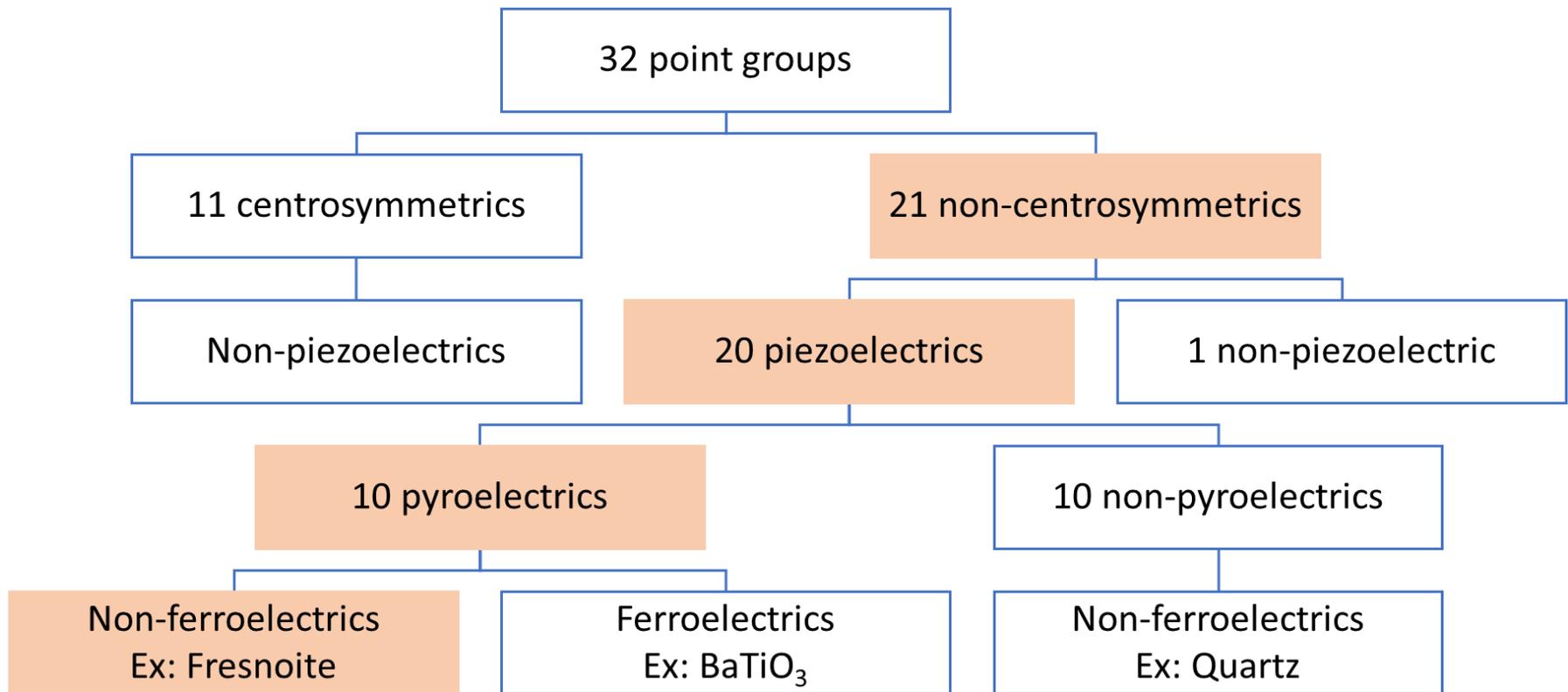
- Sollicitation mécanique \leftrightarrow sollicitation électrique
- Cristal : modification barycentres des charges

Effet indirect



La piézoélectricité

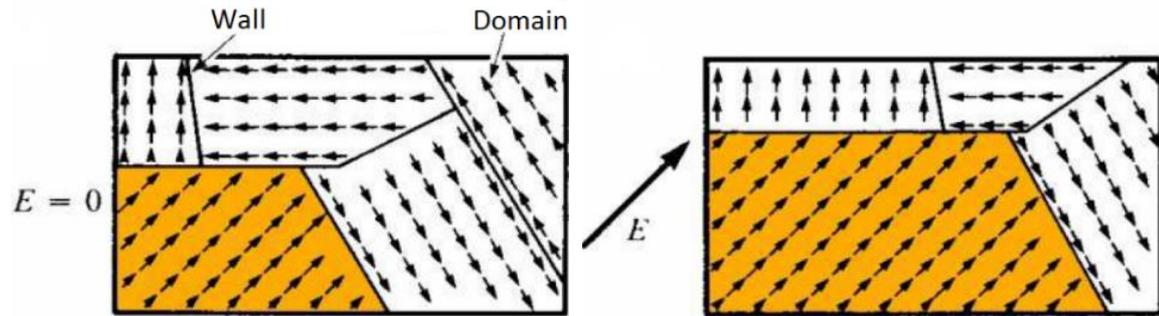
- 32 groupes ponctuels de symétrie
- Pyroélectricité : Influence de la température sur la polarisation électrique



La piézoélectricité

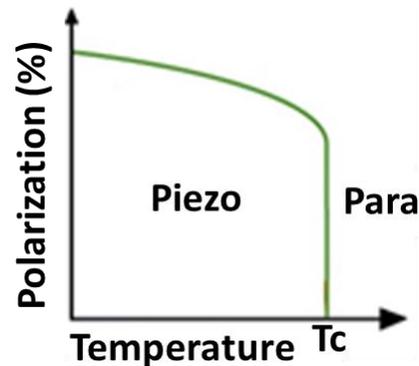
Ferroélectriques :

- Domaines de polarisation
- Orientation des dipôles après synthèse

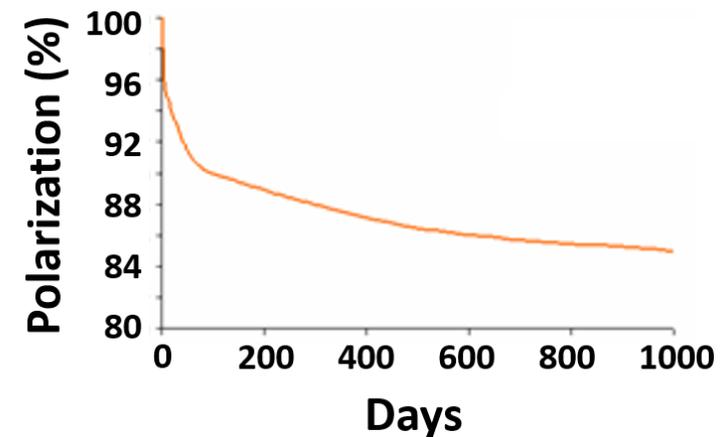


Défauts :

- Dépolarisation dans le temps et température
- Température de Curie



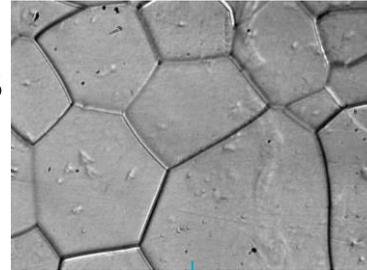
Température de Curie d'un piézo



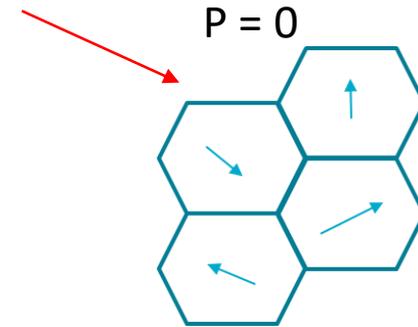
Dépolarisation dans le temps

La piézoélectricité

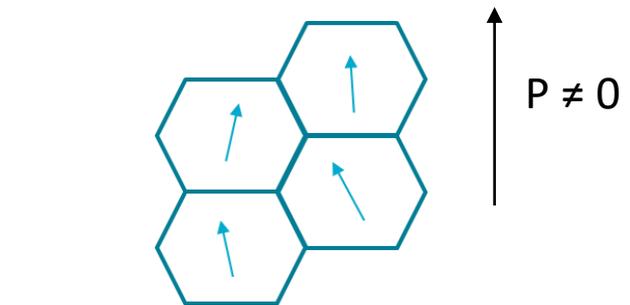
Polycristaux
ferroélectriques



Polycristaux
non-ferroélectriques

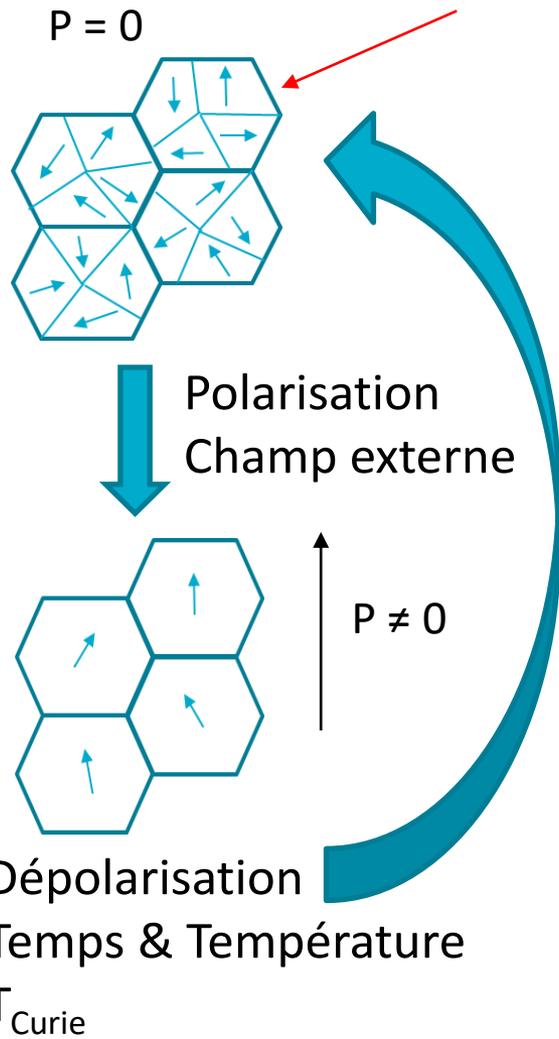


Orientation aléatoire des cristallites



Texturation
→ Orientation préférentielle
des cristaux

→ Complexe par voie céramique classique



La piézoélectricité

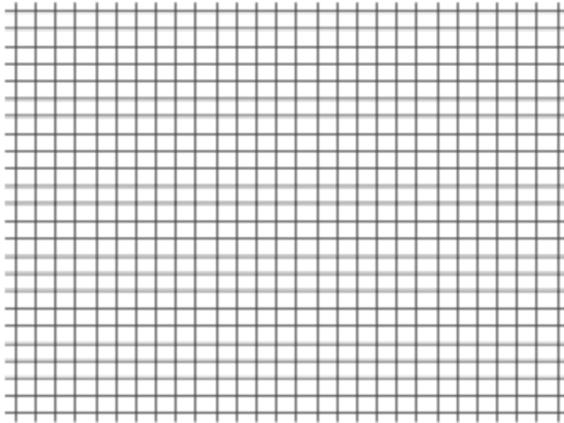
- Matériau piézoélectriques HT existants

Material	d_{eff} (pC/N)	T_{Curie} (°C)	T_{max} (°C)	Forme
Quartz	2.3	573	300	Monocristal
LiNbO3	21	1150	350	Monocristal
Aurivillius	18.4	750-950	> 500	Polycristal
GaPO4	4.5	N/A	950	Monocristal
Langasite	3.2	N/A	900	Monocristal
ReCOB	15.8	N/A	1000	Monocristal
Melilite	14.5	N/A	600	Monocristal

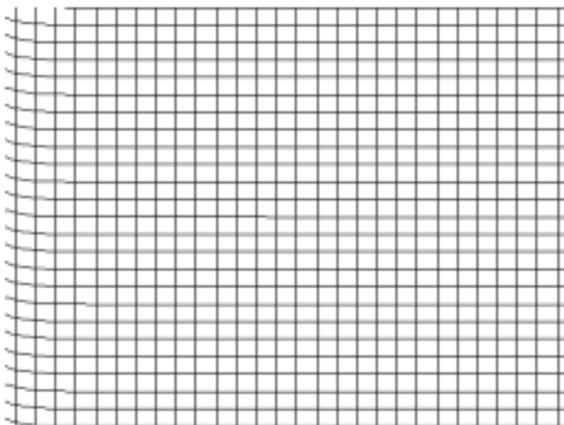
→ Nombreux monocristaux : coût élevé

Les capteurs SAW (surface acoustic waves)

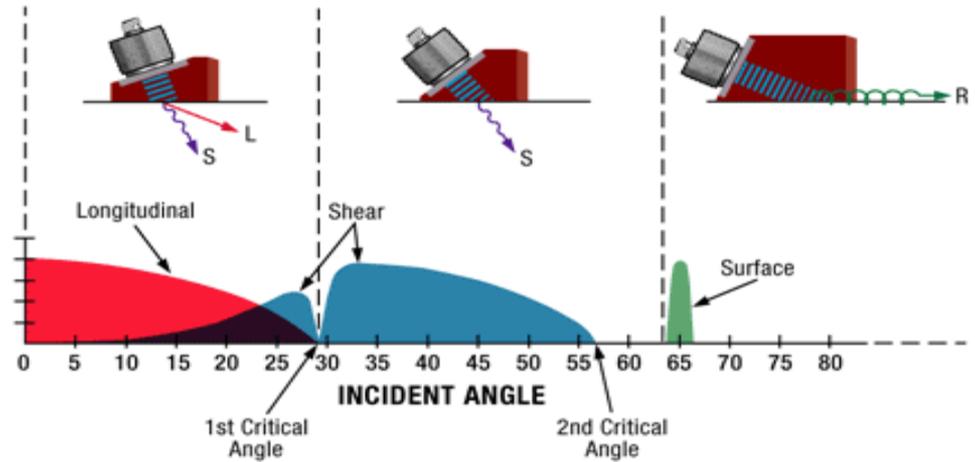
Longitudinale



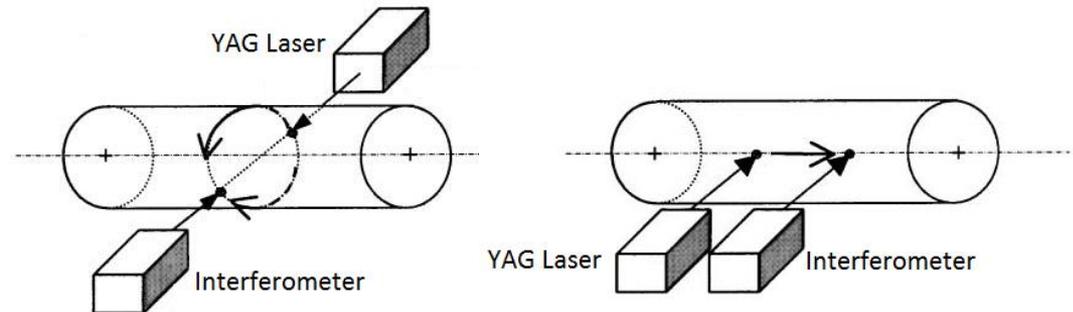
Transversale



- SAW : longitudinales + transversales
- Générer des ondes SAW



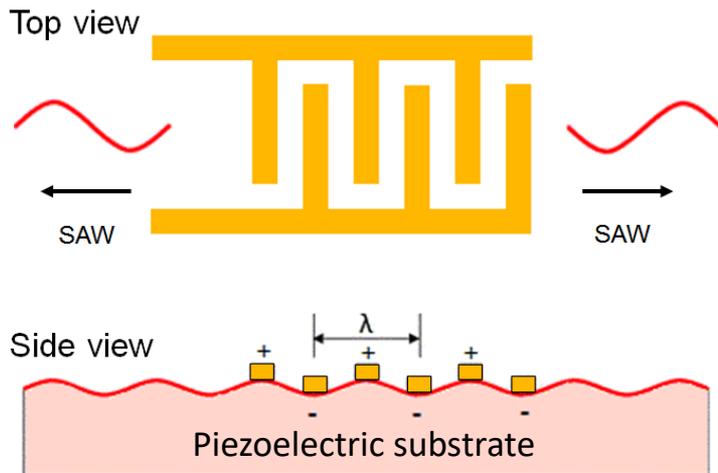
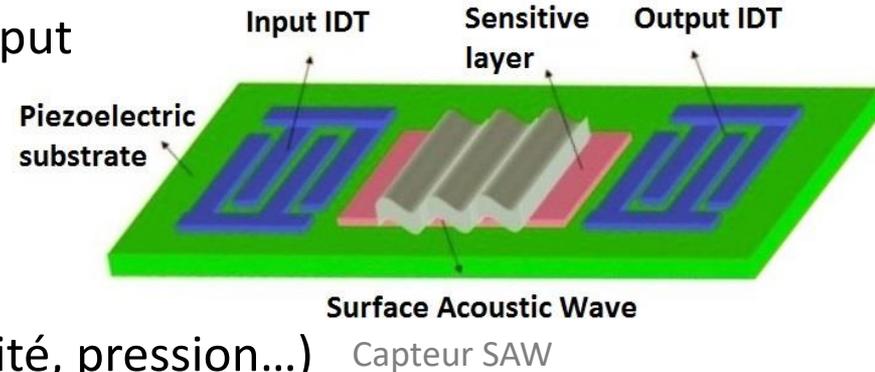
Transducteur à coin



Laser pulsé

Les capteurs SAW (surface acoustic waves)

- Substrat piézoélectrique
- Transducteurs interdigités (IDT) input & output
 - Signal sinusoïdal
 - Polarisation opposée entre 2 doigts adjacents
 - Changement de polarité : SAW
- Zone sensible entre input et output (humidité, pression...)

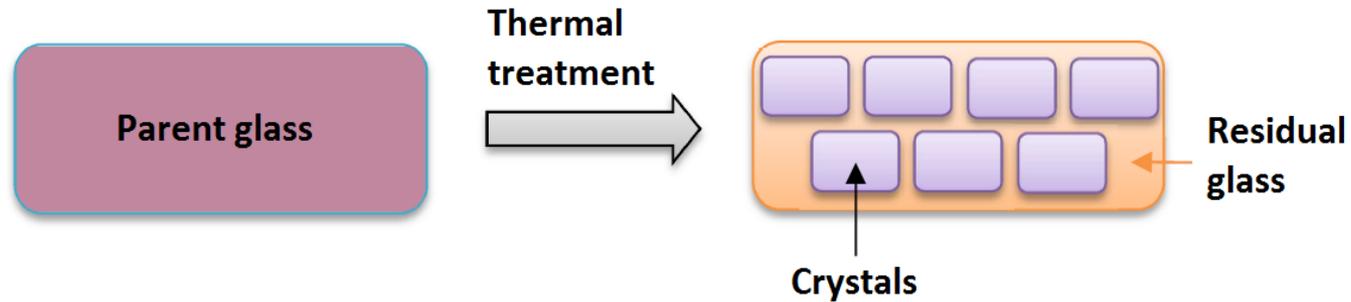


Création de SAW par une IDT

Exigences

- Capteur à bas coût (lissé in situ)
- Résistant jusqu'à 600°C
 - Pas de perte de piézoélectricité
 - Maintien thermomécanique

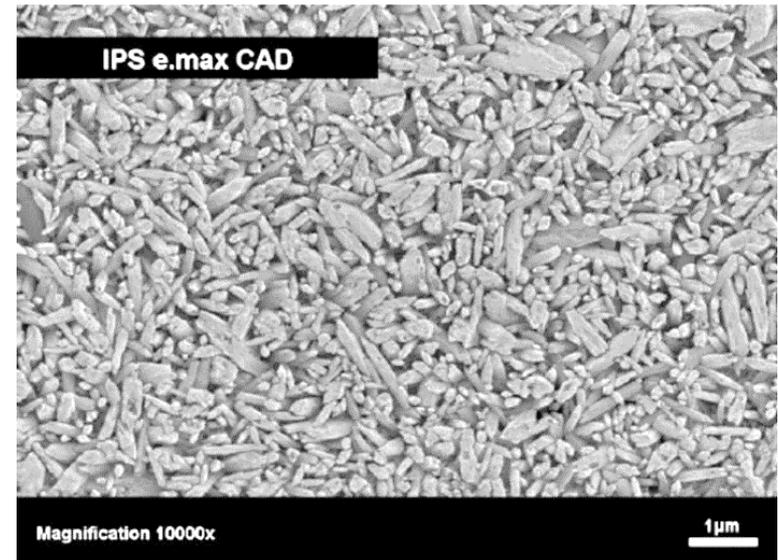
Les vitrocéramiques



Synthèse d'une vitrocéramique à partir d'un verre parent

Synthèse d'une vitrocéramique :

- Mélange d'oxydes
- Fusion d'un verre parent
- Traitement thermique de cristallisation
- Matériau composite
 - Cristaux + Verre résiduel

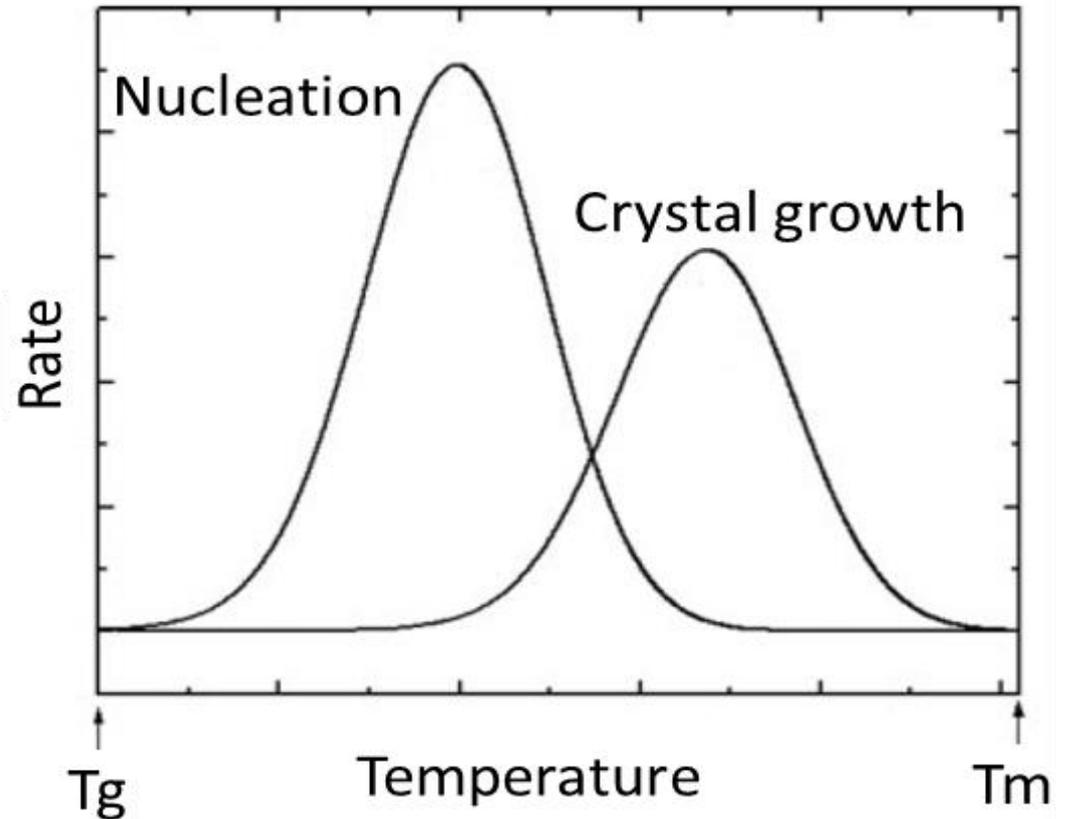


Exemple de microstructure cristaux + VR

Les vitrocéramiques

Cristallisation :

- Etape de nucléation
 - Germination des nucléi
- Etape de cristallisation
 - Croissance cristalline
- Températures optimales

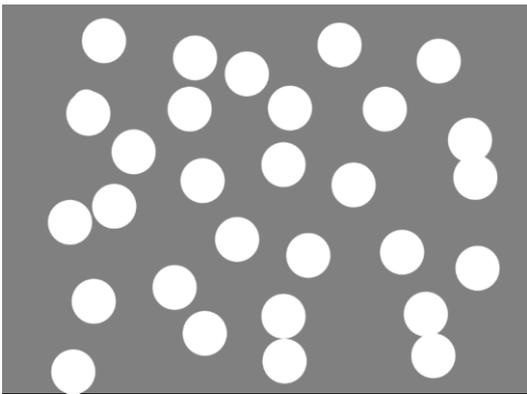


Taux de nucléation et de cristallisation

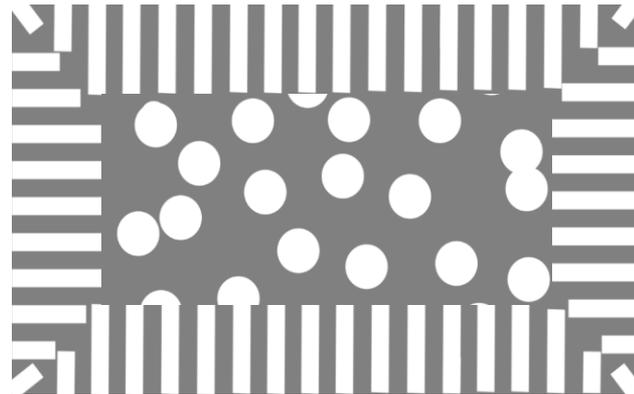
Les vitrocéramiques

Différentes nucléations et cristallisations :

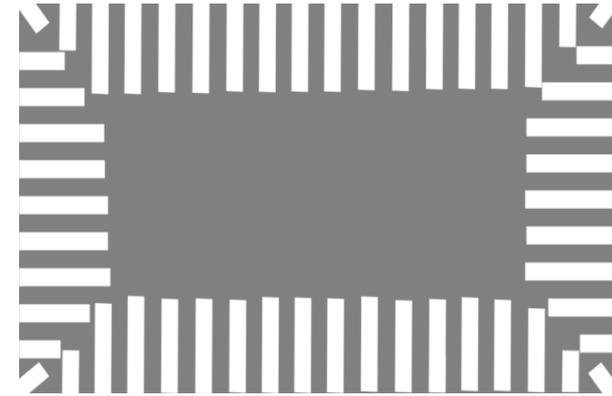
- En volume : matériau isotrope (généralement recherché)
- En surface : matériaux anisotrope avec des cristaux croissants vers le cœur



Cristallisation de volume



Compétition volume/surface



Cristallisation de surface

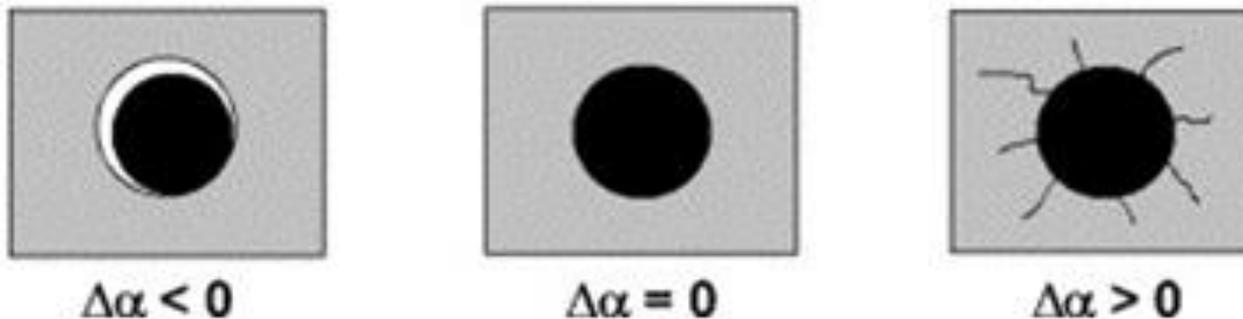
Propriétés dépendantes de :

- Phase(s) cristalline(s)
- Tailles & forme des cristallites
- Isotropie
- Phase vitreuse résiduelle
- Fractions volumiques des phases

Les vitrocéramiques

Problème de différence de dilatation $\Delta\alpha$:

- Matériau composite (cristaux + VR)
- Différents α en température (coefficients de dilatation linéaires)
- Création de contraintes au refroidissement après cristallisation, voire d'endommagement

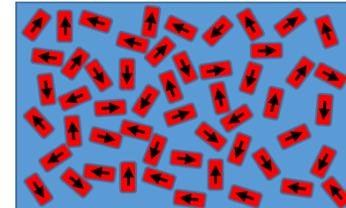


Endommagement par désaccord dilatométrique

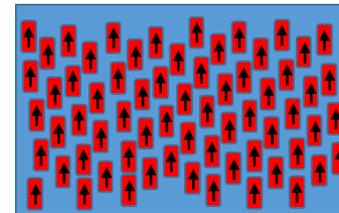
Fresnoite: Une vitrocéramique piézoélectrique

- Cristaux de $\text{Sr}_2\text{TiSi}_2\text{O}_8$
- $2 \text{SrO} \cdot 1 \text{TiO}_2 \cdot 2 \text{SiO}_2 + \text{excès SiO}_2$ (+ autre oxydes)
- Fusion d'oxydes et coulée d'un verre
- Traitement de cristallisation de surface

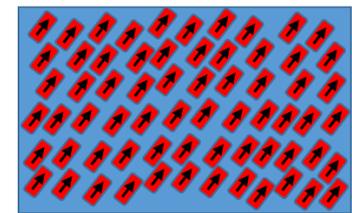
Cristallisé en volume



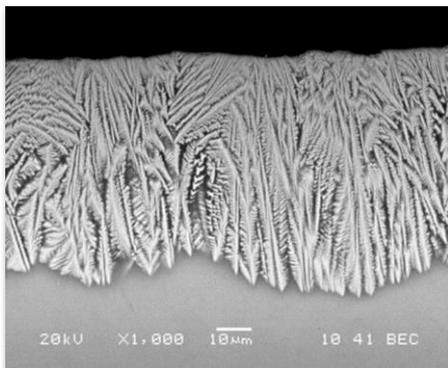
Cristallisé en surface



(002)

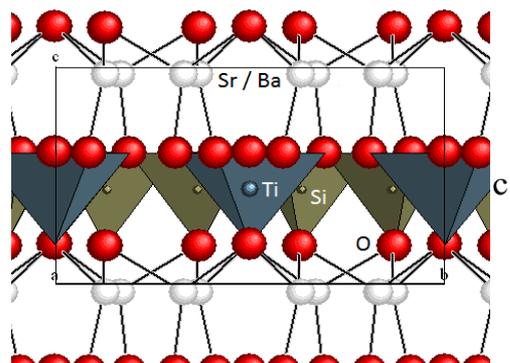


(201)



Cristallisation de surface

↑
 $P \neq 0$



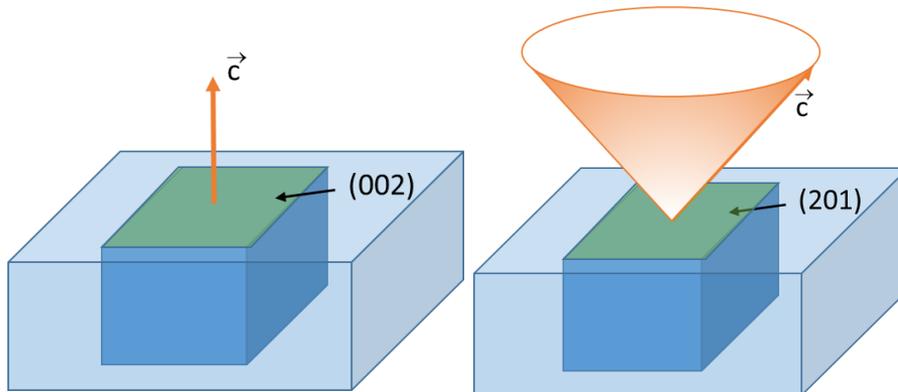
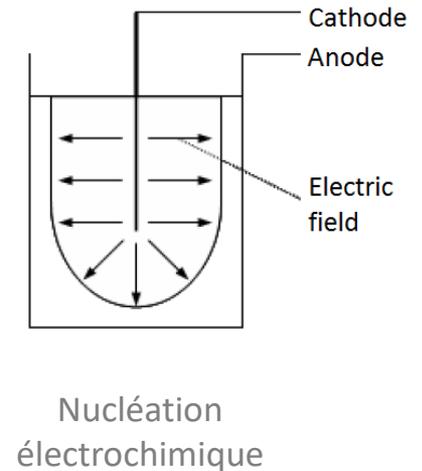
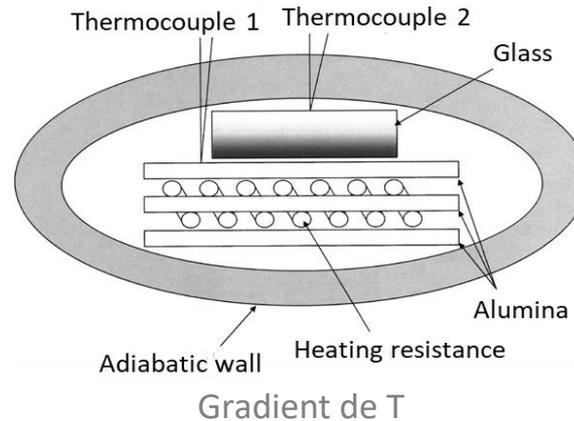
Structure de la fresnoite

- **Non ferroélectrique**
- Quadratique
- Polarisation sur l'axe \vec{c}
- Orientation : (002) ou (201)
- $d_{33} \approx 8-14 \text{ pC/N}$

Fresnoite: Une vitrocéramique piézoélectrique

Synthèse de vitrocéramique de fresnoite :

- **Isotherme**
- Gradient de température
- Nucléation électrochimique
- Traitement de surface US



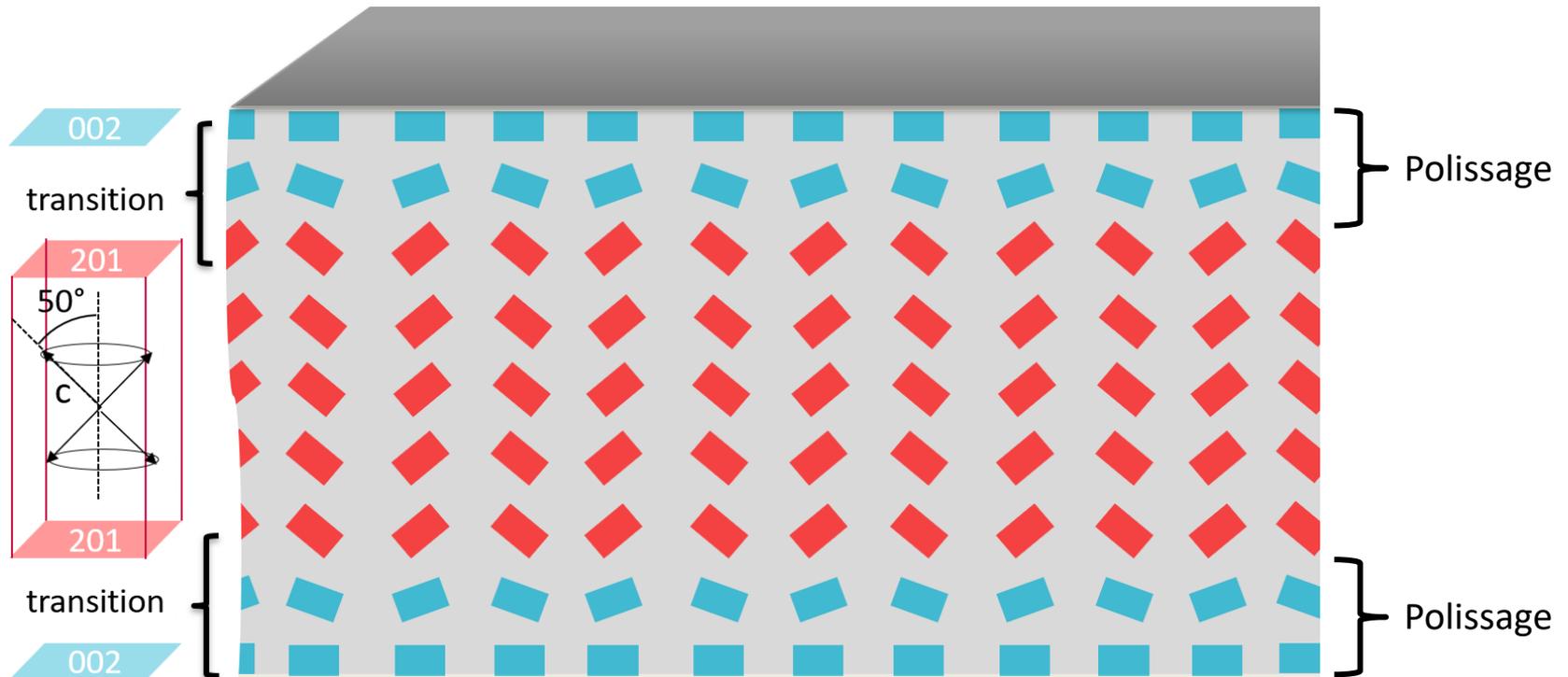
Orientation préférentielle de l'axe polaire

Orientation après cristallisation :

- Variation de l'orientation préférentielle
 - (002) ou (201) selon les conditions
 - Souvent un basculement (002) vers (201)
- thèses précédentes et littérature

Fresnoite: Une vitrocéramique piézoélectrique

Basculement de l'orientation préférentielle



Fresnoite: Une vitrocéramique piézoélectrique

Composition : $2 \text{ SrO} \cdot 1 \text{ TiO}_2 \cdot 3.3 \text{ SiO}_2 \cdot 0.2 \text{ K}_2\text{O} \cdot 0.1 \text{ Al}_2\text{O}_3$ (A10)



Mélange d'oxydes en voie humide
(isopropanol)



Coulée après fusion à 1500°C



Plaque de verre

Synthèse de vitrocéramique de fresnoite :

- Mélange en voie humide
- Fusion à 1500°C
- Recuit à 650°C
- Découpe et polissage
- Cristallisation

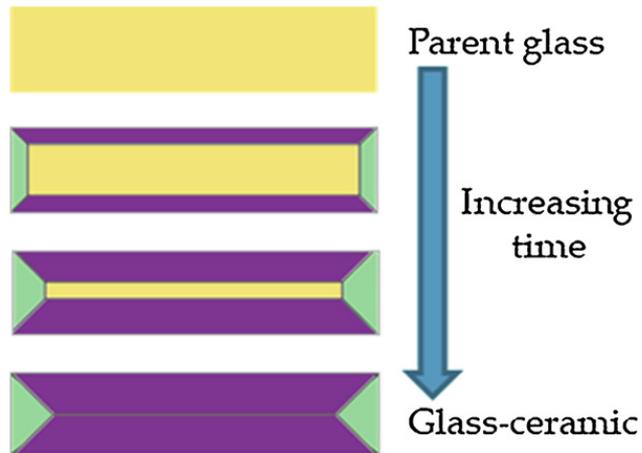


Verre → Vitrocéramique

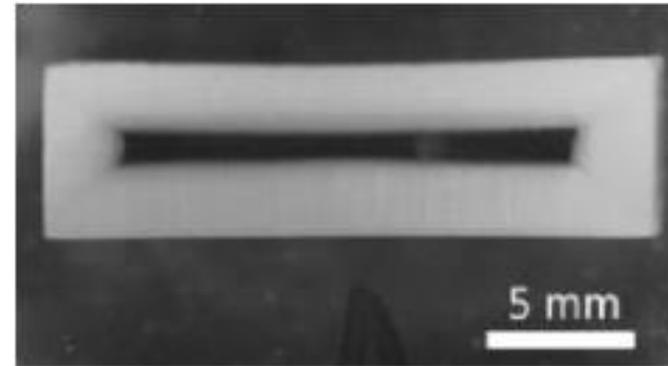
Fresnoite: Une vitrocéramique piézoélectrique

Cristallisation

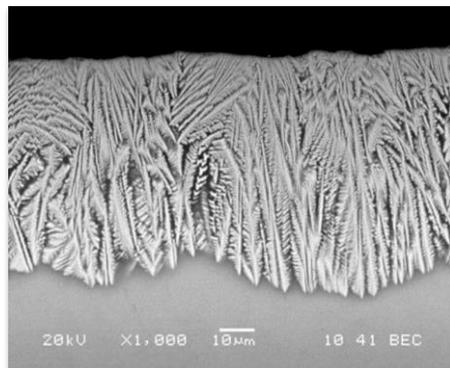
Composition : $2 \text{ SrO} \cdot 1 \text{ TiO}_2 \cdot 3.3 \text{ SiO}_2 \cdot 0.2 \text{ K}_2\text{O} \cdot 0.1 \text{ Al}_2\text{O}_3$ (A10)



Cristallisation symétrique



Cristallisation de surface (optique)



$P \neq 0$

Cristallisation de surface (MEB)

70 v% Fresnoite $\text{Sr}_2\text{TiSi}_2\text{O}_8$

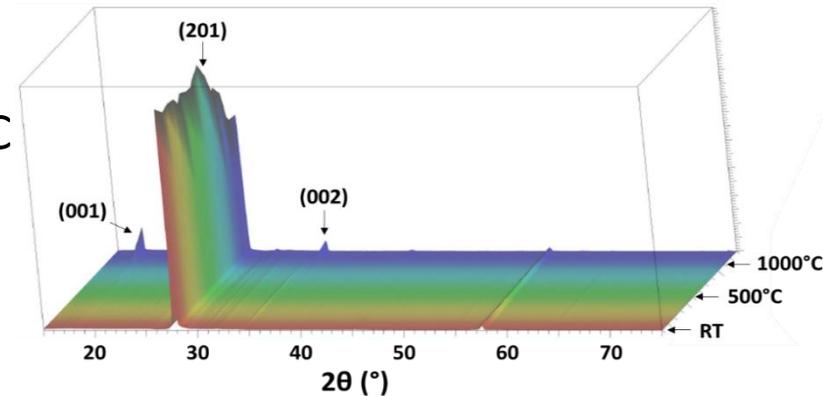
- Tetragonal crystal system
- \vec{c} polar axis

30 v% Residual glass

$1.3 \text{ SiO}_2 - 0.2 \text{ K}_2\text{O} - 0.1 \text{ Al}_2\text{O}_3$

Stabilité structurelle

- Piézoélectricité induite par la texturation
- DRX HT tous les 100°C sur la vitrocéramique
- Pas de décomposition thermique jusqu'à 1100°C
- Maintien orientation préférentielle
- Basculement de 1000°C à 1100°C



DRX HT sur vitrocéramique orientée (201)

→ Phase cristalline $\text{Sr}_2\text{TiSi}_2\text{O}_8$ piézoélectrique jusqu'à 1100°C



1200°C / 2h



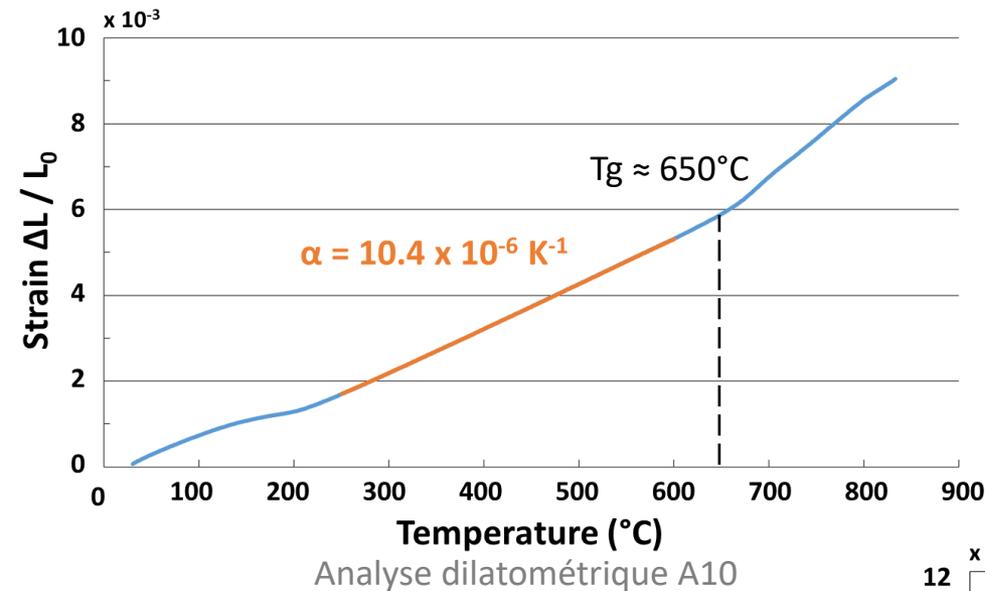
- Formation de SrTiO_3
 - SiO_2 et Sr en excès
 - ↗ de la quantité de verre résiduel
- } Affaissement

Vitrocéramique de fresnoite après cristallisation à 900°C

Vitrocéramique de fresnoite après post-traitement à 1200°C

→ $T_{\text{max}} = 1100^\circ\text{C}$

Propriétés thermomécaniques : Dilatométrie



- $T_{g_{A10}} = 650^{\circ}\text{C}$

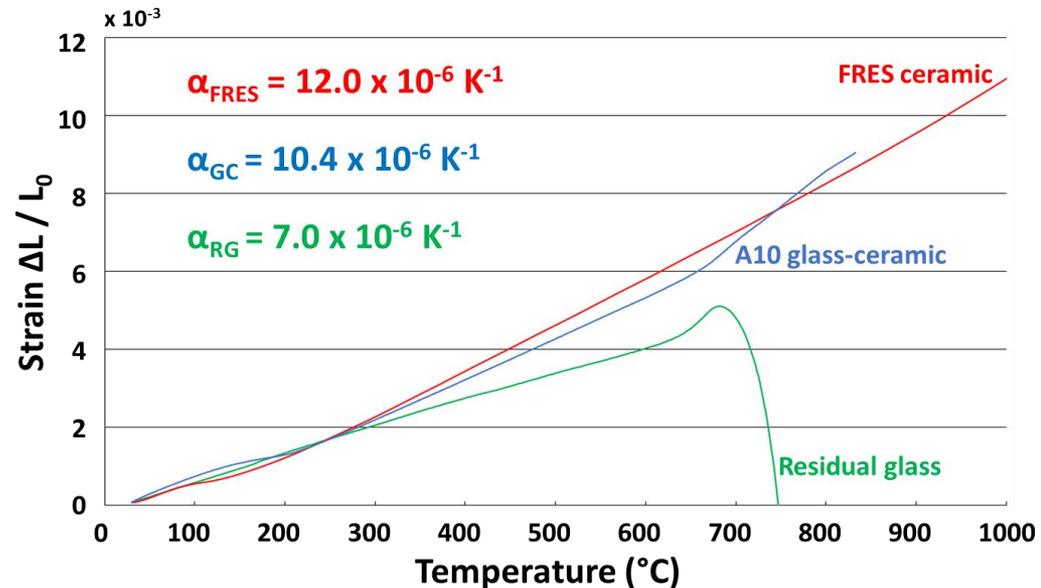
- $\alpha_{A10(200-650^{\circ}\text{C})} = 10.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

- α_{FRES} en accord avec la littérature et DRX HT (thèse précédente N.Maury)

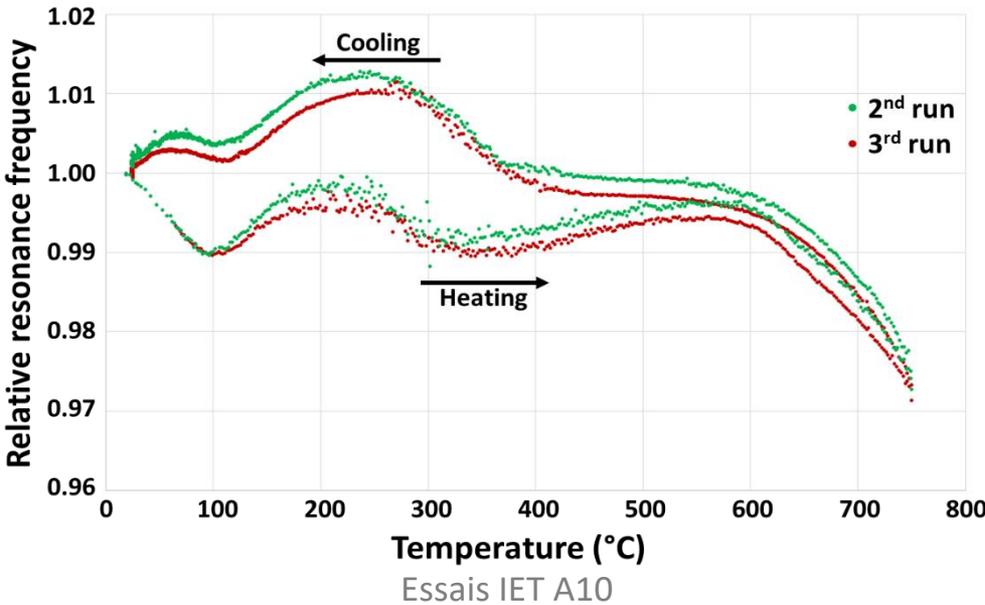
- α_{VR} en accord avec la simulation

- α_{A10} en accord avec loi de mélange:

$$\alpha_{gc} = RG \text{ vol}\% \times \alpha_{RG} + FRES \text{ vol}\% \times \alpha_{FRES}$$



Propriétés thermomécaniques : IET (Impulse Excitation Technique)



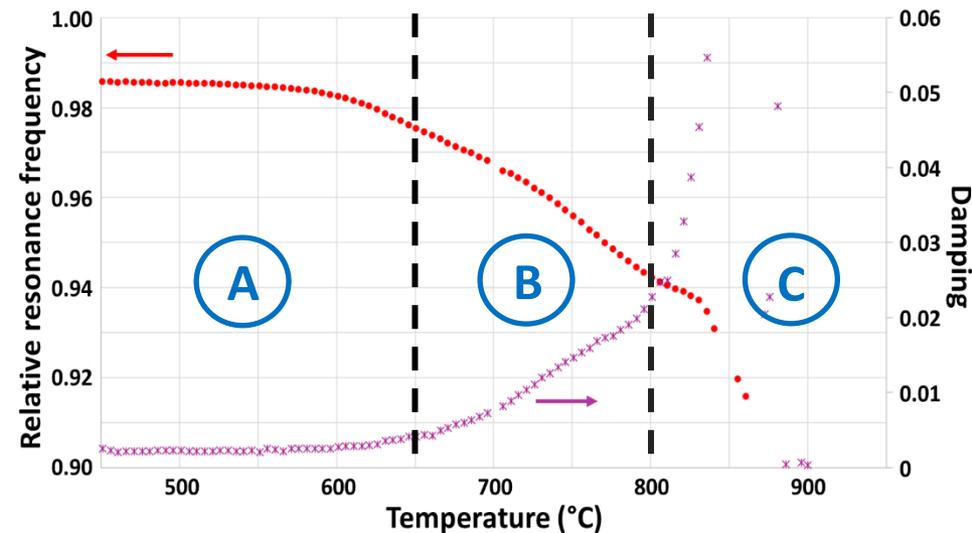
- RT : $E = 84 \text{ GPa}$
- Phénomène d'hystérésis dû au désaccord dilatométrique entre FRES et VR
- Réparation au-dessus de T_g (650°C)
- ↗ contraintes de T_g à 100°C
- Endommagement de 100°C à RT
- Matériau déjà endommagé à la chauffe

→ Hystérésis

Aux hautes températures :

- Verre résiduel viscoplastique $> T_g$
- Diminution viscosité quand $T \nearrow$
- Chute des propriétés méca de T_g à T_{Lp} (800°C)
- T_{Lp} = ramollissement dilatométrique
- Chute drastique après 800°C

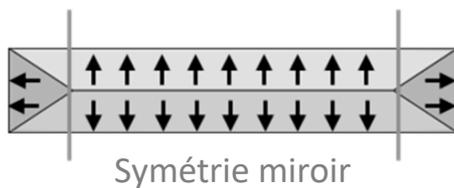
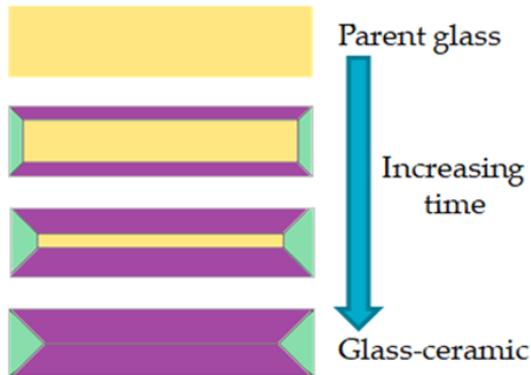
→ Forte influence du verre résiduel



Essais IET A10 – hautes températures

Vieillesse des propriétés piézoélectriques

- Mesure d_{33} après cristallisation et vieillissement 800°C/100h & 1100°C/5h
- Piézomètre
- Polissage surfaces sur 500 μm
- Découpe dans l'épaisseur car symétrie miroir



Piezomètre

Thermal treatment	Sample A d_{33} (pC/N)	Sample B d_{33} (pC/N)
After crystallization	9.6	10.2
800°C / 100h	9.2	10.3
1100°C / 5h	9.3	10.0

d_{33} avant et après traitements thermiques

→ Pas de diminution du coefficient d_{33}

→ En accord avec DRX-HT

Conclusion sur les caractérisations haute température

Stabilité structurelle :

- $T_{max} = 1100^{\circ}\text{C}$

Propriétés thermomécaniques :

- $T_{g_{A10}} = 650^{\circ}\text{C}$
- $\alpha_{A10(200-650^{\circ}\text{C})} = 10.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- $E = 84 \text{ GPa}$ à RT
- IET : Hystérésis dû à l'endommagement créé par le désaccord dilatométrique
- Forte influence du verre résiduel sur le comportement thermomécanique

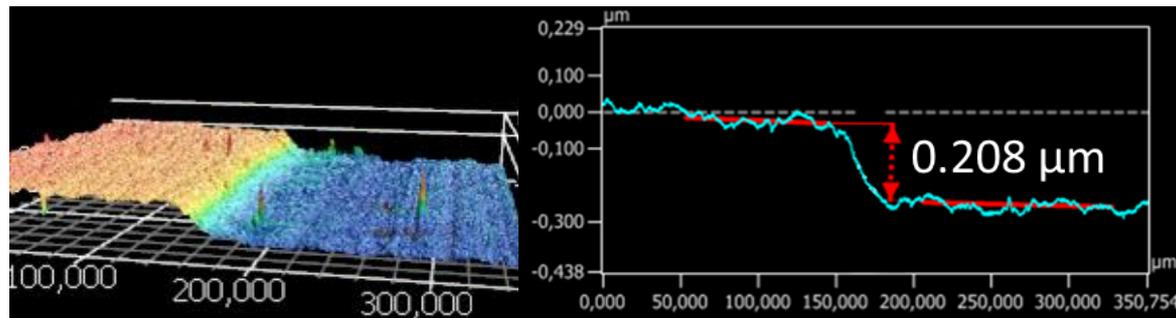
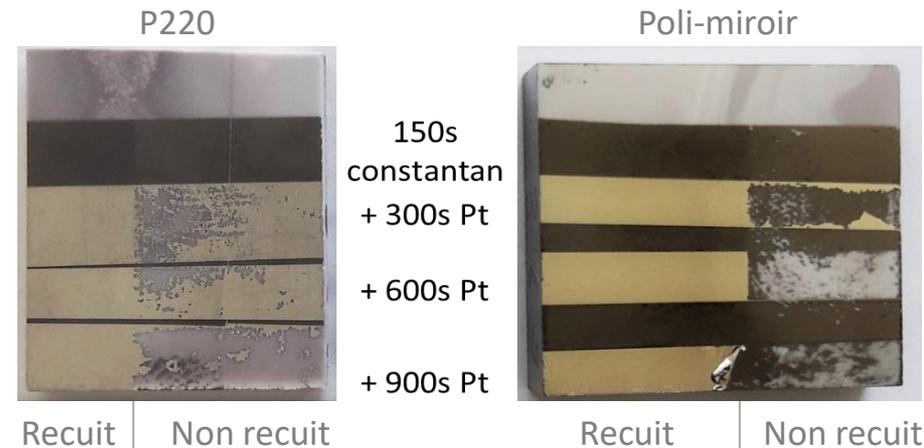
Propriétés diélectriques :

- Pas d'évolution du d_{33} après vieillissement thermique

→ Matériau apte à fonctionner aux HT = réalisation d'IDTs et essais de propagation SAW

Sputtering

- Sputtering de Constantan (55%Cu-45%Ni) & Platine
- Constantan = couche d'adhésion
- Platine = couche de conduction HT
- Tests d'adhésion par ruban adhésif
- Différentes épaisseurs testées
- Test d'accroche après recuit 900°C/2h



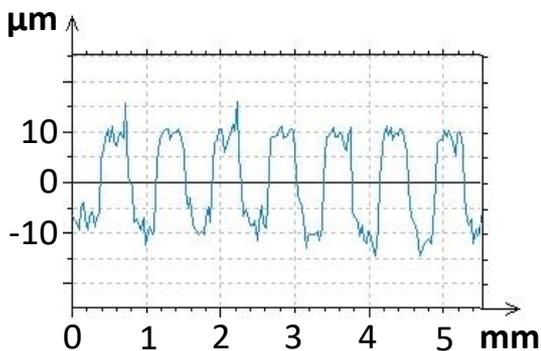
Profilométrie 3D pour mesurer l'épaisseur (+600s Pt)

- Meilleure adhésion avec 200 nm de Platine sur 40 nm de constantan
- Traitement thermique obligatoire pour améliorer l'adhésion

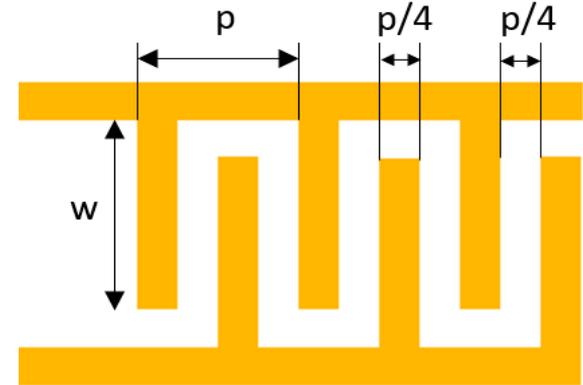
Ablation laser

- Ablation laser du dépôt métallique
- Réalisation des IDTs aux dimensions voulues

- Endommagement de la vitrocéramique
- Besoin d'optimiser les paramètres afin de ne pas ablater la vitrocéramique



Profilométrie 2D – Endommagement vitrocéramique

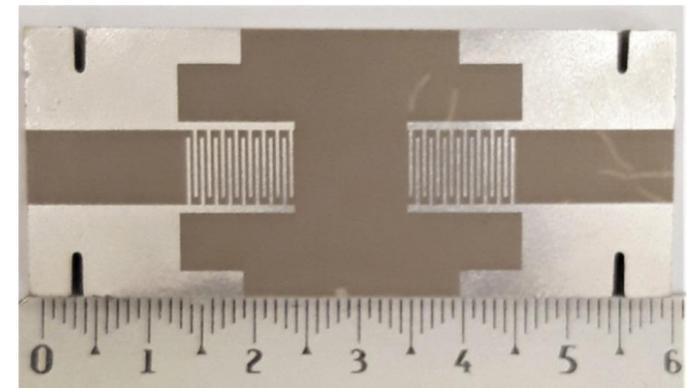


$$f_0 = \frac{V_{SAW}}{\lambda} = \frac{V_{SAW}}{p}$$

Evolution de la fréquence selon la taille des IDTs

2 MHz : $p = 312.5 \mu\text{m}$

5 MHz : $p = 125 \mu\text{m}$



Dispositif SAW avec IDT (2MHz)

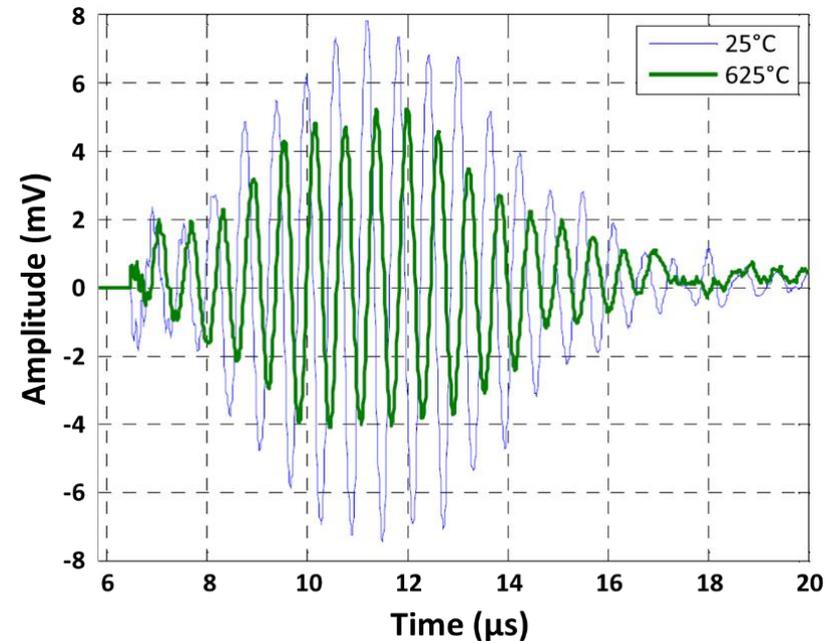
→ Paramètres d'ablation maîtrisés pour éviter l'endommagement du substrat

Essais SAW HT : Emission et observation des SAW

- Contact électrique entre fils et dispositif par laque d'argent
 - Signal sinusoïdal sur l'IDT d'entrée
 - Signal en output monitoré par un oscilloscope relié à MATLAB
 - Mesures de RT jusqu'à 950°C
- Mesures d'**amplitude & fréquence**

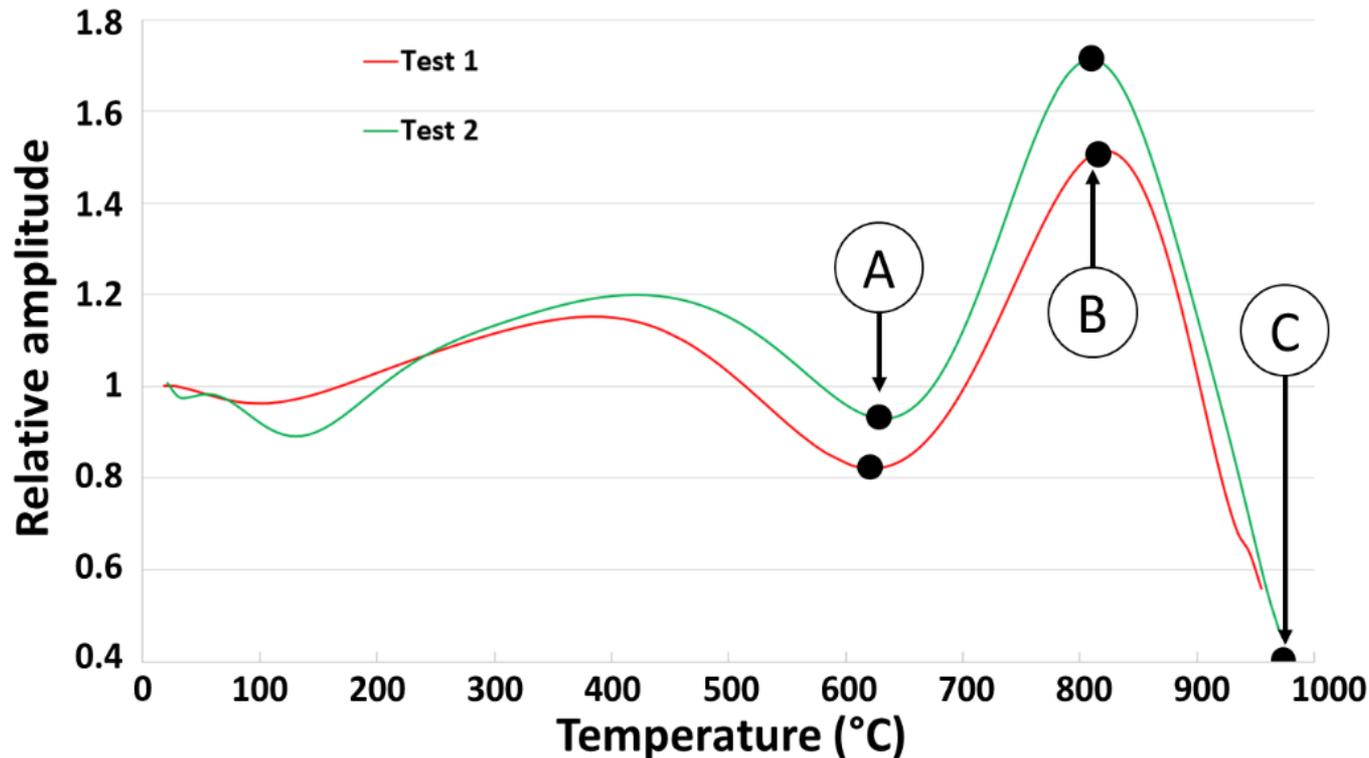


Installation dans le four tubulaire



Signal de réception à RT (bleu) et à 625°C (vert)

Essais SAW HT : Dispositif 2 MHz

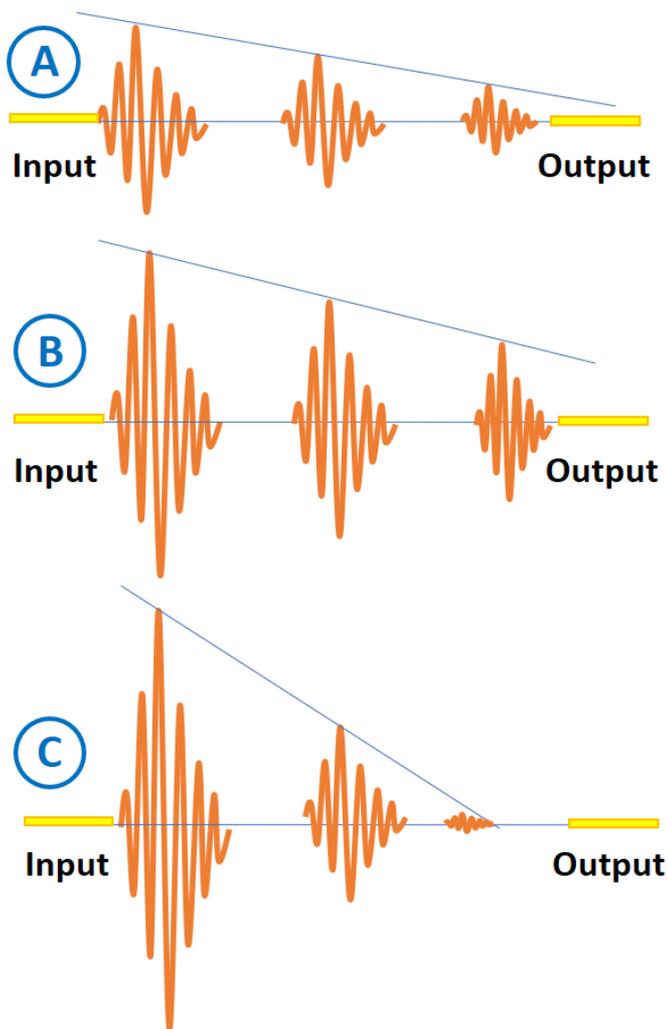


Signal de sortie SAW – Dispositif 2 MHz

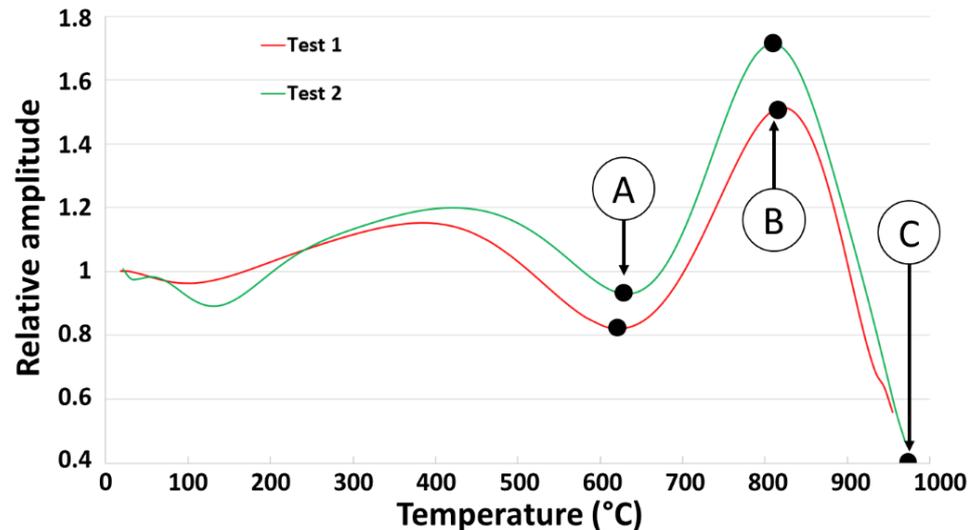
- A = T_g du verre résiduel
- B = Point de Littleton T_{Lp} du verre résiduel (ramollissement dilatométrique)
- C = Température max d'utilisation

→ Température maximale du capteur = 950°C

Essais SAW HT : Dispositif 2 MHz



Schématisme du comportement de l'onde SAW avec l'augmentation de la température

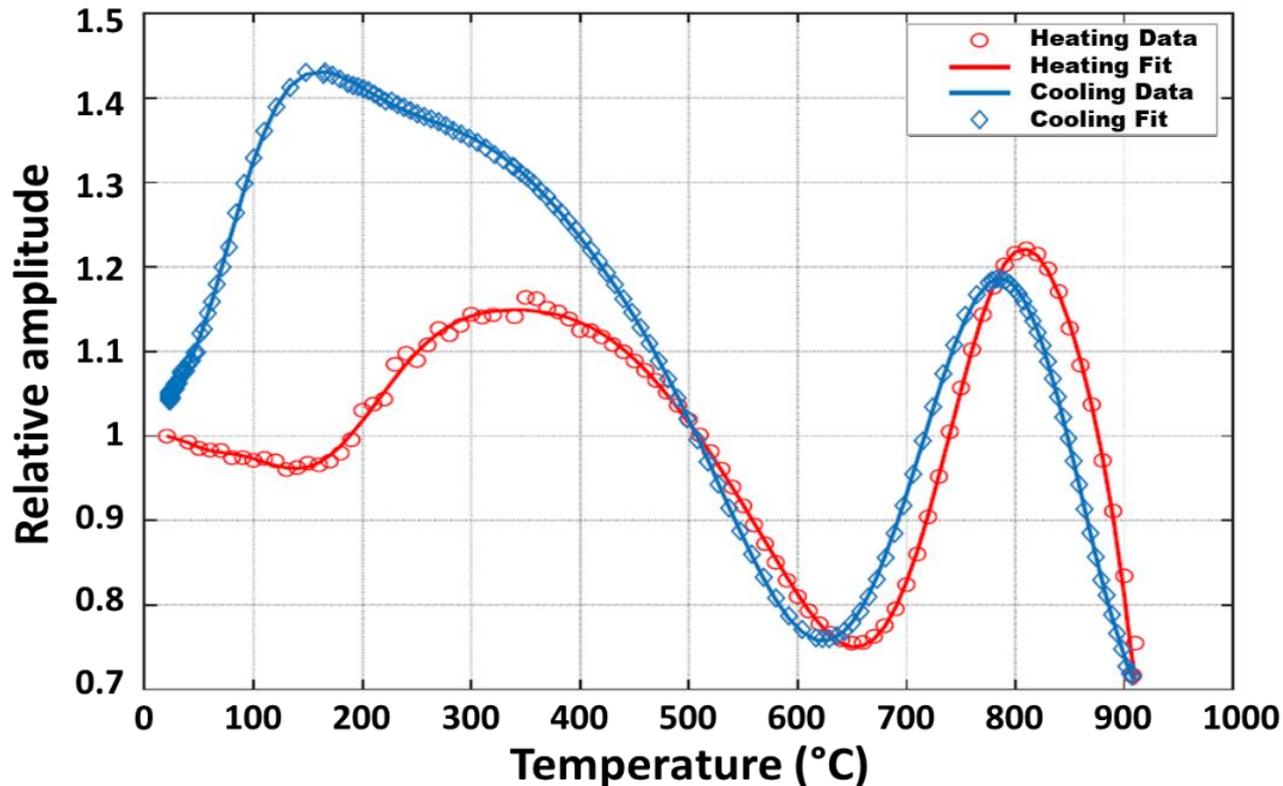


Signal de sortie SAW – Dispositif 2 MHz

- $T < T_g = \text{variations} \rightarrow$ compétition entre disparition endommagement et affaiblissement des liens interatomiques (comme IET)
- $T_g < T < T_{Lp} = \nearrow \text{forte} \rightarrow$ Cristaux piézo moins contraints par le verre résiduel viscoplastique et réparation du matériau
- $T_{Lp} < T = \searrow \text{drastique} \rightarrow$ Chute importante des propriétés thermomécaniques (comme IET)

Essais SAW HT : Dispositif 2 MHz

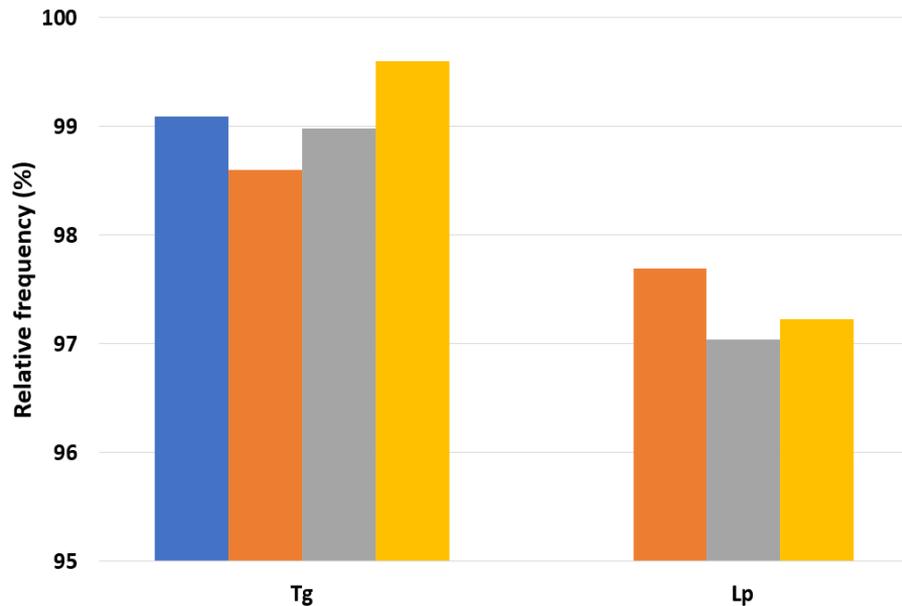
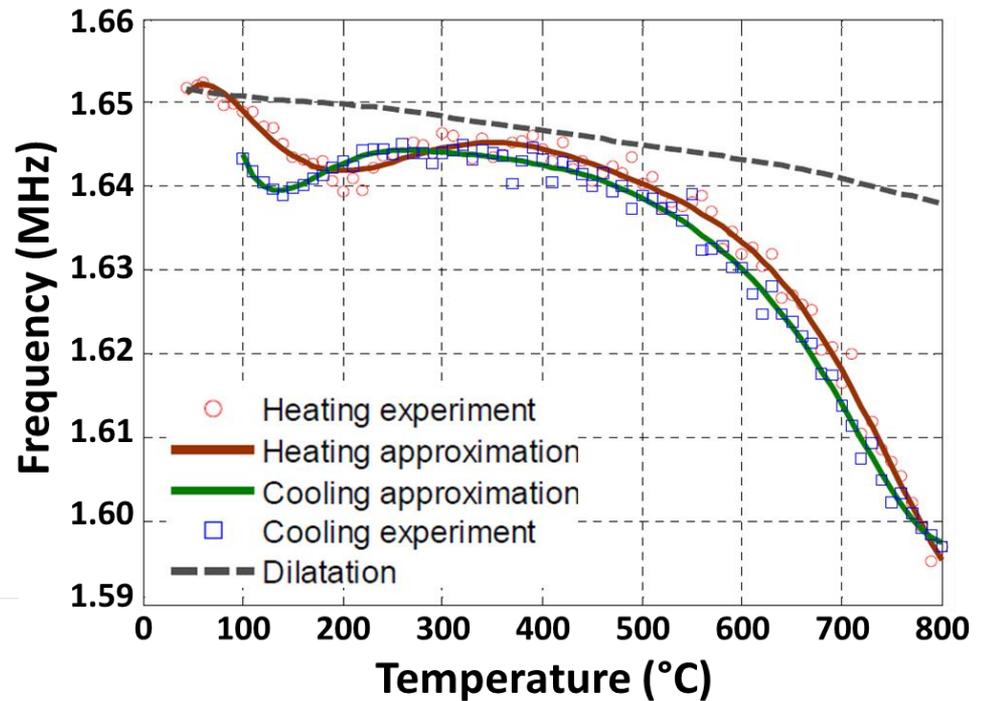
- Cycle de chauffe et de refroidissement



- Hystérésis semblable à celle obtenue en IET
- Phénomène dû à l'endommagement (désaccord dilatométrique)
 - Signal de sortie dépendant des propriétés thermomécaniques
 - Forte influence de l'endommagement (et donc du verre résiduel)

Essais SAW HT : Dispositif 2 MHz

- Observation sur 4 dispositifs
- Variation dans les fréquences (vitesses de propagation)
- Comparaison des fréquences relatives à T_g et T_{Lp}



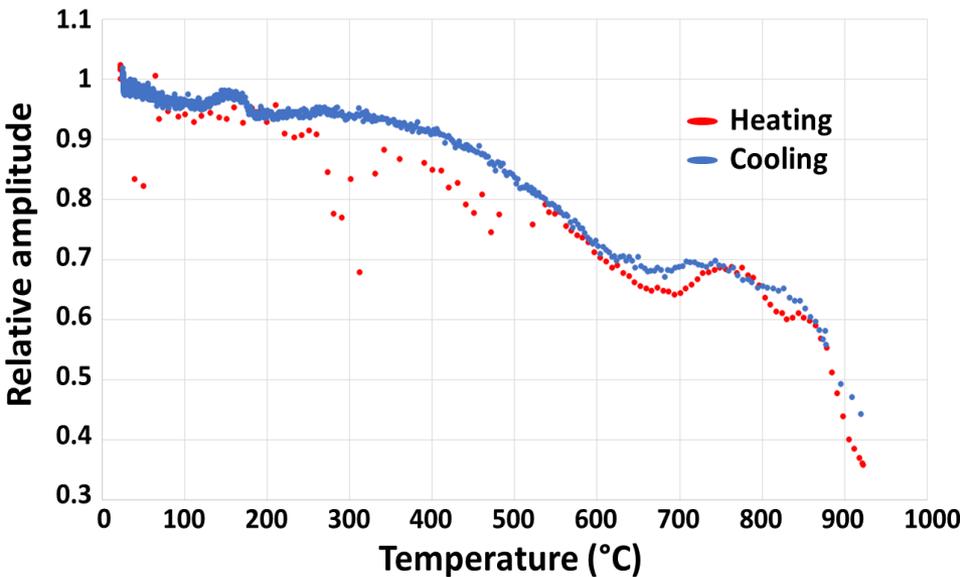
- Fréquence constante de RT à T_g
- Diminution à partir de T_g
- Fréquence relatives à T_g et T_{Lp}

sont bien répétables

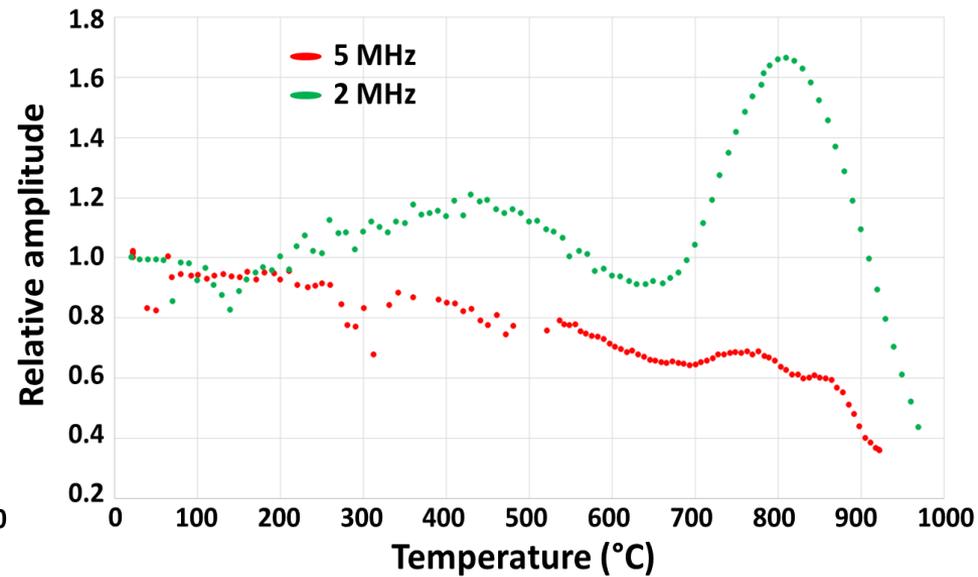
→ Fréquence faiblement influencée

→ Paramètre exploitable pour capteur

Essais SAW HT : Dispositif 5 MHz



Amplitude SAW chauffe/refroidissement – 5 MHz



Amplitude SAW chauffe – Comparaison 2MHz et 5 MHz

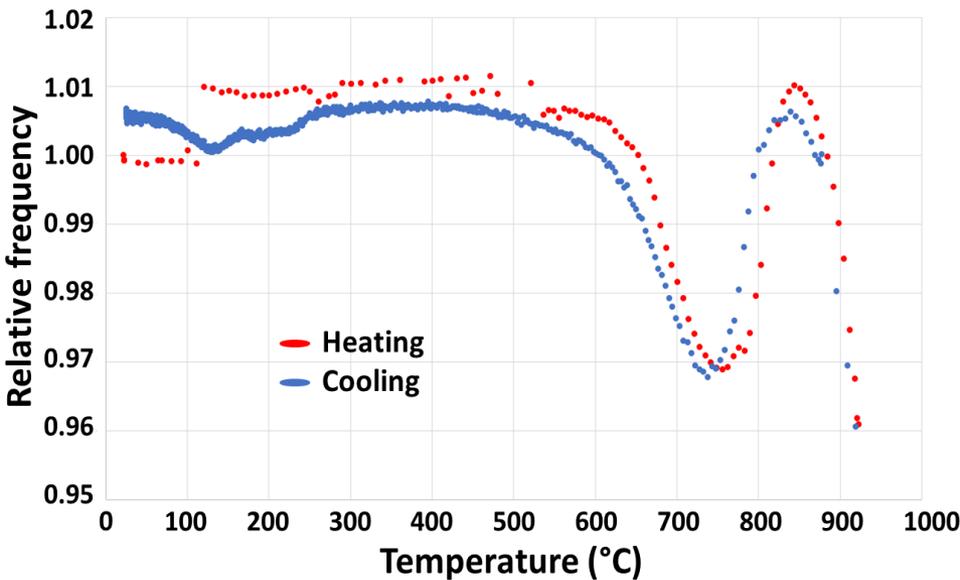
- Pas d'hystérésis observable contrairement à 2 MHz
- Signal moins affecté par T_g et T_{Lp} que 2 MHz
- Signal de sortie relativement bruité, surtout au-dessus de T_g

→ Plus forte atténuation pour 5 MHz

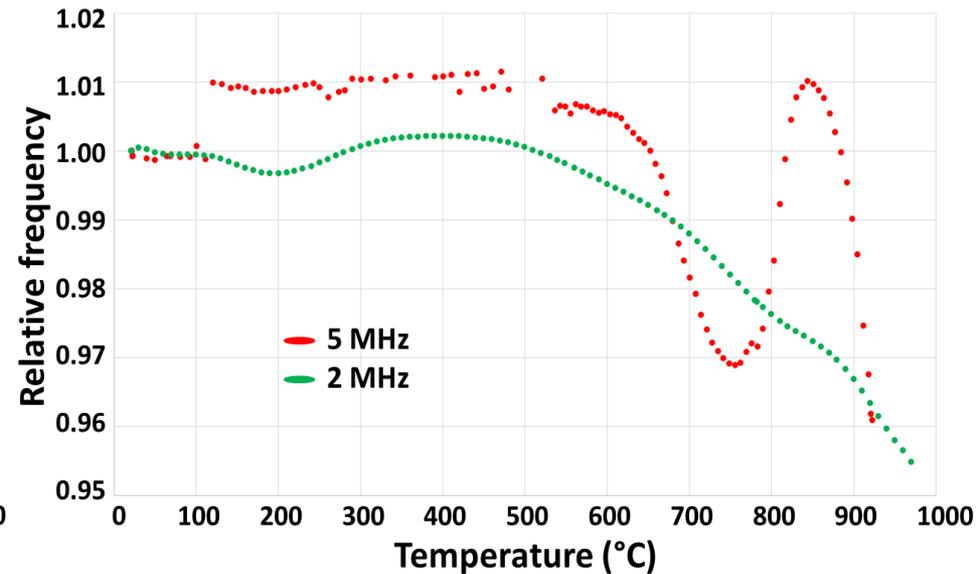
→ Amplitude 5 MHz moins influencée par les problèmes d'endommagements

→ Données peu fiables au-dessus de T_g

Essais SAW HT : Dispositif 5 MHz



Fréquence SAW chauffe/refroidissement – 5 MHz



Fréquence SAW chauffe – Comparaison 2 MHz et 5 MHz

- Chute à T_g (650°C) et remontée à T_{lp} (800°C), puis chute finale
- Fréquence relative fortement influencée par la température
- Fréquence qui reste élevée malgré les variations

→ $\nearrow f = \searrow \lambda$ = plus fort impact de la microstructure

→ Fréquence 5 MHz fortement influencée par le verre résiduel

Conclusion sur les dispositifs SAW

Réalisation du dispositif :

- Dépôt de couche métallique maîtrisé (40 nm constantan + 200 nm Pt)
- Très bonne adhésion et bonne conductivité, vitrocéramique non endommagée

Essais SAW en température :

- T_{max} = 950°C
 - 2 MHz
 - Amplitude dépendante des propriétés thermomécaniques
 - Amplitude influencée par le verre résiduel et l'endommagement
 - Fréquence relative qui diminue peu
 - 5 MHz
 - Amplitude moins influencée par l'endommagement
 - Signal assez bruité
 - Fréquence reste élevée mais fortement influencée par VR
- Tester une gamme de fréquence

→ Emission/propagation SAW maîtrisée = réalisation de capteurs de pression

Design du capteur de pression

- Retard des SAW induit par la pression
 - Formation d'une cavité dans un support
 - Collage d'une fine plaque de vitrocéramique piézoélectrique
 - Réalisation des IDT en surface

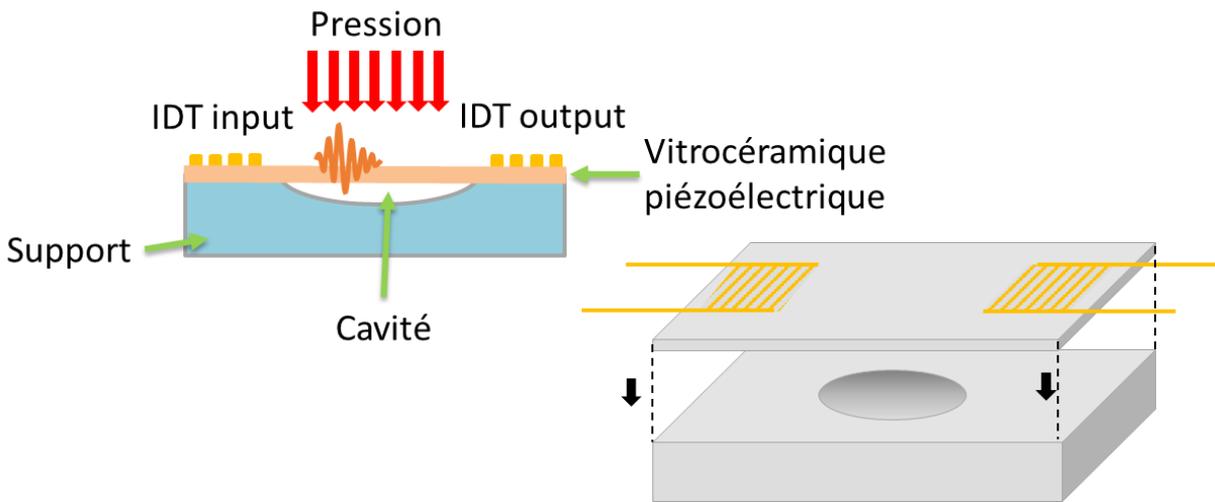
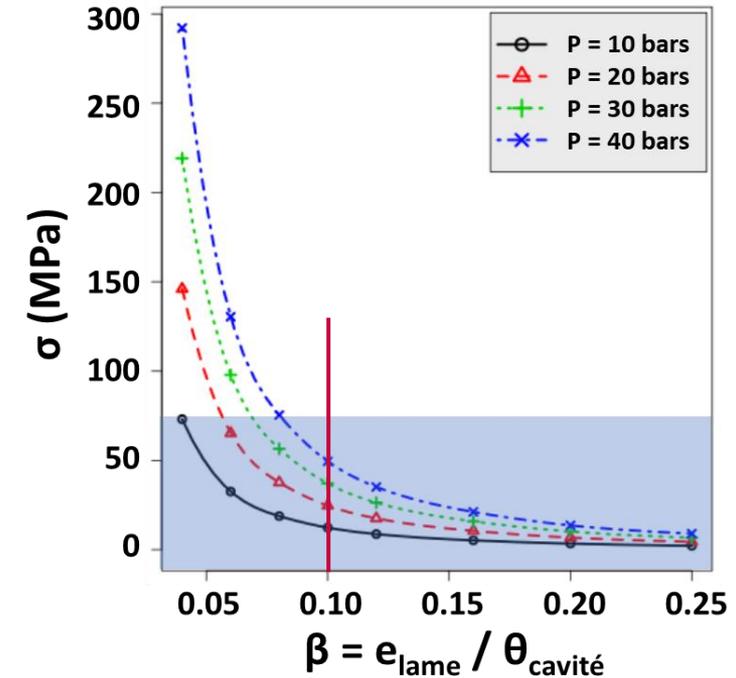


Schéma du prototype de capteur de pression



Abaques pour le dimensionnement de la cavité (UPJV)

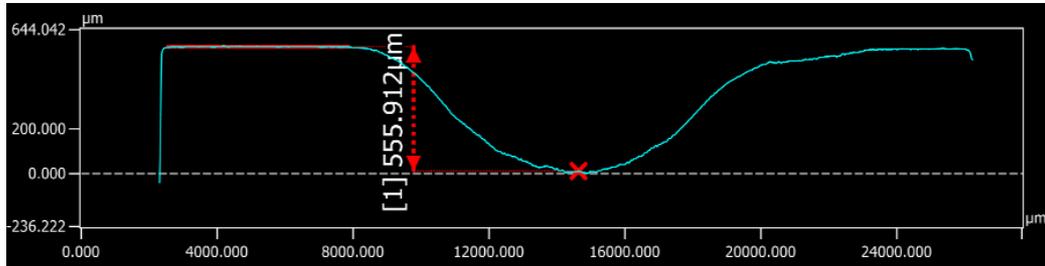
→ Utiliser la **vitrocéramique comme support** = pas de contraintes à l'interface

→ Cavité à former sur le verre

→ $e = 1 \text{ mm}$ et $\theta = 10 \text{ mm}$ → $\beta = 0,10$

Zone sensible

- Echantillon de verre de fresnoite
- Indenteur hémisphérique en Al_2O_3
- 800°C pendant 2h

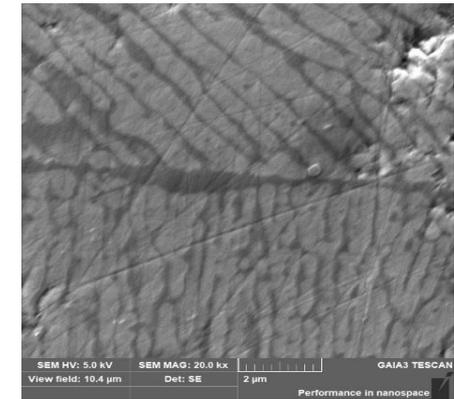


Profilométrie 3D empreinte 2h (vue en coupe)

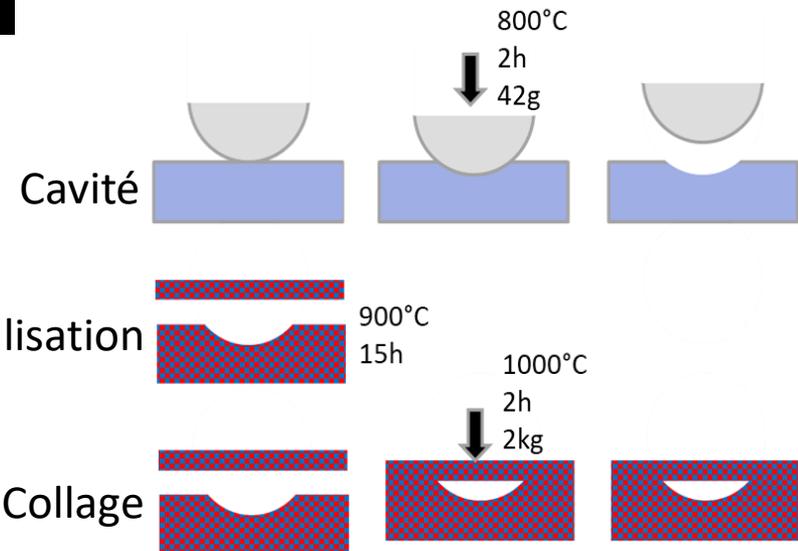
- Collage vitro/vitro à 1100°C / 2h avec charge
- Collage par interdiffusion du verre résiduel



Cavité après collage vitro / vitro
(1100°C, 2h, 2kg)



Interface – Collage par diffusion du verre résiduel



→ Rayon de 5 mm au bout de 2h de TT à 800°C

→ Peu d'évolution dans le temps ou avec un indenteur plus lourd

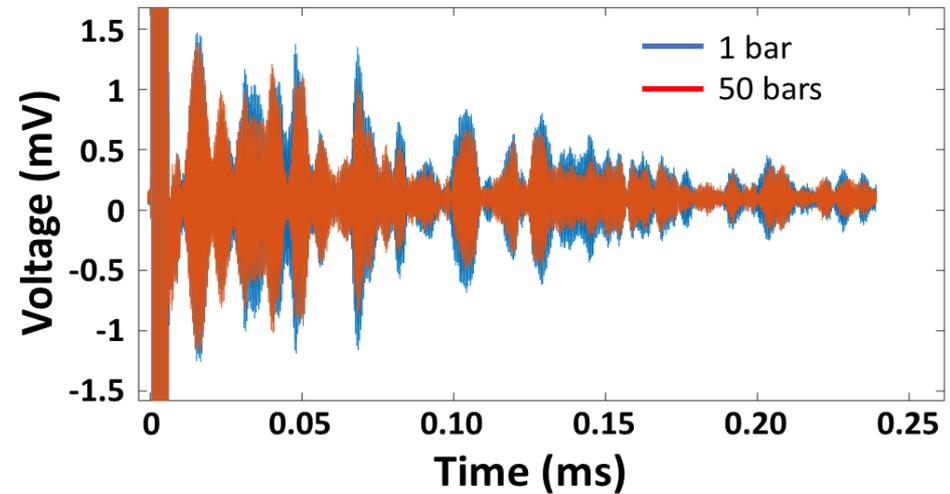
→ Maintien de la cavité correctement scellée

Capteur 2 MHz

- Essais de pression à RT, de P_{atm} à 50 bars
- But = observer une augmentation du temps de vol avec la pression
- θ cavité = 9,6mm et $e_{lame} = 1,1$ mm



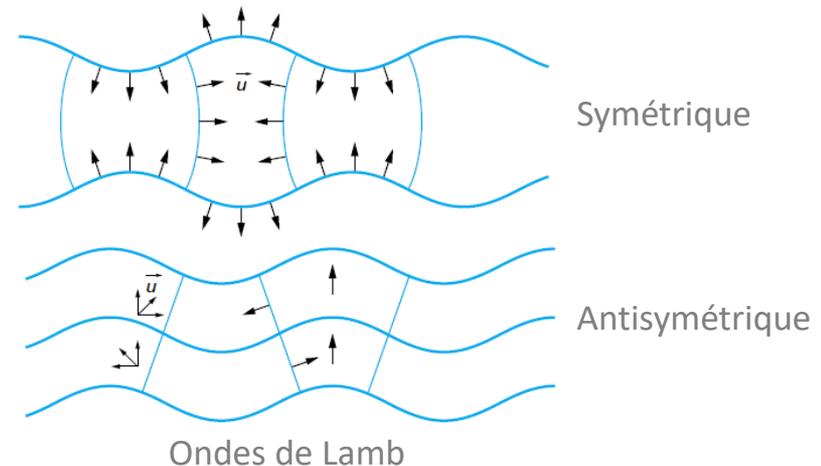
Enceinte de pression



Signal de sortie – Capteur 2 MHz

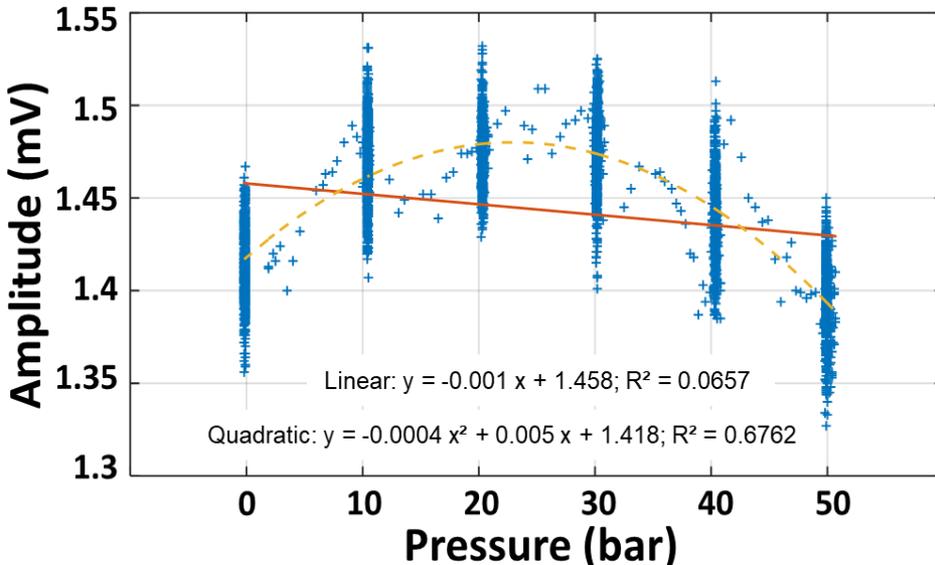
→ Signal de sortie avec beaucoup d'échos (différent du dispositif SAW)

→ Dû à la création d'ondes de Lamb car $e_{lame} = 1,1$ mm et $\lambda \approx 1$ mm

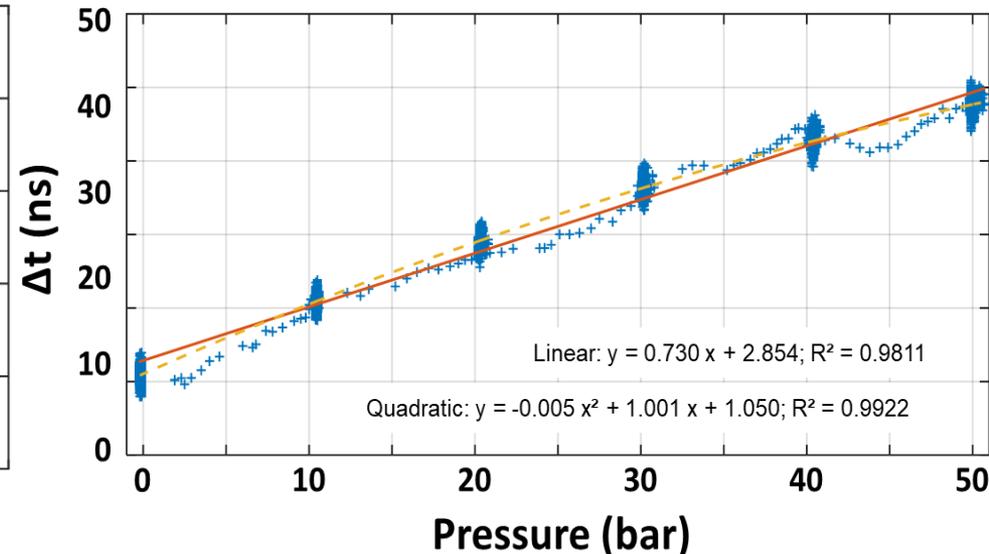


Capteur 2 MHz

- Points de mesure réalisés tous les 10 bars jusqu'à 50 bars
- Paliers de 3 minutes à raison d'1 point/seconde



Evolution de l'amplitude en fonction de la pression
2 MHz



Evolution de l'amplitude en fonction de la pression
2 MHz

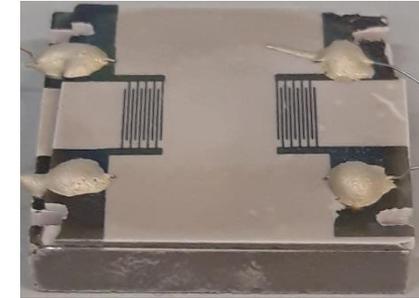
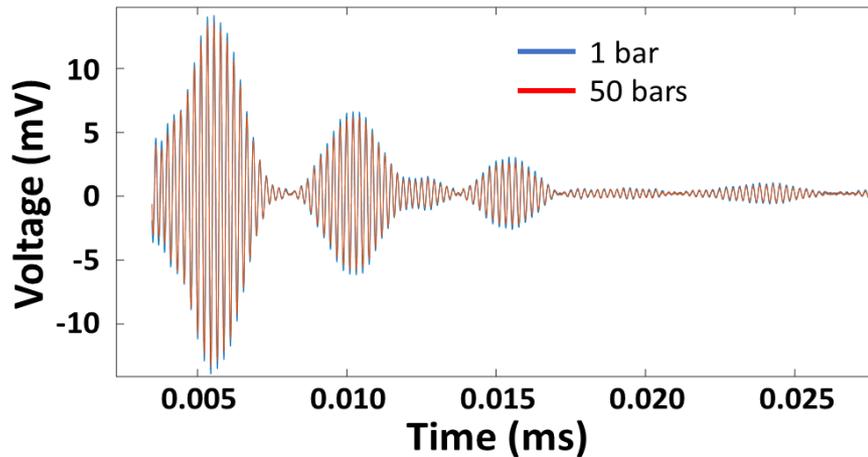
→ Signal bruité surtout en amplitude

→ Variation faible et non monotone de l'amplitude

→ Différences de 5 bars observables avec suffisamment de points de mesure

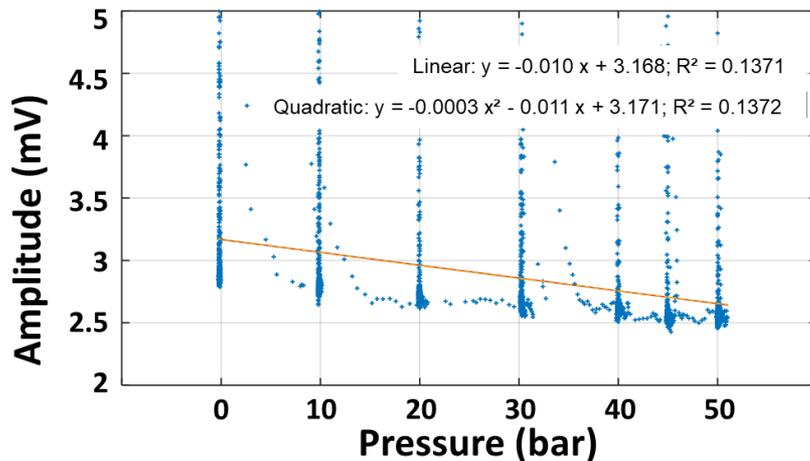
→ Sensibilité d'environ 0,75 ns/bar

Capteur 5 MHz

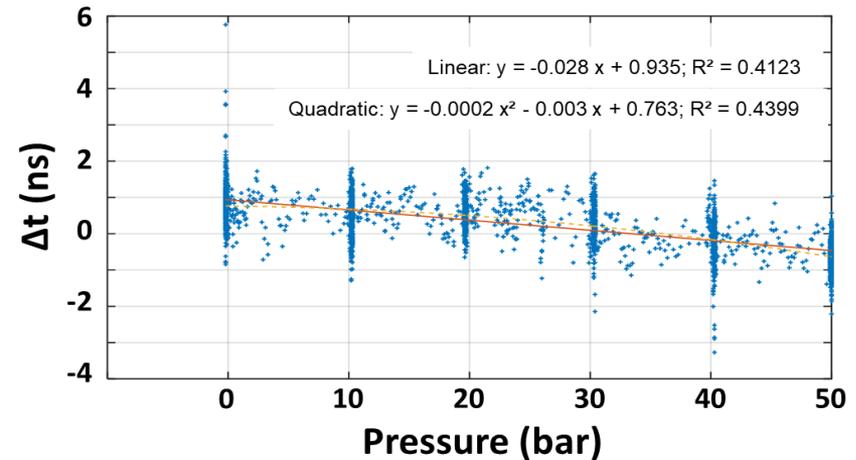


Capteur 5 MHz

Signal de sortie – Capteur 5 MHz



Evolution de l'amplitude en fonction de la pression
5 MHz



Evolution de l'amplitude en fonction de la pression
5 MHz

→ Signal de sortie semblable au dispositif SAW (pas d'ondes de Lamb)

→ Pas de variations de Δt en fonction de la pression et signal bruité

Conclusion sur les capteurs de pression

Réalisation du capteur de pression :

- Réalisation d'une empreinte sur le verre
- Collage vitro/vitro grâce au verre résiduel

Essais sous pression :

- 2 MHz
 - Maintient de l'étanchéité jusqu'à 50 bars
 - Création d'ondes de Lamb
 - Sensibilité $\approx 0,75$ ns/bar
 - 5 MHz
 - Pas de sensibilité à la pression
 - Ondes SAW
- Capteur de pression 2 MHz fonctionnel
- Diminuer épaisseur 5 MHz (et diminuer diamètre)
- Les ondes de Lamb sont plus sensibles aux variations de Δt

Caractérisation haute température A10 :

- Mise en évidence de l'endommagement créé par le $\Delta\alpha$
- Matériau fonctionnel pour les applications HT

Dispositif SAW :

- Fonctionne jusqu'à 950°C
- Propriétés thermomécaniques très influentes (surtout celles du verre résiduel)

Capteur de pression :

- Possibilité de mesurer la pression jusqu'à 50 bars avec capteur 2 MHz (sensibilité = 0,75 ns/bar)
- Ondes de Lamb plus sensibles aux variations de Δt

- Mesurer d_{33} en température (vibromètre laser)
- Analyser FRES et VR synthétisés séparément pour comprendre leur influence
- Distinguer l'influence de l'émission et de la propagation sur le signal SAW
- Réaliser un capteur de pression 5 MHz fonctionnel en créant des ondes de Lamb
- Réaliser des mesures sous pression en température
- Connaître la composition réelle du verre résiduel
- Développement de nouvelles compo en changeant le verre résiduel

Remerciements



Maurice, Pascal,
Francis, Marie-Sophie
et Stella



Grégory, Maria, Nicolas, Védi, Jean-
Pierre, Sandra, Dominique, Jean-Marc



Marc, Nikolay,
Hassan, Frédérique



Solange



Christian, Mohamed,
Saliou, Florian Jean



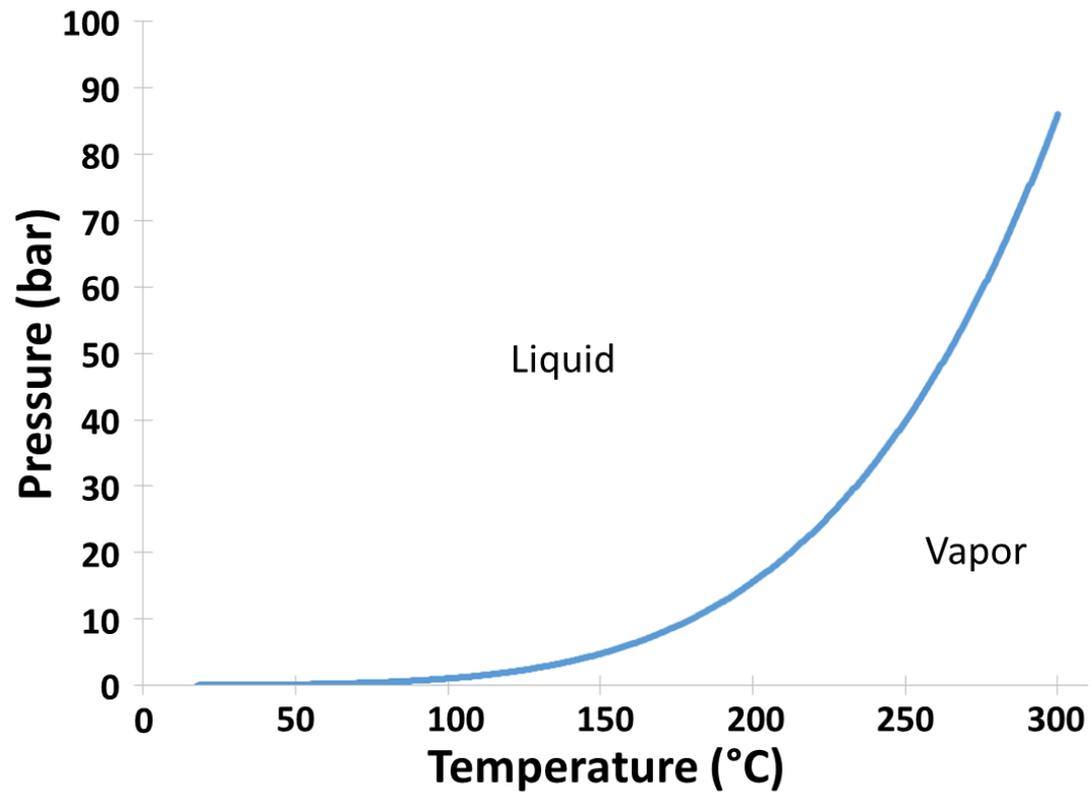
Christine

Les étudiants et stagiaires : Marie, Margaux,
Simon d'H., Simon L., Jérôme, Chloé

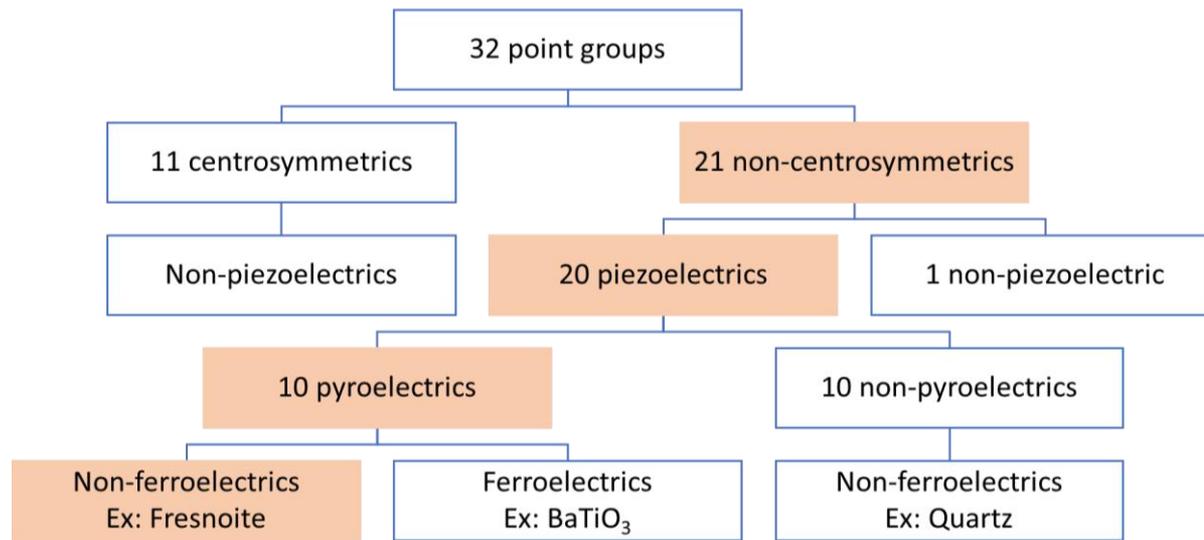
Ma famille et mes
proches ! 😊



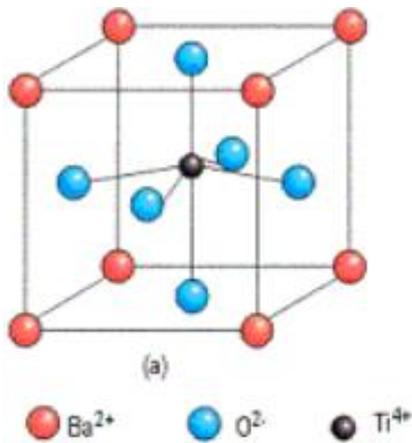
Merci pour votre attention



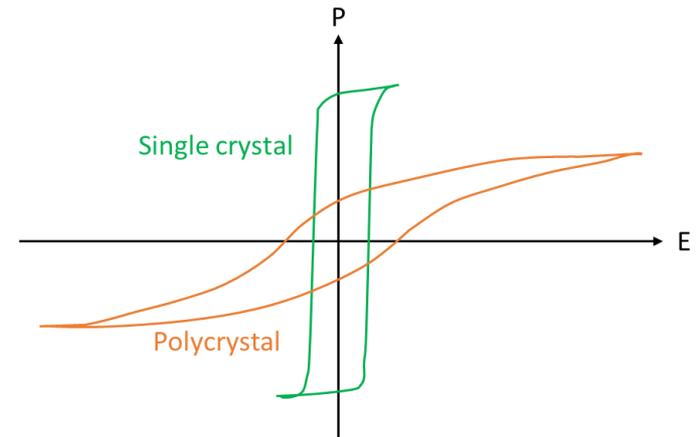
Pression de vapeur saturante de l'eau



Les différents groupes ponctuels

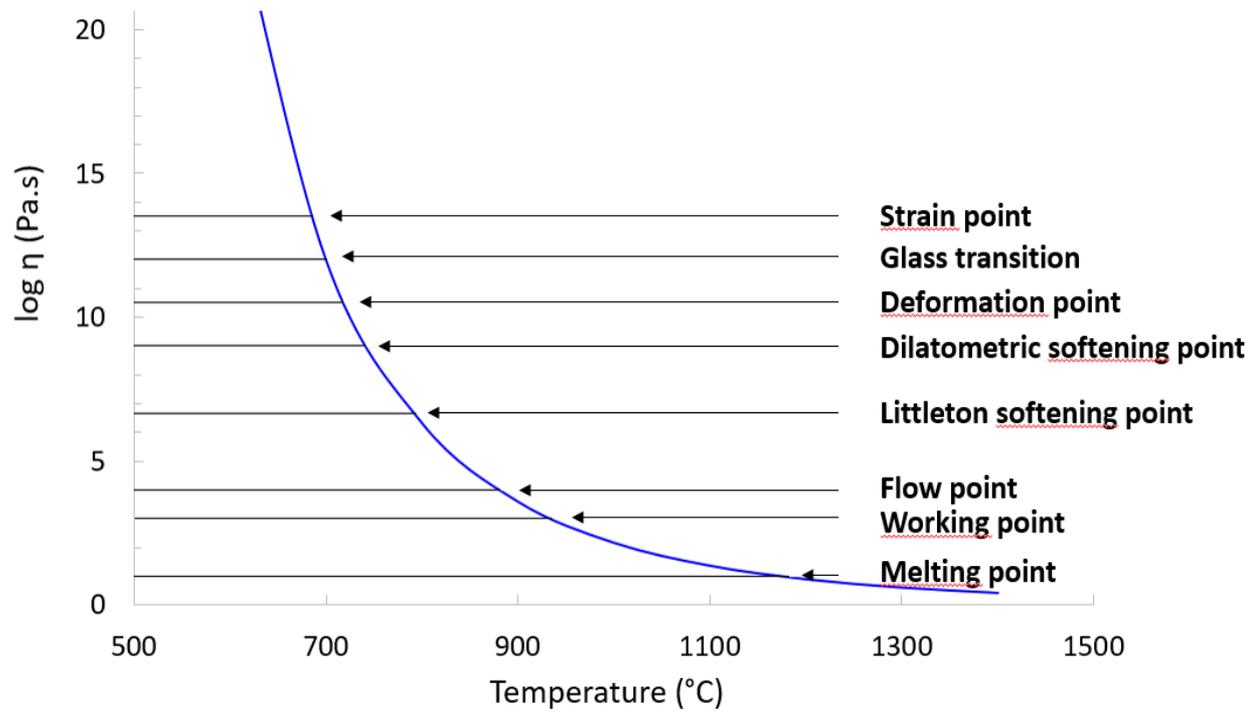


Maille BaTiO₃

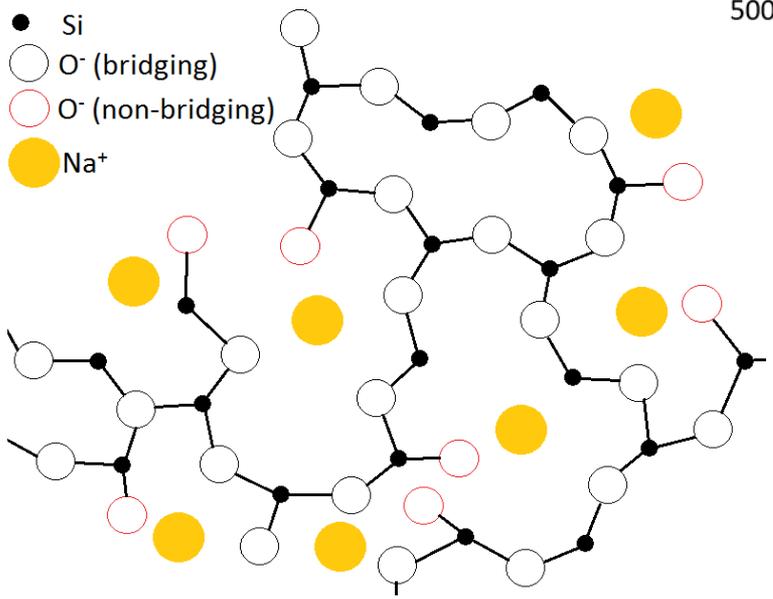


Cycle d'hystérésis d'un ferroélectrique

Material	α -quartz	LiNbO ₃	GaPO ₄	LGS
Crystal system	Trigonal	Trigonal	Trigonal	Trigonal
Piezoelectric coef. (pC/N)	$d_{11} = 2.3$	$d_{15} = 70$ $d_{22} = 21$	$d_{11} = 4.5$	$d_{11} = 6.2$
T_{melting} (°C)	1700	1260	1670	1470
T_{Curie} (°C)	573	1200	X	X
T_{max} (°C)	300	450	800	900
Thermal expansion coefficient (10^{-6} K^{-1})	0.4	$\alpha_a = 16.7$ $\alpha_c = 2.0$	$\alpha_{11} = 12.8$ $\alpha_{33} = 3.7$	$\alpha_{11} = 5.1$ $\alpha_{33} = 3.2$
Mechanical quality factor Q_M	$> 10^5$	2×10^3	10^4	1.5×10^4
Electric resistivity ρ ($\Omega \cdot \text{m}$)	$> 10^{17}$ 6×10^5 (300°C)	2×10^{12} (200°C)	10^{15} 10^5 (900°C)	$> 10^{12}$ (100°C) 10^6 (700°C)
Relative permittivity ϵ_r	4.5	$\epsilon_{r11} = 85$ $\epsilon_{r33} = 29$	6.6	$\epsilon_{r11} = 19$ $\epsilon_{r33} = 50$
SAW velocity ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	3150	4000	2500	2740
Electromech. coupling factor k (%)	0.10	2.12	0.55	0.66



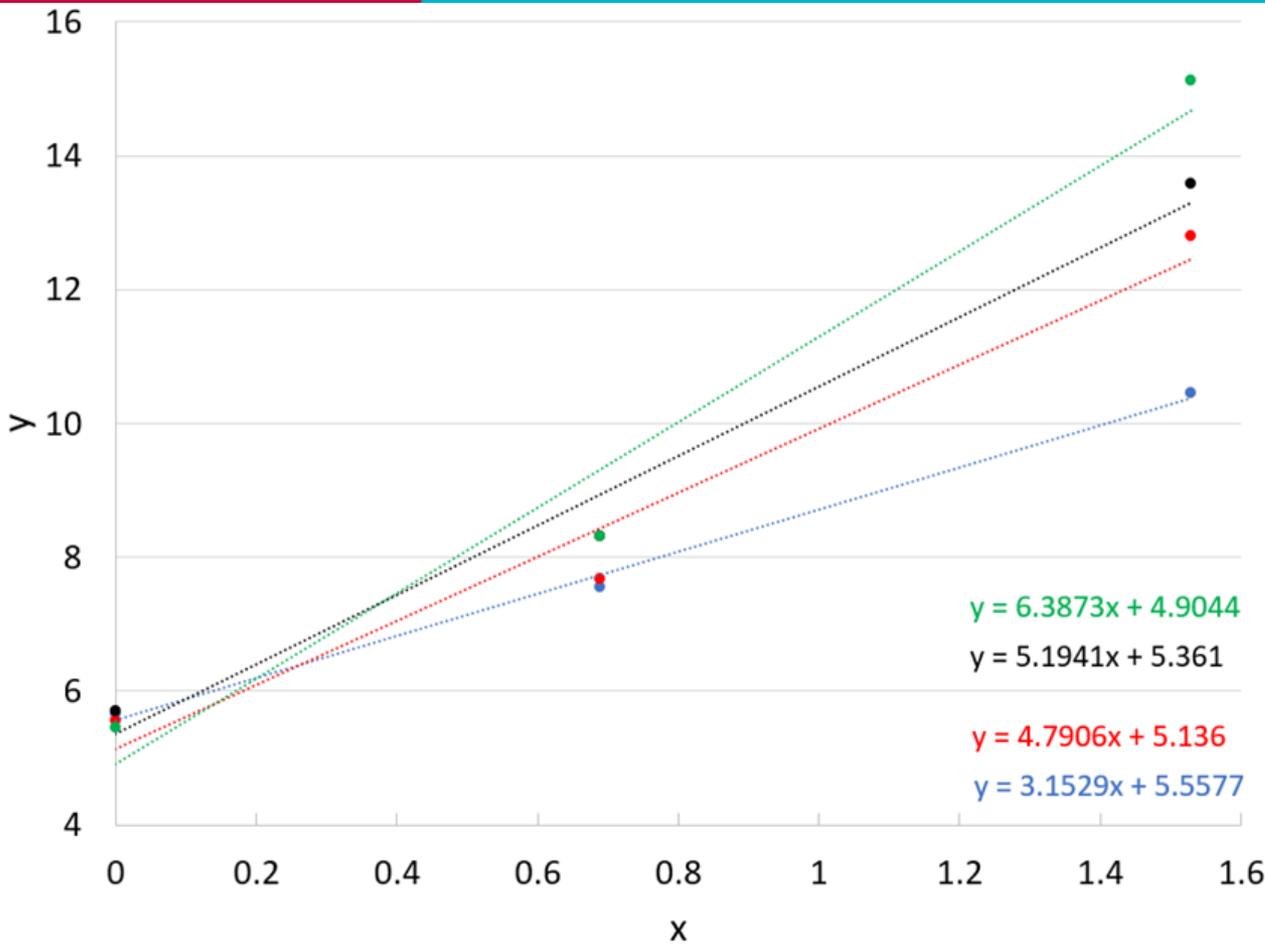
Viscosité d'un verre et points caractéristiques



Effet d'un modificateur de réseau (Na₂O ici)

Composition	2BaO-TiO ₂ -3SiO ₂	2SrO-TiO ₂ -3SiO ₂
Density	4	3.6
Relative permittivity ϵ_r	$\epsilon_{r33} = 10$	$\epsilon_{r33} = 11.5$
d_{33} (pC/N)	7	14
d_h (pC/N)	8.8	8.7
g_{33} (mV.m.N ⁻¹)	88	138
g_h (mV.m.N ⁻¹)	110	85
Quality factor Q_M	1000 - 2000 800	1000 - 1500

	Single-crystal		Glass-ceramic	
Element	Barium		Barium	Strontium
Composition	Stoichiometric		2SrO - TiO ₂ 2SiO ₂ - B ₂ O ₃	2SrO - TiO ₂ - 3.33 SiO ₂ - 0.4K ₂ O - 0.88 B ₂ O ₃
CTE (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	$\alpha \approx 6.5$ (<490 K) $\alpha_a = 2.5$ $\alpha_c = 13$ (220-500 °C)	$\alpha_a = 8.7$ $\alpha_c = 9.3$ (0 °C)	$\alpha = 9.7$ (100-500 °C)	$\alpha_a = 8.3$ $\alpha_c = 9.7$ (30-600 °C)

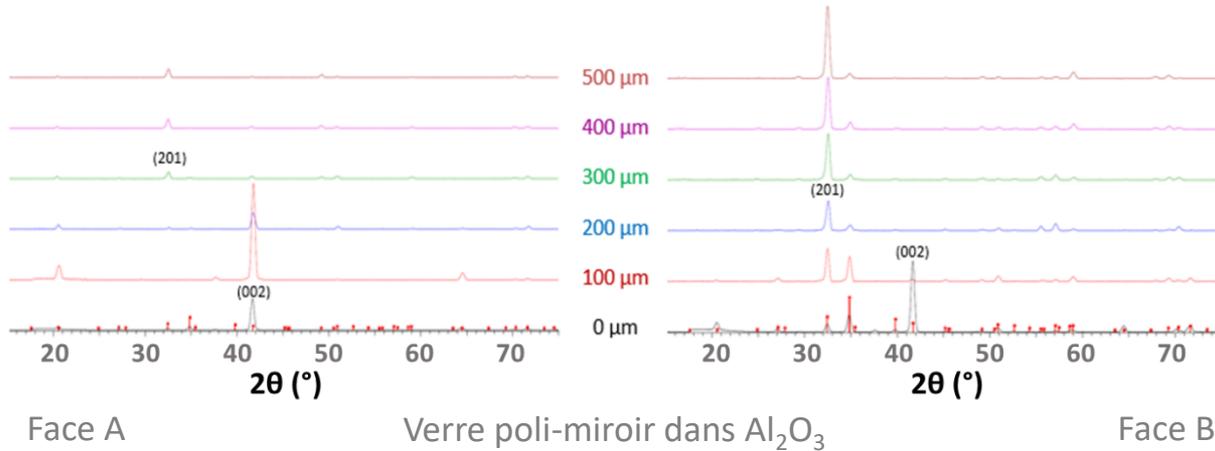


$$x = \sqrt{\frac{\gamma_L^p}{\gamma_L^d}}$$

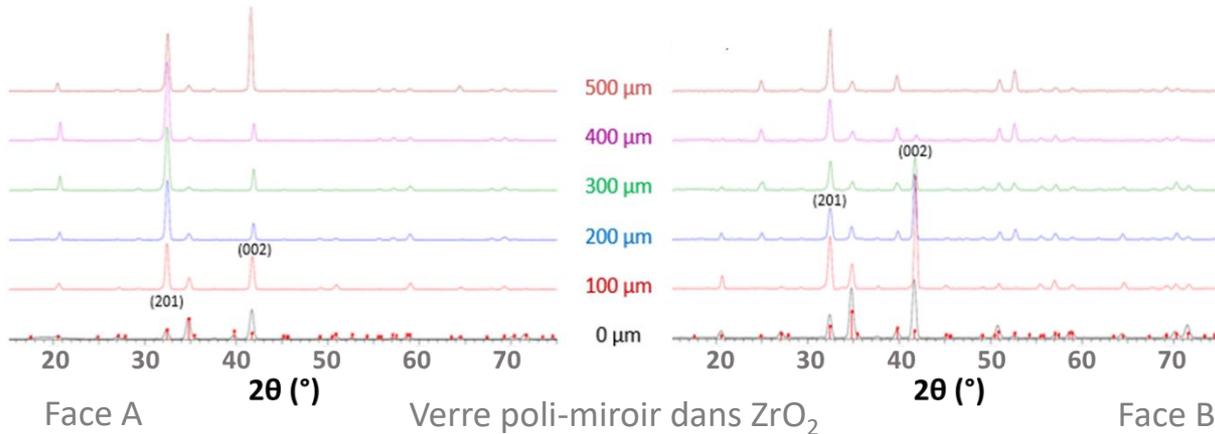
$$y = \frac{\gamma_L (1 + \cos \theta)}{2\sqrt{\gamma_L^d}}$$

	(002) P220	(201) P220	(002) Mirror	(201) Mirror
γ_s^d (mN/m)	30.89	26.38	28.74	24.05
γ_s^p (mN/m)	9.94	22.95	26.98	40.80
γ_s (mN/m)	40.83	49.33	55.72	64.85

Cristallisation en lit de poudre



Cœur échantillon poli-miroir dans Al_2O_3



Cœur échantillon poli-miroir dans ZrO_2

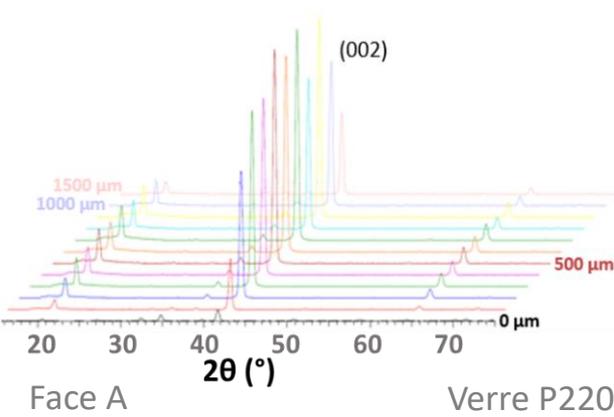


Cœur échantillon poli-miroir sous air

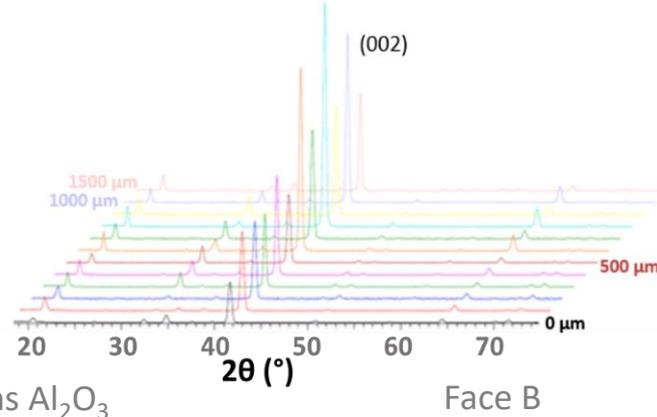
→ Surface (002) puis basculement en (201) vers 100-200 μm

→ Moins de cristallisation de volume = nucléation plus courte

Cristallisation en lit de poudre



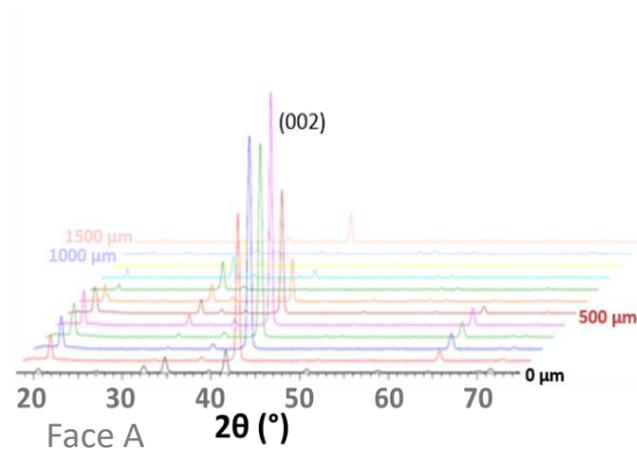
Verre P220 dans Al_2O_3



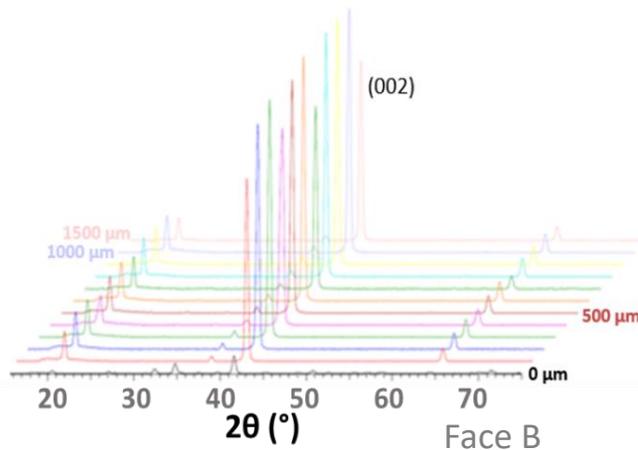
Face B



Cœur échantillon P220 dans Al_2O_3



Verre P220 dans ZrO_2



Face B



Cœur échantillon P220 dans ZrO_2



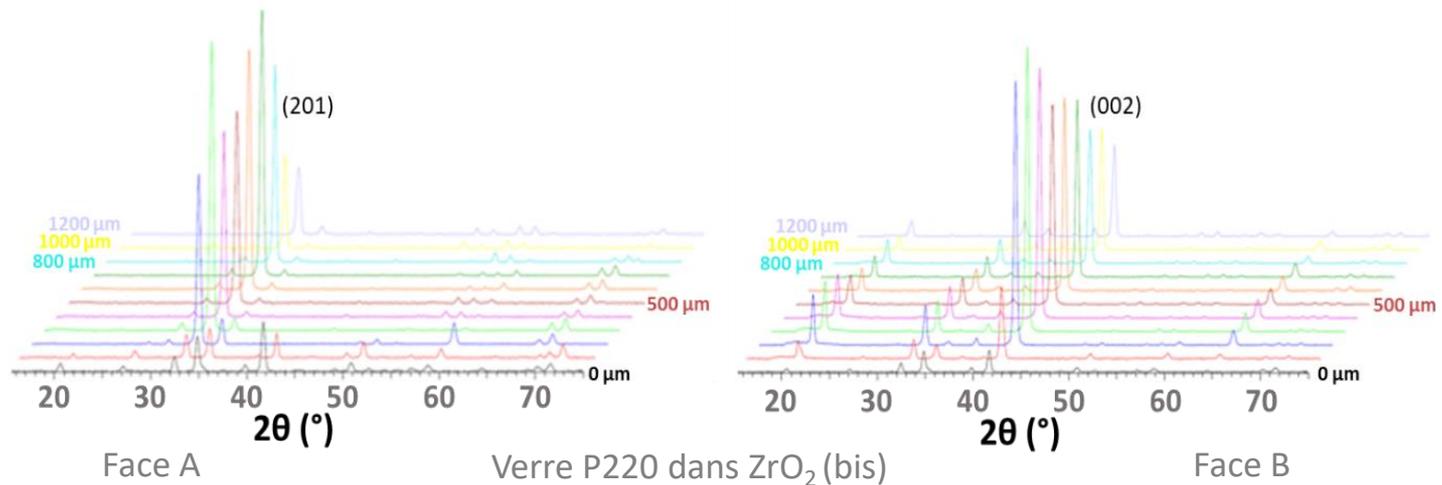
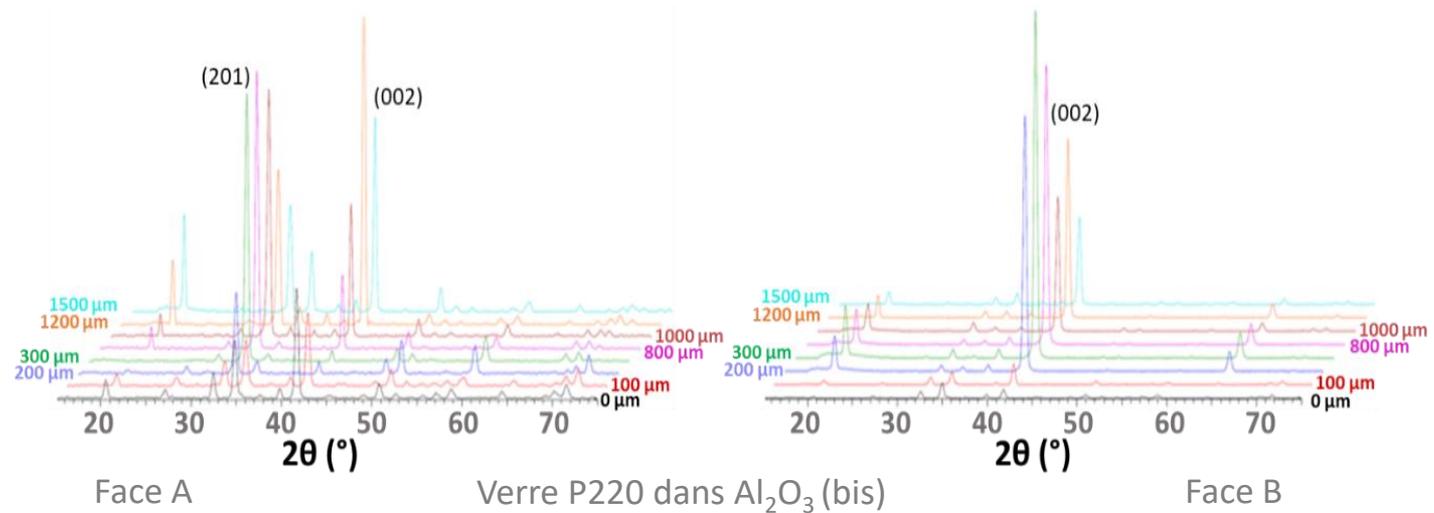
Cœur échantillon P220 sous air

→ Forte orientation (002) sur plus de 1500 μm (sauf ZrO_2 -A)

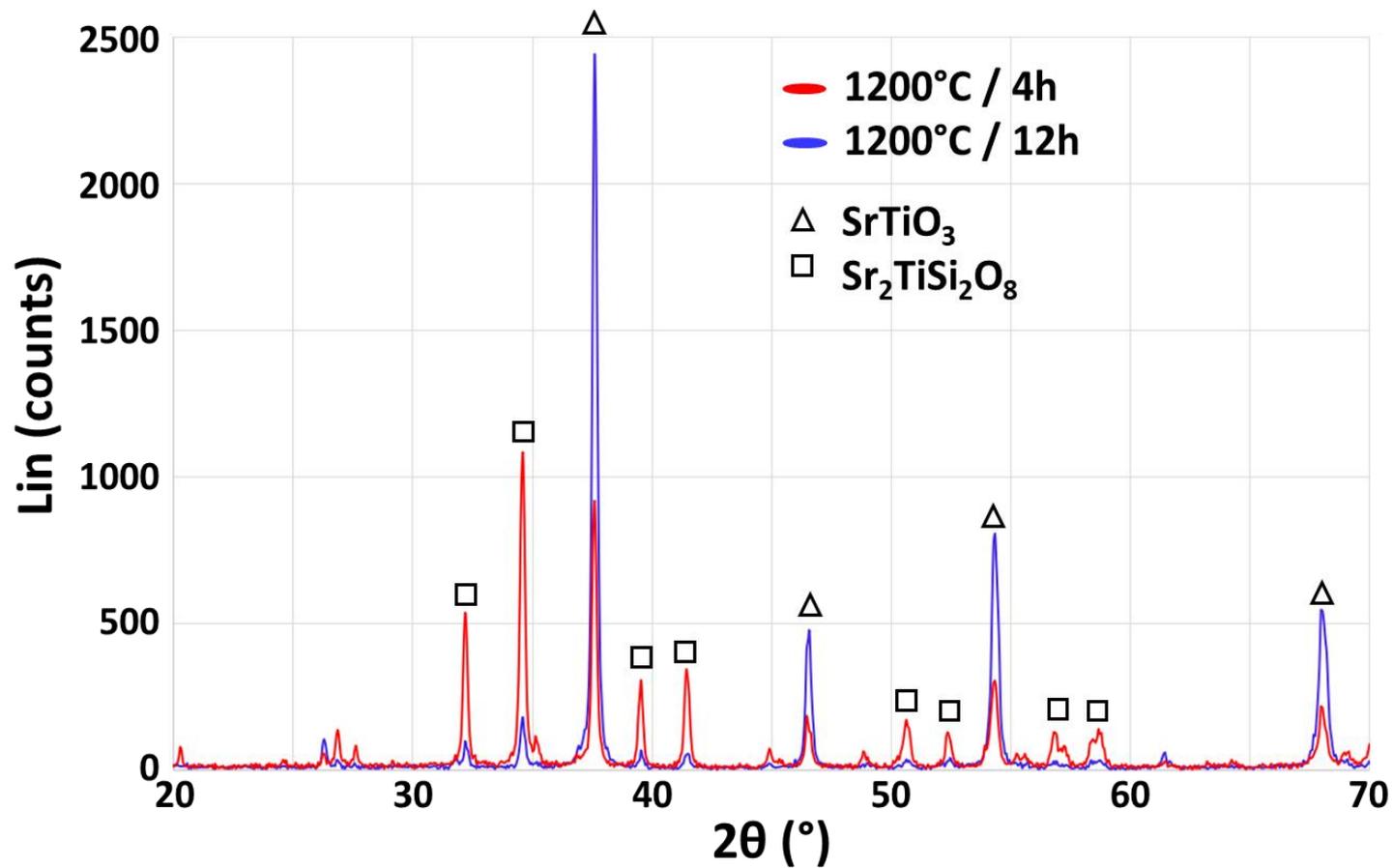
→ Cristallisation de volume = faible influence sur la nucléation

Cristallisation en lit de poudre

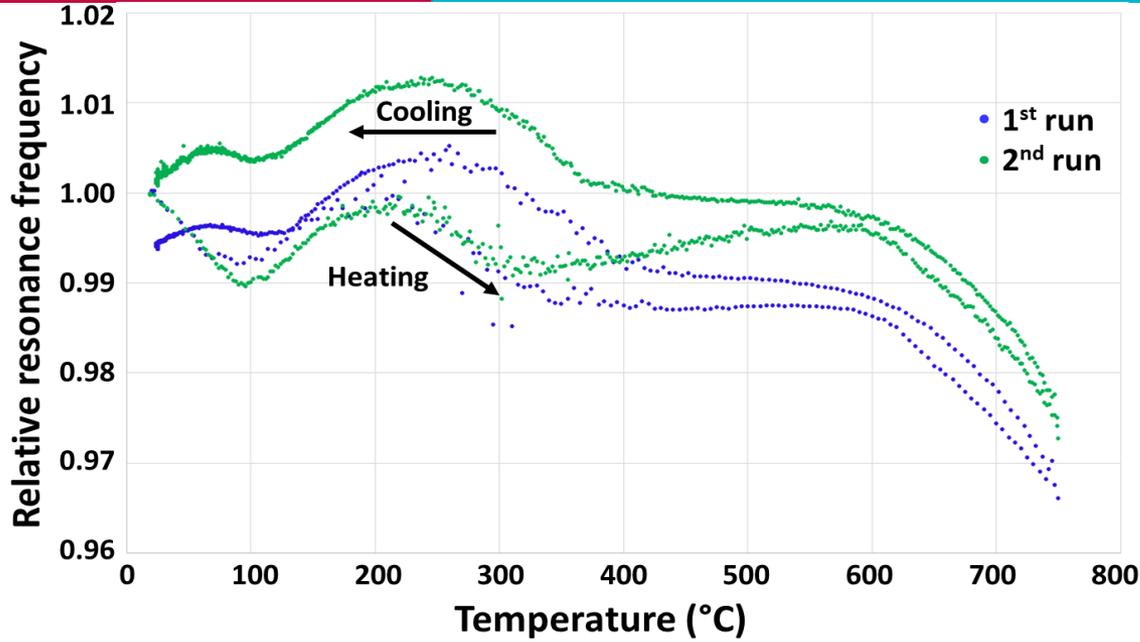
- Essais de reproductibilité sur P220



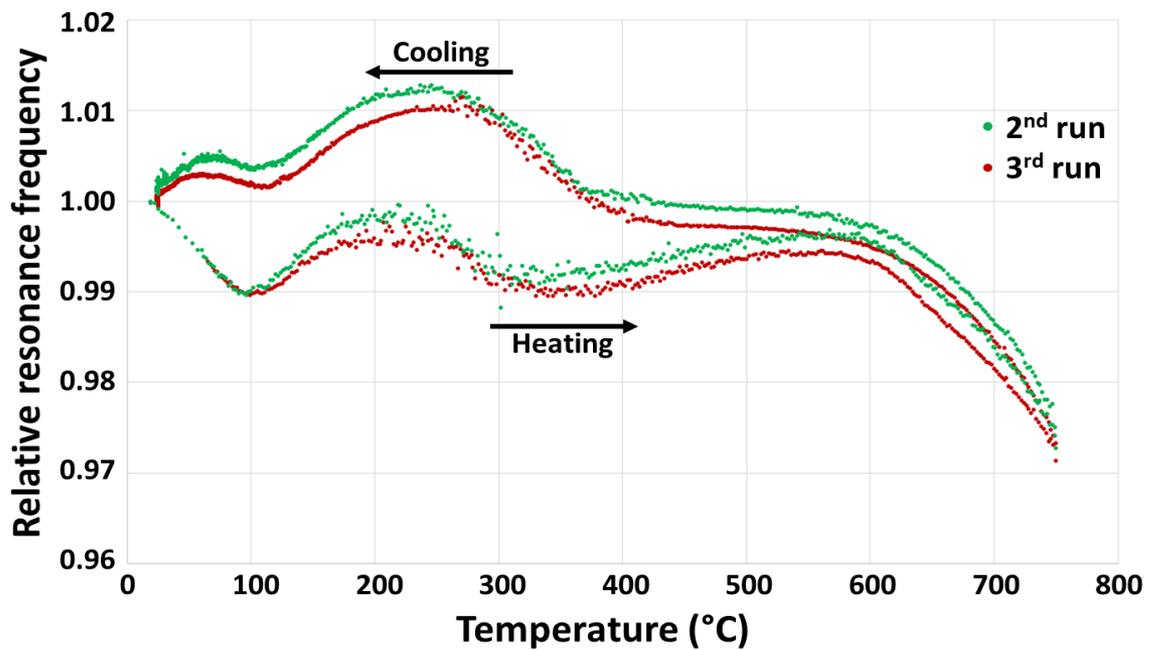
→ Faible reproductibilité pour P220



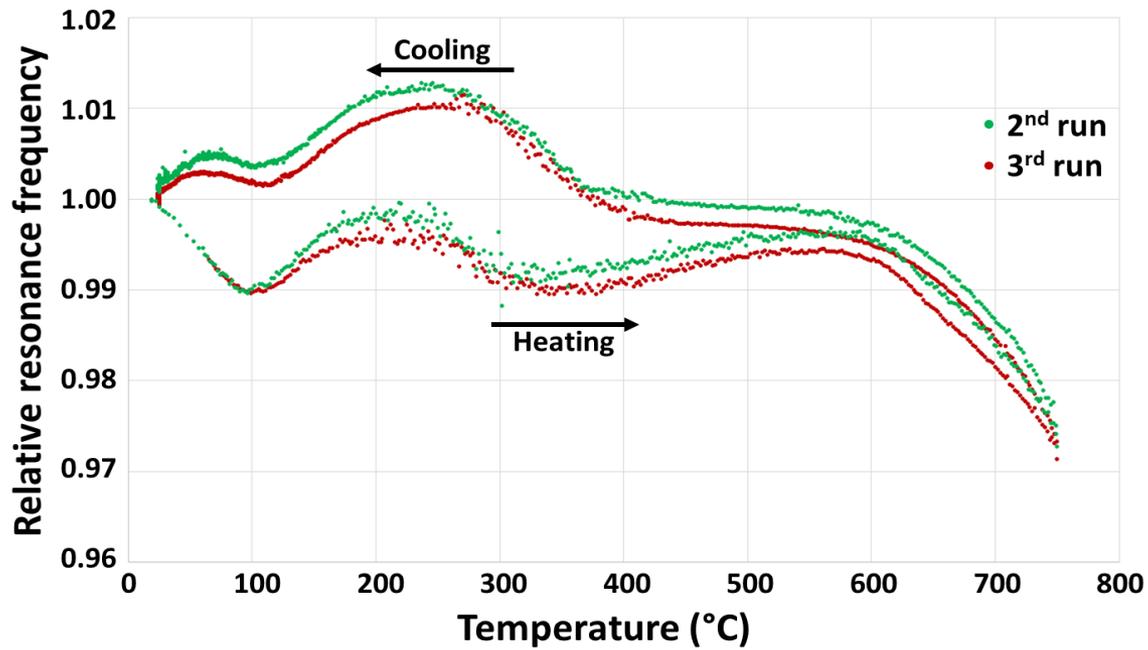
DRX de A10 après TT à 1200°C



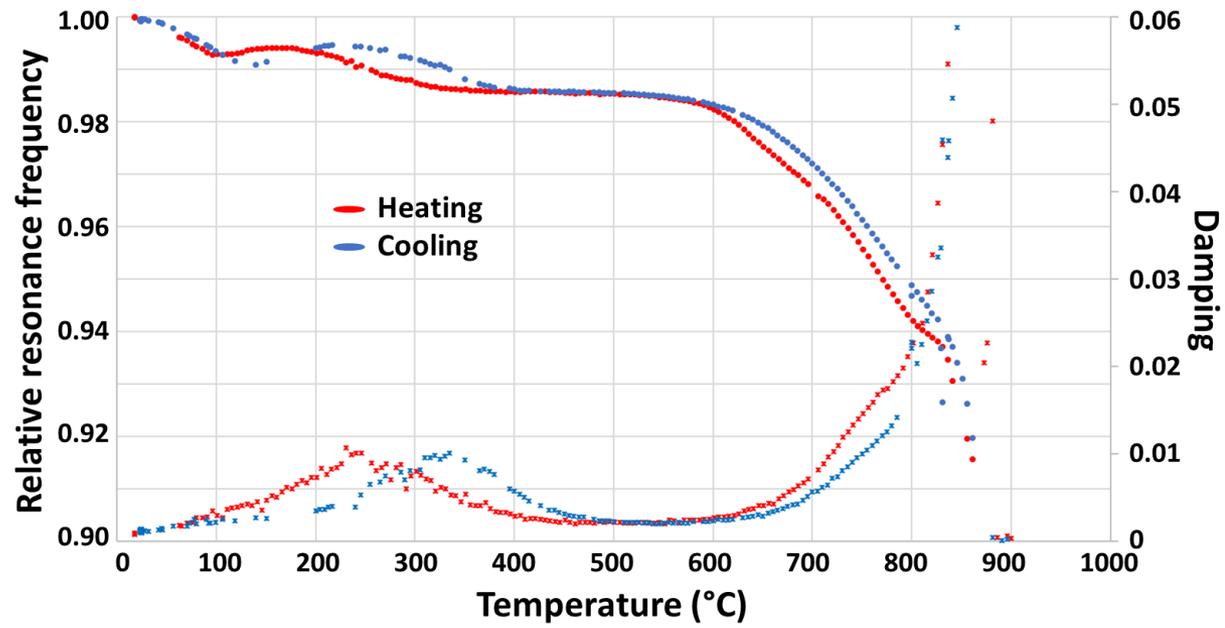
IET – Essais 1 & 2



IET – Essais 2 & 3



IET - A10



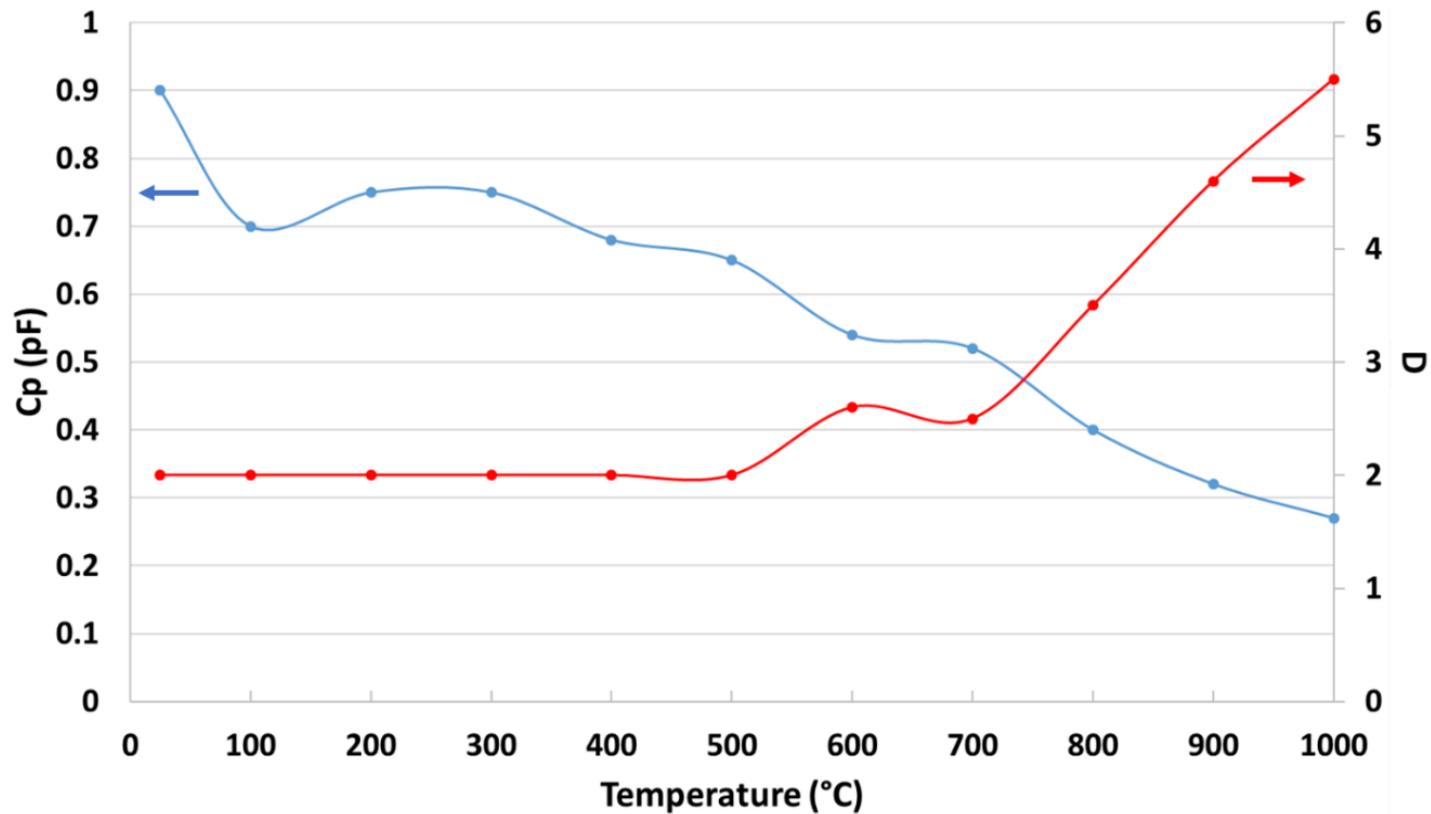
IET - A10VR2 (plus de VR)

$$\frac{k_{31}^2}{1 - k_{31}^2} = \frac{\pi f_M}{2 f_m} \tan \left[\frac{\pi}{2} \left(\frac{f_M}{f_m} - 1 \right) \right]$$

$$s_{11}^E = \frac{1}{4 \rho f_m^2 L^2}$$

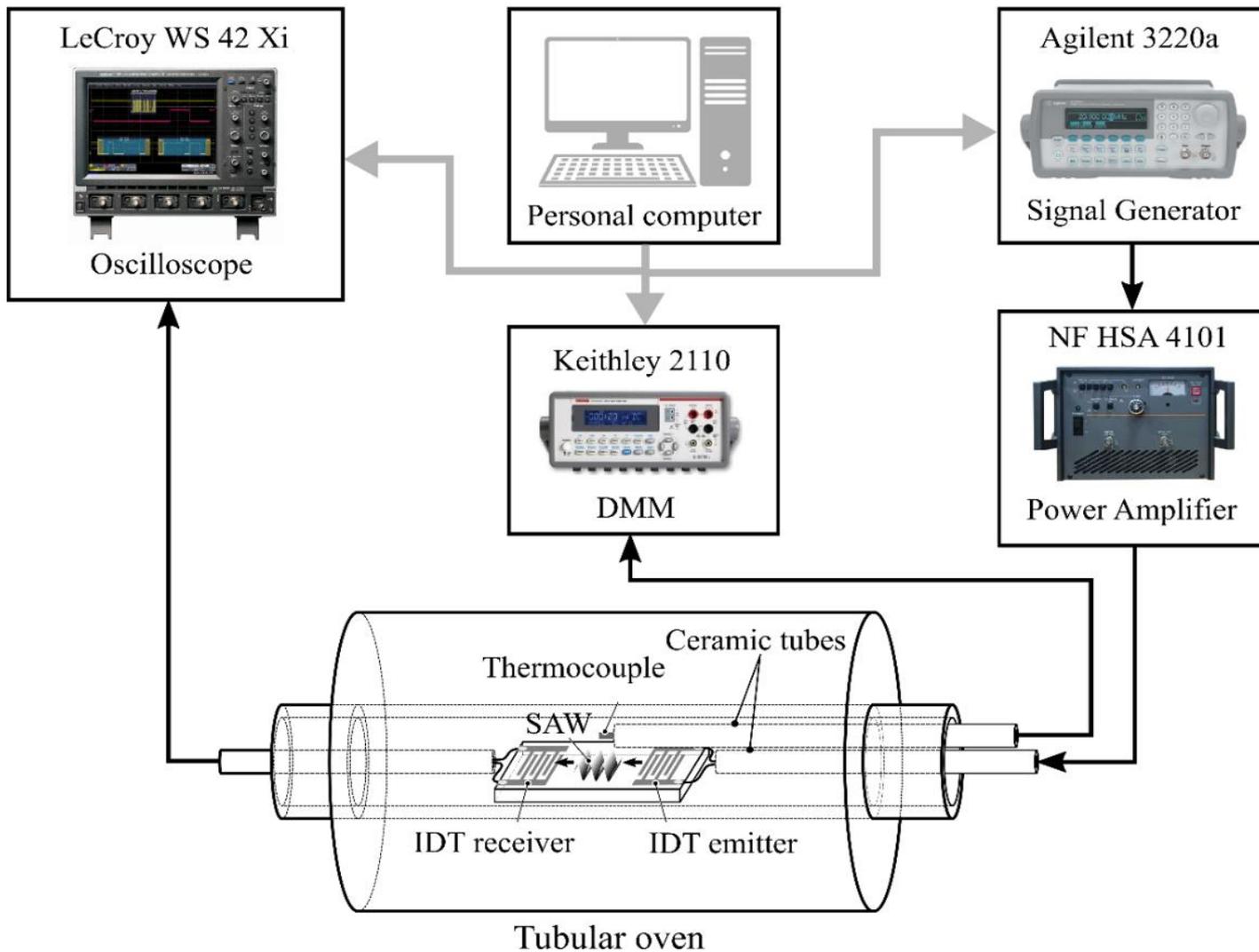
$$\varepsilon = Cp \frac{t}{A}$$

$$d_{31} = k_{31} \sqrt{\varepsilon_{33}^T s_{11}^E}$$



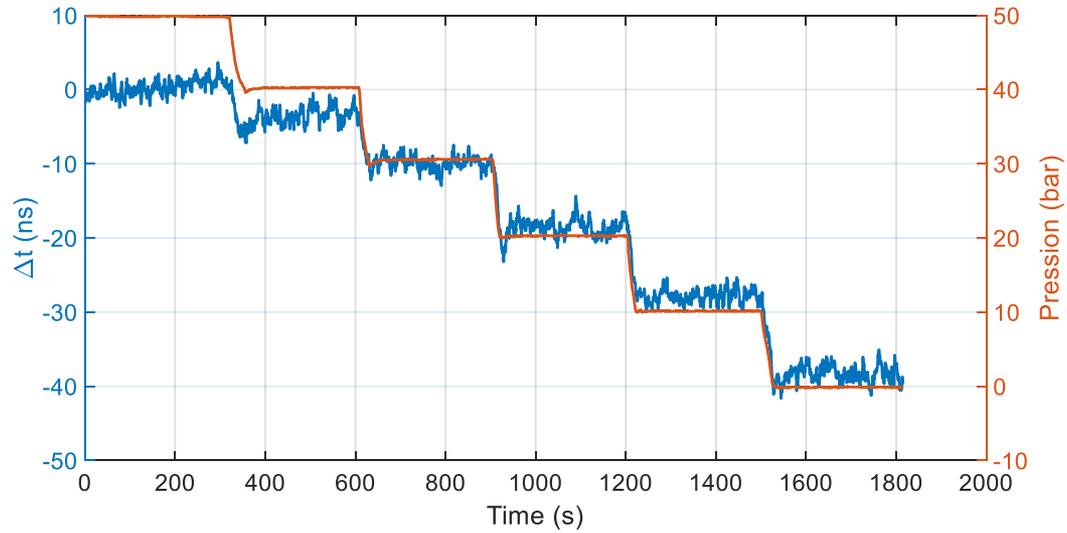
Mesure de Cp et pertes à vide en température

T(°C)	200	300	400	500	550
ϵ_r (measurements)	10.64	10.96	11.94	15.53	18.75
ϵ_r (literature)	10	10	12	15	18

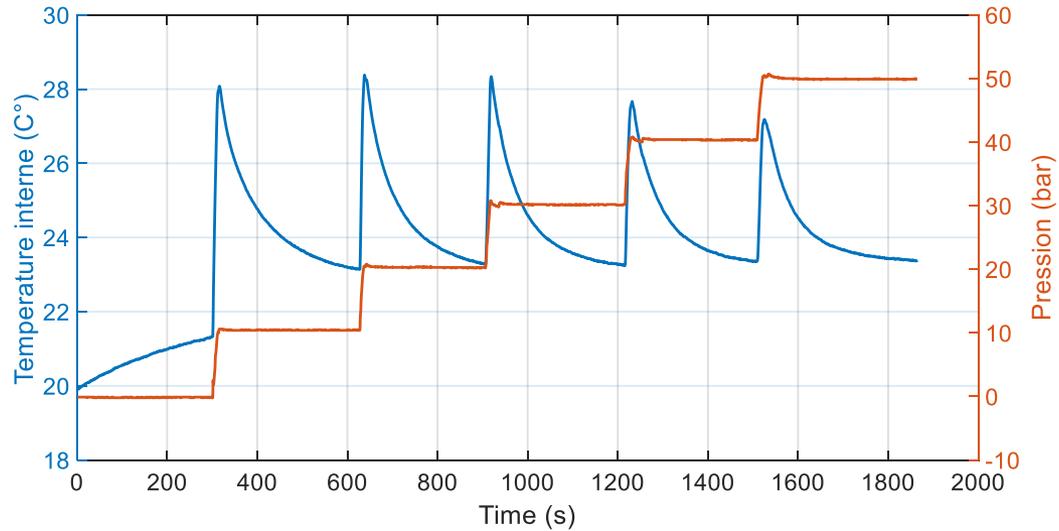


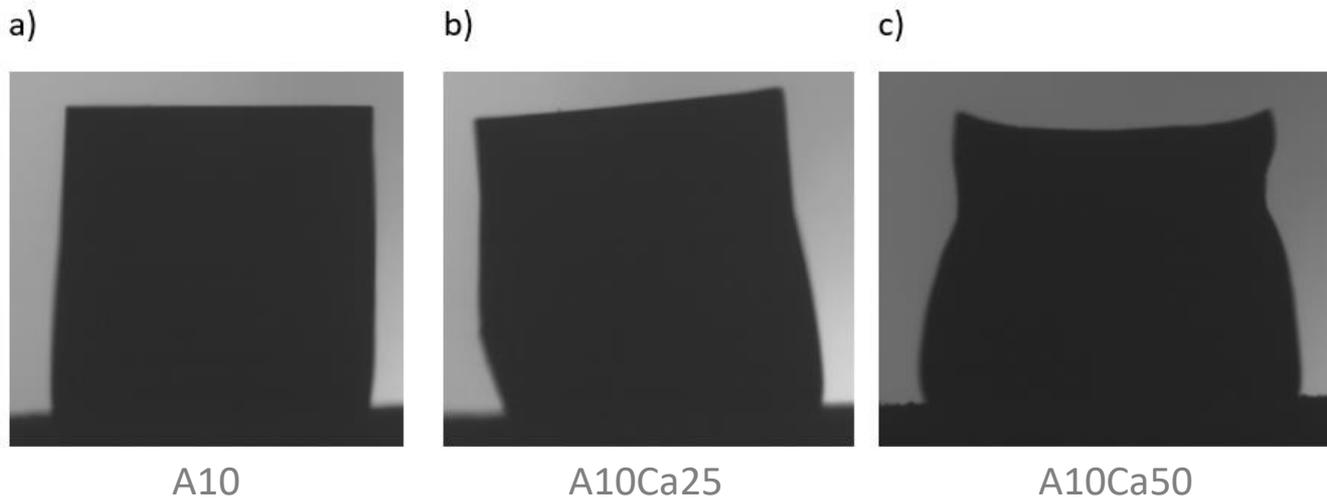
Setup pour l'émission et l'acquisition des SAW

Evolution du délai temporel et de la pression au cours de temps de mesure

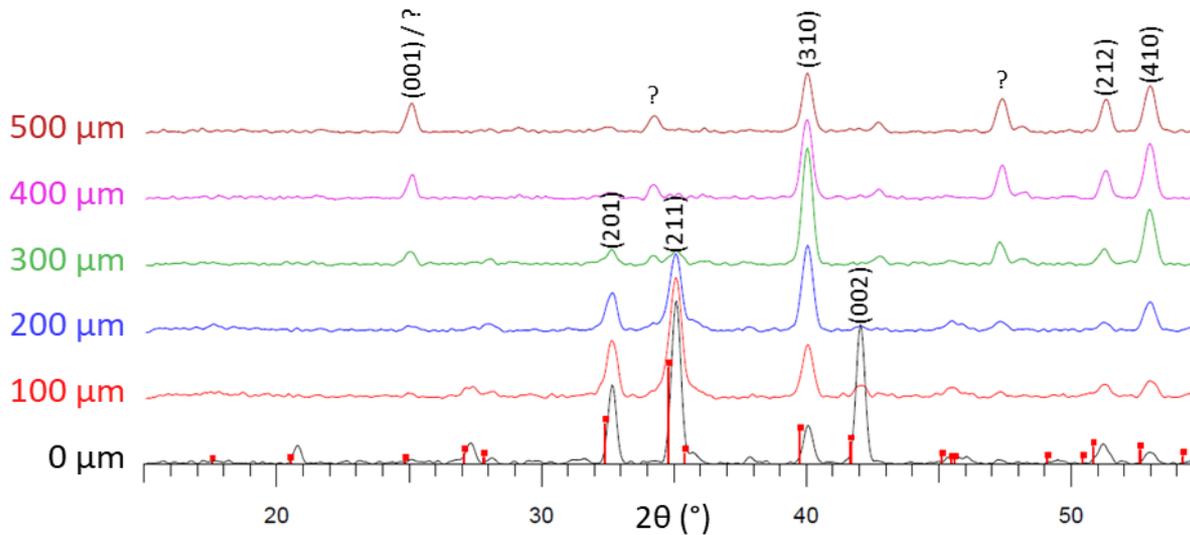


Température interne et la pression en fonction du temps de mesure

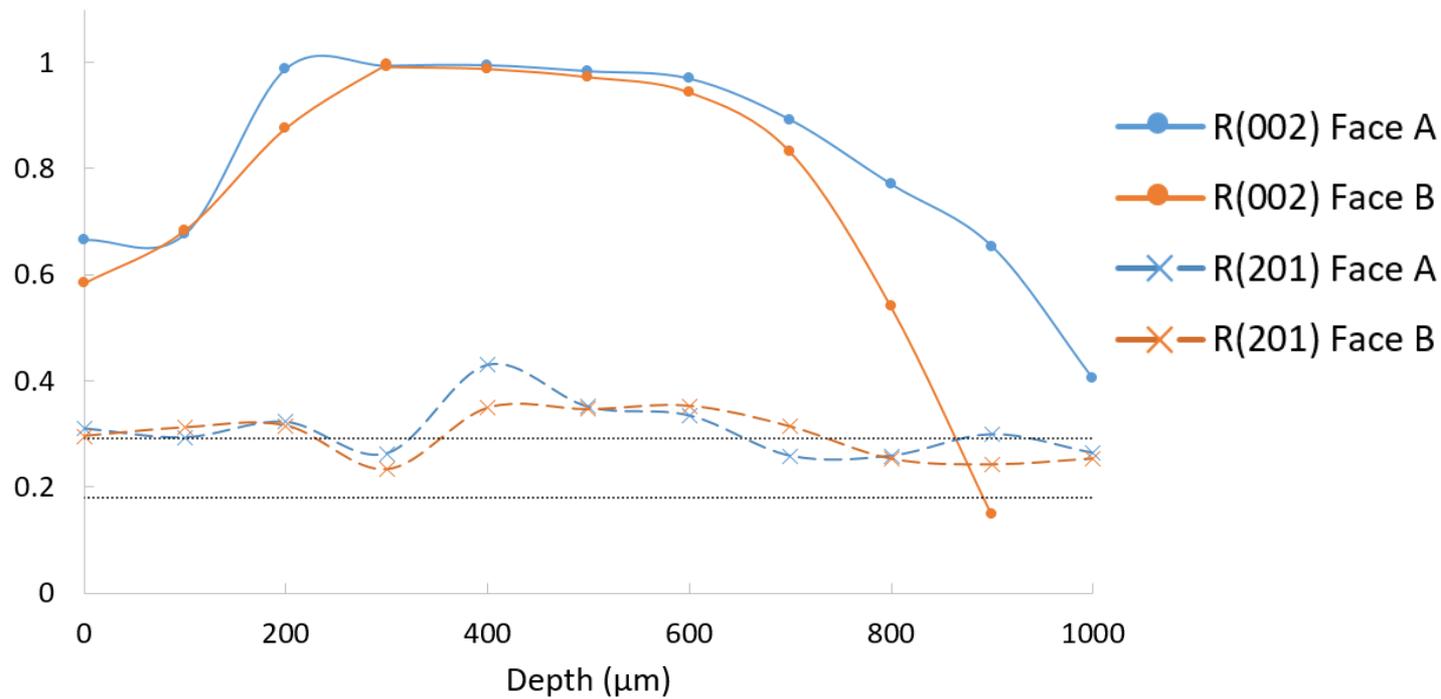
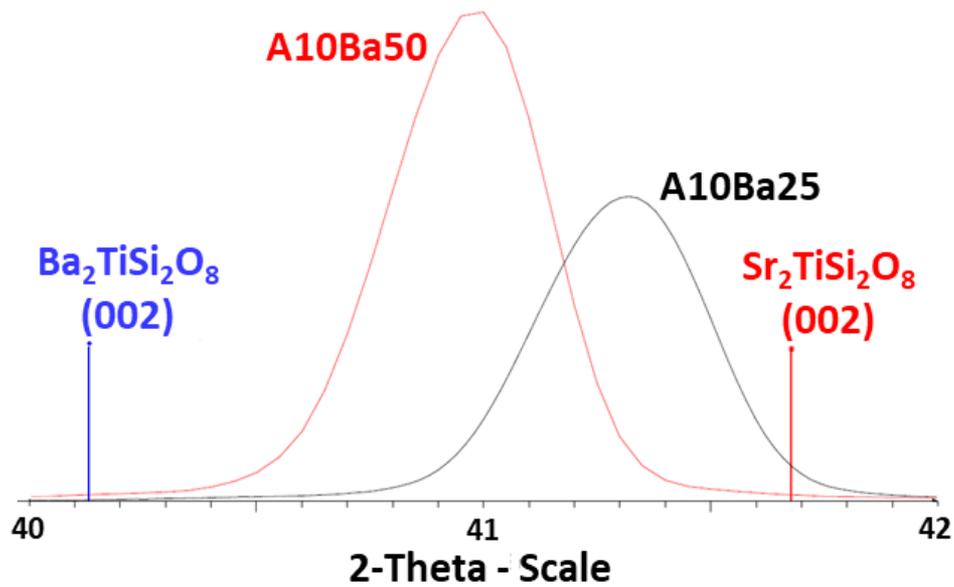




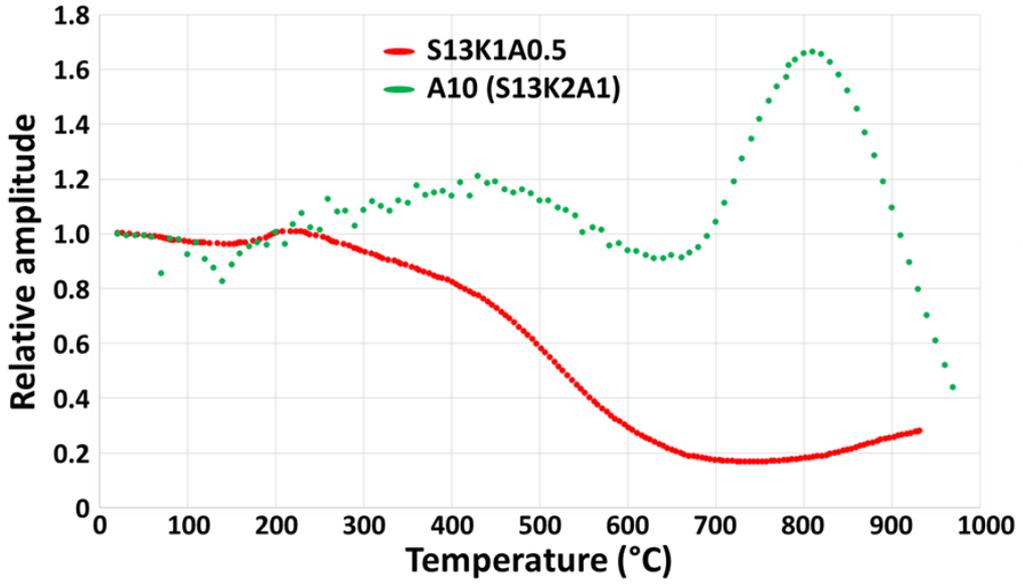
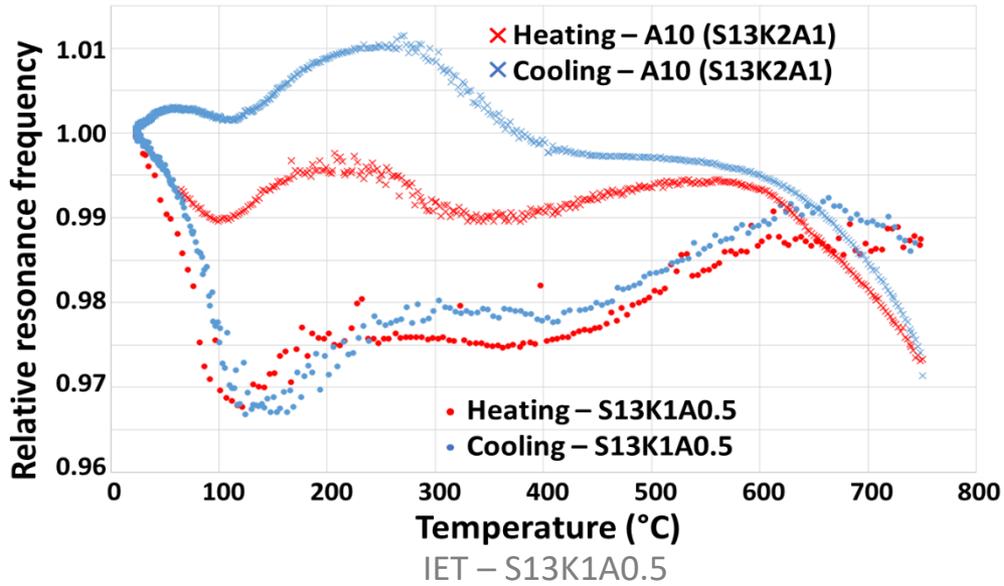
Dilatométrie optique – Photo à 950°C



DRX A10Ca50 dans Al₂O₃ cristallisé à 900°C



Série 3



Amplitude relative SAW chauffe – A10 VS S13K1A0.5

- Comparaison IET entre A10 et S13K1A0.5 (même rampe 10°C/min) :

- Comportements semblables
- Pas d'hystérésis pour S13K1A0.5 = pas en accord avec \nearrow de $\Delta\alpha$

- Endommagement pas réparé à 750°C car VR trop visqueux ?

- Signal SAW S13K1A0.5 :

- Pas d'hystérésis non plus
- Chute monotone entre 200°C et 700°C

- S13K1A0.5 plus efficace aux HT

- Forte influence d'une légère variation du verre résiduel

	Poids (g)	Prix (€/kg)	€/g	Coût €				
SrCO3	67.6267232	129	0.129	8.72384729				
TiO2	18.2927	33.9	0.0339	0.62012253				
SiO2	45.4142254	149	0.149	6.76671958				
K2CO3	6.33099961	80.25	0.08025	0.50806272				
Al2O3	2.33535189	150	0.15	0.35030278				
Total	140			16.9690549	Total raw materials plaque entière			
Coût des cycles de chauffe ?	P (kW)	t	€ kWh	Coût (€)				
Fusion	1500°C / 2h	12	2	0.15	3.6	TOTAL =	14.7868224	par capteur
Recuit	700°C / 1h	3	1	0.15	0.45			2 MHz
Cristallisation (Empreinte)	900°C / 15h 800°C / 2h	3 3	15 2	0.15 0.15	6.75 0.9			(2 par plaque)
Collage	1000°C / 2h	3	2	0.15	0.9			
Ablation laser		0.51	0.06	0.15	0.00459			
					12.60459	Total elec		