MESURE OPTIQUE DE CONSTANTES PIÉZOÉLECTRIQUES À L'AIDE D'UNE SONDE INTERFÉROMÉTRIQUE HÉTÉRODYNE

D. Royer, V. Kmetik

► To cite this version:

D. Royer, V. Kmetik. MESURE OPTIQUE DE CONSTANTES PIÉZOÉLECTRIQUES À L'AIDE D'UNE SONDE INTERFÉROMÉTRIQUE HÉTÉRODYNE. Journal de Physique IV Proceedings, 1992, 02 (C1), pp.C1-785-C1-788. 10.1051/jp4:19921171 . jpa-00251132

HAL Id: jpa-00251132

<https://hal.science/jpa-00251132>

Submitted on 1 Jan 1992

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

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

MESURE OPTIQUE DE CONSTANTES PIÉZOÉLECTRIQUES À L'AIDE D'UNE SONDE INTERFÉROMÉTRIQUE HÉTÉRODYNE

D. ROYER et V. KMETIK*

Laboratoire Ondes et Acoustique de l'Université Paris 7, ESPCI, 10 rue Vauquelin, F-75231 Paris cedex 05, France

**Faculté des Sciences Nucléaires et Ingénierie Physique, Département d'Electronique Physique, Brehova 7, 110 00 Prague 1, Czechoslovakia*

Résumé. Plusieurs constantes piézoélectriques de cristaux (SiO_2 , LiNbO_3) et de polymères (PVDF) ont été déterminées par mesure, avec un interféromètre hétérodyne, de la déformation de l'échantillon. Le déplacement minimum détectable avec cet instrument est de 10^{-3} Å, la précision des mesures est de 5%. L'influence de la liaison avec le support sur le déplacement de la surface libre d'une plaquette a été établie et vérifiée expérimentalement. La valeur généralement admise du module d_{11} du quartz ($2,31 \times 10^{-12}$ m/V) a été confirmée. Pour le niobate de lithium, dont la valeur de d_{33} est contreversée, nous avons trouvé $d_{33} = 9,5 \times 10^{-12}$ m/V. Dans le cas du PVDF, la méthode conduit à une constante d_{33} ($13,6 \times 10^{-12}$ m/V) plus de deux fois plus faible que celle indiquée par le fabricant.

Abstract. Piezoelectric constants of crystals (SiO_2 , LiNbO_3) and polymers (PVDF) have been determined using an optical heterodyne interferometer to measure the strain. With this set-up, the minimum detectable displacement is 10^{-3} Å and the accuracy is 5%. The effect of the bonding to the support has been analysed and experimentally checked. The well established value of modulus d_{11} of quartz (2.31×10^{-12} m/V) has been confirmed. For LiNbO_3 the controversial value of d_{33} was determined as 9.5×10^{-12} m/V. For PVDF, the method leads to a constant d_{33} (13.6×10^{-12} m/V) more than two times smaller than the figure given by the manufacturer.

1 - INTRODUCTION

Les constantes piézoélectriques sont habituellement déterminées à partir de la différence relative des fréquences de résonance et d'antirésonance d'une plaquette ou d'un barreau. Cette méthode est en principe très précise car elle repose sur une mesure de fréquences. En pratique, elle présente quelques inconvénients: i) le calcul de la constante piézoélectrique nécessite la connaissance de constantes diélectriques qui varient souvent avec la fréquence; ceci est un facteur d'erreur important dans certains cas, ii) elle ne fournit de résultats qu'à la seule fréquence de résonance dont la valeur, liée aux dimensions de l'échantillon, est supérieure à 100 kHz pour des cristaux d'un volume de l'ordre du cm^3 , iii) elle est difficilement applicable aux matériaux à faible coefficient de qualité mécanique tels que les polymères piézoélectriques (PVDF) ou les composites constitués d'éléments en céramique piézoélectrique noyés dans une résine.

Des méthodes statiques peuvent alors être employées: mesure, par variation de capacité ou par déplacement d'interfranges optiques, des déformations dues à un champ électrique. Ces techniques nécessitent l'application de tensions électriques de plusieurs centaines ou milliers de volts [1].

Les mesures en régime harmoniques présentent de nombreux avantages: élimination des effets de dérive, possibilité d'utiliser une détection synchrone pour réduire le bruit. Le coefficient d représente le rapport entre le déplacement de la surface de l'échantillon piézoélectrique et la tension électrique appliquée. Dans les matériaux usuels, d est de l'ordre de 10^{-12} à 10^{-11} m/V, le déplacement mécanique créé en dehors de toute résonance mécanique par une tension de quelques dizaines de volts est donc d'une fraction d'angström. La mesure optique de déplacements aussi petits, si elle est possible avec une précision suffisante, est le moyen le plus direct pour accéder aux constantes piézoélectriques.

2 - ANALYSE

Nous avons utilisé deux types d'échantillons: des batonnets (quartz) et des plaques minces (LiNbO_3 PVDF). Un batonnet de longueur L selon l'axe x_1 , rigidement lié en $x_1 = 0$ à un support est libre de toute contrainte: il peut se déformer dans toutes les directions. La loi de comportement qui relie les déformations S_α (notation matricielle) aux contraintes T_β et aux composantes E_i du champ électrique [2]

$$S_\alpha = s_{\alpha\beta} T_\beta + d_{i\alpha} E_i \quad \alpha, \beta = 1, 2, \dots, 6, \quad i = 1, 2, 3 \quad (1)$$

se réduit, puisque $T_\beta = 0$, à $S_1 = d_{11} E_1$. En intégrant de 0 à L , comme $u(0) = 0$, la mesure du déplacement u de la surface $x_1 = L$ donne directement le coefficient piézoélectrique du matériau:

$$u = u(L) = -d_{11} V. \quad (2)$$

Ce n'est plus le cas pour une plaquette mince, rigidement liée à un substrat épais, car celle-ci n'est plus libre de se déformer que selon son épaisseur. Le coefficient de proportionnalité entre la déformation et le champ électrique est modifié par les contraintes qui prennent naissance dans le solide piézoélectrique. Le terme correctif dépend de la symétrie et de l'orientation du cristal. Pour une plaquette de niobate de lithium (classe 3m) de coupe Z (axe x_3), comme $u_1 = u_2 = 0$, les déformations S_1 , S_2 et S_6 (S_{12}) sont nulles à l'interface $x_3 = 0$ avec le substrat. Si la fréquence est très petite devant les fréquences de résonance de la plaquette, ces déformations peuvent être supposées nulles dans toute son épaisseur h . De même, les contraintes normales T_3 , T_4 et T_5 , qui sont nulles sur la surface libre $x_3 = h$, sont quasiment nulles partout. L'équation 1 s'écrit alors

$$S_\alpha = s_{\alpha 1}^E T_1 + s_{\alpha 2}^E T_2 + s_{\alpha 6}^E T_6 + d_{3\alpha} E_3 \quad (3)$$

Compte tenu des matrices de souplesse $s_{\alpha\beta}$ et de piézoélectricité $d_{3\alpha}$ des cristaux de la classe 3m [2], les contraintes induites par la liaison rigide au substrat sont égales à

$$T_1 = T_2 = -\frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} E_3, \quad T_6 = 0 \quad (4)$$

La déformation S_3 est proportionnelle à E_3 , avec un coefficient effectif

$$d_{33}' = d_{33} - 2 \frac{d_{31} s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} = d_{33} - \delta_{33} \quad (5)$$

inférieur au module piézoélectrique d_{33} . Le terme correctif, calculé avec les constantes de Warner et al [3] est, pour le niobate de lithium, égal à

$$\delta_{33}(\text{LiNbO}_3) = 0,62 \times 10^{-12} \text{ m/V} \quad (6)$$

3 - DISPOSITIF DE MESURE

Le dispositif expérimental met en oeuvre, pour la mesure des déplacements, une sonde optique hétérodyne de type Mach-Zehnder (figure 1.a). Dans cet interféromètre [4], la fréquence (f_L) du faisceau sonde S est décalée de f_B (70 MHz) par diffraction sous incidence de Bragg dans un modulateur acousto-optique. Après réflexion sur la surface de l'échantillon, la phase de ce faisceau (nombre d'onde $K = 2\pi/\lambda$) est modulée d'une quantité $2Ku \cos(\omega t + \varphi)$ par le déplacement d'amplitude u de la surface à la fréquence angulaire $\omega = 2\pi f$. Le courant, de fréquence porteuse f_B , résultant des battements sur la photodiode du faisceau sonde S avec le faisceau de référence R (de fréquence f_L) est aussi modulé en phase:

$$i(t) = I_0 \cos [\omega_B t + 2Ku \cos(\omega t + \varphi)] \quad (7)$$

Le spectre de $i(t)$ comprend une raie centrale à la fréquence f_B et des raies latérales aux fréquences $f_B \pm n f$ dont les amplitudes sont données par les fonctions de Bessel $J_n(2Ku)$ de l'excursion de phase $2Ku$. Si le déplacement u est petit devant la longueur d'onde optique ($Ku \ll 1$) soit pratiquement $u < 200 \text{ \AA}$,

le spectre se réduit à la raie centrale ω_B et aux deux raies latérales voisines (figure 1.b):

$$i(t) = I_0 \{ \cos(\omega_B t) + Ku \cos[(\omega_B + \omega)t + \varphi] - Ku \cos[(\omega_B - \omega)t - \varphi] \} \quad (8)$$

Il est important de noter que le rapport $R = Ku$ des hauteurs de la raie centrale et de l'une des raies latérales fournit l'amplitude absolue de la vibration mécanique en régime permanent indépendamment de la puissance lumineuse réfléchie par la surface: pour un faisceau laser He - Ne ($\Lambda = 6\,328 \text{ \AA}$):

$$u \text{ (en angström)} = 1007 / R \quad (9)$$

La sensibilité est, dans le domaine des fréquences supérieures à 100 kHz, limitée par le bruit de photon à $10^{-4} \text{ \AA}$ pour une bande passante de détection de 1 Hz [4]. La fréquence des mesures doit être nettement inférieure aux fréquences des résonances mécaniques, c'est-à-dire au plus de quelques dizaines de kHz pour des échantillons de dimensions de l'ordre du cm. Pour démoduler le photocourant à ces fréquences, nous avons utilisé un circuit de détection à boucle de phase [5] dont la fréquence de coupure basse est 1 kHz. En raison des bruits supplémentaires, d'origines mécanique et thermique et du bruit de phase de la source HF alimentant le modulateur acousto-optique, la sensibilité est réduite à $10^{-3} \text{ \AA}/\sqrt{\text{Hz}}$ entre 1 et 100 kHz.

La procédure expérimentale est la suivante: pour chaque échantillon, la courbe de réponse en fréquence est tracée avec cette électronique associée à une détection synchrone ($B = 1\text{Hz}$). Le rapport R des amplitudes des raies centrale et latérales est ensuite déterminé (à 0,4 dB près) avec un analyseur de spectre Tektronix 2710, dans un domaine de fréquence non perturbé par les résonances mécaniques. La valeur absolue du déplacement se déduit (avec une précision de 5 %) de la relation 9.

4 - RESULTATS

Pour valider la méthode, une première série de mesures a porté sur la constante d_{11} (bien connue) du quartz. Le barreau de dimensions ($3 \times 3 \times 14 \text{ mm}^3$), orienté selon l'axe X, est excité par une tension alternative d'amplitude 10,55 V; il présente une résonance vers 80 kHz. L'amplitude du déplacement, mesurée entre 3 et 30 kHz: $u = 0,251 \text{ \AA}$, correspond à une valeur

$$d_{11}(\text{SiO}_2) = (2,38 \pm 0,1) \times 10^{-12} \text{ m/V}. \quad (10)$$

en bon accord avec celle ($2,31 \times 10^{-12} \text{ m/V}$) généralement admise [6].

Le niobate de lithium est un matériau très important pour l'acoustique et l'optique intégrée. Il est couramment utilisé pour engendrer des ondes de Rayleigh ou des ondes de volume à fréquence élevée. Il existe une très forte dispersion sur la constante d_{33} ; selon les auteurs et la méthode de mesure, la valeur attribuée varie entre 6 et 18,9 pm/V [6]. Dans une première expérience, une plaquette de LiNbO_3 ($14 \times 14 \times 1 \text{ mm}^3$) de coupe Z est rigidement liée par une résine époxy conductrice à un bloc d'acier. Le déplacement relevé: $u = 1,46 \text{ \AA}$ pour $V = 16,4 \text{ V}$, fournit un module effectif $d'_{33} = 8,9 \times 10^{-12} \text{ m/V}$ qui conduit, en ajoutant le terme correctif de la relation 6 à :

$$d_{33}(\text{LiNbO}_3) = (9,5 \pm 0,5) \times 10^{-12} \text{ m/V}. \quad (11)$$

Pour vérifier la validité de cette correction, l'expérience a été reprise en utilisant comme liant de la graisse, afin que le cristal puisse se déformer librement dans son plan. Le déplacement ainsi mesuré: $u = 1,56 \text{ \AA}$ redonne la valeur précédente. Le résultat est quelque peu différent de celui obtenu, par une méthode optique, par H. Okamura et al [7]: leur valeur corrigée est $7,6 \times 10^{-12} \text{ m/V}$.

La même expérience avec un disque de PVDF ($\varnothing 10 \text{ mm}$, épaisseur 0,45 mm selon l'axe x_3), soumis à une tension électrique de fréquence 10 kHz et d'amplitude 15,85 V, donne un déplacement de 2,15 Å soit une constante piézoélectrique

$$d_{33}(\text{PVDF}) = (13,6 \pm 0,6) \times 10^{-12} \text{ m/V} \quad (12)$$

plus de deux fois plus faible que celle ($30 \times 10^{-12} \text{ m/V}$) indiquée, pour une fréquence de 1 Hz, par le fabricant (Solvay). Cet écart, qui n'est pas explicable par l'effet de la fixation, est peut-être imputable à la différence des fréquences de mesure. En effet, comme le montre la figure 2, l'amplitude du déplacement relevé par la sonde entre 1 et 200 kHz diminue régulièrement lorsque la fréquence croît.

5 - CONCLUSION

La détection optique, en régime harmonique dans un domaine de fréquences allant de 1 à 100 kHz, de déplacements mécaniques de surface avec une résolution de 10^{-3} Å rend possible la mesure directe des modules piézoélectriques. Les résultats que nous avons obtenus avec la sonde interférométrique hétérodyne mise au point au laboratoire sont comparables à ceux provenant de méthodes classiques. Nous avons vérifié expérimentalement l'effet, sur le déplacement de la surface libre, de la liaison rigide du matériau piézoélectrique avec le support. La précision des mesures (5 %) pourrait être améliorée en mettant en oeuvre des moyens électroniques pour calibrer la sonde.

REFERENCES

- 1- BOTTOM, V.E., Measurement of the piezoelectric coefficient of quartz using the Fabry-Pérot dilatometer, Proc. 23th Annual Symp. Freq. Control, (1969) 21.
- 2- DIEULESAINT, E. et ROYER, D., Ondes élastiques dans les solides - Application au traitement du signal, chap. 6, Masson - Paris (1974).
- 3- WARNER, A. W., ONOE, M. and COQUIN, G.A., Determination of elastic and piezoelectric constants for crystals in class (3m), J. Acoust. Soc. Am., 42 (1967) 1223.
- 4- ROYER, D. and DIEULESAINT, E., Optical probing of the mechanical impulse response of a transducer, Appl. Phys. Lett. 49 (1986) 1056.
- 5- CRETIN, B. and MOLLIER, J.C., Design of a 3/2-order phase-locked loop for improved laser probe resolution, IEEE Trans. on Instrumentation and Measurement, IM-34 (1985) 660.
- 6- LANDOLT-BÖRNSTEIN, Vol. 11, Elastic, Piezoelectric, Pyroelectric, Piezooptic, Electrooptic Constants, Springer-Verlag, Berlin (1979).
- 7- OKAMURA, H. and MINOWA, J., Measurement of piezoelectric constant of LiNbO_3 crystal using interferometric optical fibre sensor, Electron. Lett., 25 (1989) 395.

Fig. 1. a) Dispositif expérimental
b) Spectre du signal délivré par le photodétecteur. Un déplacement de l'échantillon de quelques Å se mesure avec une précision de 5%.

Fig. 2. Relevé du déplacement d'un disque de PVDF en fonction de la fréquence. Les barres correspondent aux mesures à l'analyseur de spectre.