

UNIVERSITÉ DE LILLE

FACULTÉ DES SCIENCES

CENTRE DE 3^e CYCLE DE PHYSIQUE DU SOLIDE

THÈSE DE 3^e CYCLE

Préparation de couches minces piézoélectriques
de Sulfure de Cadmium évaporées sous vide ;
facteurs influençant leur mode de vibration
et leur rendement électromécanique

Membres du Jury : M. MORIAMEZ, Président
M. MONTARIOL, Examineur
M. MONTEL, Examineur

Présentée à Lille, le Octobre 1969

par

Marie-Rose LEFÈVÈRE

UNIVERSITE DE LILLE

Faculté des Sciences.

Doyens Honoraires.

MM. H. LEFEBVRE - M. PARREAU -

Professeurs Honoraires.

MM. ARNOULT, BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN, KAMPE DE FERJET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG.

MM. MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY.

Doyen.

M. DEFRETIN, Professeur de Biologie et Physiologie animales.

Assesseurs.

MM. HEUBEL, Professeur de Chimie Minérale.
LEBRUN, Professeur d'Electronique, Electrotechnique et Automatique.

Professeurs.

MM. BACCHUS	Mathématiques Appliquées
BEAUFILS	Chimie
BONNEMAN	Chimie
BECART	Physique
BLOCH	Biologie et Physiologie Animales
BONTE	Sciences de la Terre
BOUGHON	Mathématiques Pures
BOUISSET	Biologie et Physiologie Animales
BOURIQUET	Biologie Végétale
CELET	Sciences de la Terre
CONSTANT	Electronique, Electrotechnique et Automatique
CORSIN	Sciences de la Terre
DECUYPER	Mathématiques Pures
DEDECKER	Mathématiques Pures
DEFRETIN	Biologie et Physiologie Animales
DEHORS	Electronique, Electrotechnique et Automatique
DELATRE	Sciences de la Terre
DELEAU	Sciences de la Terre
DELHAYE	Chimie
DERCOURT	Géologie et Minéralogie
DESCOMBES	Mathématiques Pures
DURCHON	Biologie et Physiologie Animales
FOURET	Physique
GABILLARD	Electronique, Electrotechnique et Automatique
GLACET	Chimie

	GONTIER	Mathématiques Appliquées
	HEIM DE BALSAC	Biologie et Physiologie Animales
	HEUBEL	Chimie
	HOCQUETTE	Biologie Végétale
	LEBRUN	Electronique, Electrotechnique et Automatique
Mle	LENOBLE	Physique
	LINDER	Biologie Végétale
	LURQUIN	Chimie
	MARTINOT-LAGARDE	Mathématiques Appliquées
Mle	MARQUET	Mathématiques Pures
	MONTARIOL	Chimie
	MONTREUIL	Chimie
	MORIAMEZ	Physique
	PARREAU	Mathématiques Pures
	PEREZ	Physique
	PHAM MAU QUAN	Mathématiques Pures
	PROUVOST	Sciences de la Terre
	SAVARD	Chimie
	SCHILTZ	Physique
	SCHALLER	Biologie et Physiologie Animales
Mme	SCHWARTZ	Mathématiques Pures
	TILLIEU	Physique
	TRIDOT	Chimie
	VAILLANT	Mathématiques Pures
	VIDAL	Automatique Théorique et Appliquée
	WATERLOT	Sciences de la Terre
	WERTHEIMER	Physique

Maîtres de Conférences.

	MM. AUBIN	Mathématiques Pures
	BEGHIN	Mécanique des Fluides
	BELLET	Physique
	BENABOU	Mathématiques Pures
	BILLARD	Physique
	BOILLET	Physique
	BUI TRONG LIEU	Mathématiques Pures
	CAPURON	Biologie Animale
	CARREZ	Calcul Numérique
	CERRUAULT	Mathématiques Pures
	CORTOIS	Physique
	DEVRAINNE	Chimie
Mme	DRAN	Chimie
	GOUDMAND	Chimie
	GUILBAULT	Biologie et Physiologie Animales
	GUILLAUME	Biologie Végétale
	HUARD DE LA MARRE	Mathématiques Appliquées
	JOLY	Biologie et Physiologie Animales
	LABLACHE-COMBIER	Chimie
	LACOSTE	Biologie Végétale
	LANDAIS	Chimie
	LAURENT	Mathématiques

	LEHMANN	Mathématiques Pures
Mme	LEHMANN	Mathématiques Pures
	LOUCHEUX	Chimie
	MAES	Physique
	MONSIGNY	Chimie Biologique
	MONTEL	Physique
	PANET	Electronique, Electrotechnique et Automatique
	PARSY	Mathématiques Pures
	PONSOLLE	Chimie CSU Valenciennes
	RACZY	Physique
	ROBERT	Calcul Numérique
	SAADA	Physique
	SALMER	Radioélectricité et Electronique
	SEGARD	Chimie
Mme	ZINN-JUSTIN	Mathématiques Pures

=====

Je remercie Monsieur le Professeur M. MORIAMEZ qui m'a accueilli dans son laboratoire d'ultrasons et d'hypersons de la Faculté des Sciences de Lille, et m'a confié ce travail.

Je remercie Messieurs les Professeurs MONTARIOL et MONTEL d'avoir accepté d'être Membres du Jury.

Je remercie Madame C. MORIAMEZ, chargée de recherche au C.N.R.S., pour son aide et ses conseils, concernant spécialement l'étude des couches aux rayons X, ainsi que Monsieur RIOUX, pour la réalisation des diagrammes de diffraction.

Je remercie Monsieur VANDORPE, chargé de recherche au C.N.R.S., pour la réalisation des analyses chimiques.

Mes remerciements les plus cordiaux à mes Collègues de laboratoire, spécialement à Messieurs BRIDOUX, DESRUMAUX, ROUVAEN et THERY pour leur aide et leurs conseils concernant spécialement la partie électronique de ce travail ; ainsi qu'aux Techniciens du laboratoire, et de façon particulière à Mademoiselle F. CATTEZ.

Que soient également remerciés Messieurs GAYDOU F. et ZINSMEISTER des laboratoires BALZERS pour les intéressantes discussions sur l'application des différentes techniques du vide à la préparation des couches acoustiques.

TABLE DES MATIERES

	Page
Introduction	1
Première partie: Préparation des couches	3
Chapitre I : Etude bibliographique	
I.1 Introduction	
I.2 Techniques de préparation des isolants	5
I.2.1. Evaporation grain à grain	
I.2.2. Coévaporation	
I.2.3. Evaporation du composant pur	6
I.2.4. Pulvérisation cathodique	
I.2.5. Evaporation réactive	7
I.3 Structure cristallographique et conditions de préparation	
I.3.1. Phases hexagonale et cubique	8
I.3.2. Facteurs influençant la structure des couches	9
Chapitre II : Fabrication des couches	11
II.1 Généralités sur l'enceinte à vide	
II.2 Conditionnement du substrat	12
II.3 Evaporation grain à grain	14
II.4 Coevaporation	15
II.5 Evaporation du composé pur suivie de traitement	
II.6 Evaporation par canon à électron	17
II.7 Couches acoustiques de matériaux autres que CdS	18
II.7.1. Niobiate de Lithium LiNbO_3	
II.7.2. Oxyde de Zinc ZnO	
II.7.3. Pulvérisation cathodique radiofréquence	
II.7.4. Couches métalliques acoustiques	20
II.7.4.1. Bolomètre hypersonore	
II.7.4.2. Electrodes digitales pour transducteur d'ondes de surface	21
Chapitre III : Contrôle et mesure d'épaisseur	23
III.1 Introduction	
III.2 Définition de l'épaisseur d'un film	
III.3. Méthodes gravimétriques	

III.3.1	Contrôleur à Quartz oscillant	page 24
III.3.1.1	Principe	
III.3.1.2	Description de l'appareil	
III.4	Les méthodes de type interférométrie	27
III.4.1	L'ellipsomètre	
III.4.2	L'interféromètre à deux ondes	
III.4.3	L'interféromètre FECCO	28
III.4.4	Méthodes optiques basées sur le principe du coin:	
III.4.5	Interféromètre de TOLANSKY	
III.4.6	Interféromètre de NOMARSKI	
III.4.7	Interféromètre de LEITZ-MICHELSON	
III.5	Résultats expérimentaux	30

DEUXIEME PARTIE

Facteurs influençant les modes de vibration et le rendement électromécanique des couches hypersonores.

Chapitre IV: Extension de la théorie polycristalline texturée à la détermination des modes de vibration de couches minces de Sulfure de Cadmium et d'Oxyde de Zinc

	Introduction	33
IV.1	Axe de texture normal à la couche	
IV.1.1	Calcul des constantes	
IV.1.1.1	Constantes élastiques	35
IV.1.1.2	Constantes piézoélectriques	37
IV.1.1.3	Constantes diélectriques	
IV.1.2	Détermination des modes de vibration de la couche texturée.	
IV.1.2.1	Hypothèses générales	
IV.1.2.2	Cas du champ normal $E = E_3$	39
IV.1.2.3	Cas du champ incliné	
IV.1.3	Conclusion sur l'axe de texture normal	41
IV.2	Axe de texture incliné sur la couche	
IV.2.1	Calcul des constantes	
IV.2.2	Détermination des modes de vibration	43
IV.2.3	Conclusion sur l'axe de texture incliné	47
IV.3	Coexistence des phases hexagonale et cubique	
IV.3.1	Calcul des constantes élastiques	

IV.3.2. Constantes piézoélectriques	48
IV.3.3. Constantes diélectriques	49
IV.3.4. Conclusions sur la texture cubique	
Chapitre V : Circuits équivalents d'une couche texturée	
V.1.1. Coefficient de couplage électromécanique	51
V.1.2. Transformateur électromécanique idéal	52
V.1.3. Détermination des éléments du circuit	53
V.1.4. Circuit équivalent des électrodes	59
V.2. Cas de la coexistence des modes longitudinal et transversal	60
V.3. Conclusion sur les circuits équivalents	62
Chapitre VI : Etude du milieu propagateur	
VI.1. Cas du Rutilé	
VI.2. Cas du Corindon	66
Chapitre VII : Résultats expérimentaux	
VII.1. Etude aux rayons X	71
VII.2. Modes de vibrations engendrés	73
VII.2.1. Axe normal et champ normal à la surface du film	74
VII.2.2. Axe normal et champ incliné sur la surface	75
VII.2.3. Axe incliné et champ normal à la surface	
VII.3. Pertes de conversion d'énergie électromécanique	77
VII.3.1. Mesures en cavités réentrantes	
VII.3.1.1. Couches à axe normal	
VII.3.1.2. Couches à axe incliné	79
VII.3.2. Mesures en cellules coaxiales	80
VII.3.2.1. Couches à axe normal	
VII.3.2.2. Couches à axe incliné	81
CONCLUSION	82
Annexe de calcul	84
Bibliographie	95

INTRODUCTION

Depuis une dizaine d'années, la production d'hypersons dans les solides a pris un développement considérable. Elle permet l'étude du solide lui-même : constantes élastiques, atténuation par exemple, ainsi que diverses applications : amplificateurs d'ondes hypersonores, lignes à retard, vibrateurs en épaisseur ou en surface, etc... Il existe différentes techniques pour produire ces hypersons :

- Coller au milieu transducteur un cristal piézoélectrique de faible épaisseur vibrant sur un harmonique élevé. Quartz : (BARANSKI 57) Niobate de Lithium (WARNER 69).
- Déposer sous vide une couche mince transductrice vibrant sur le mode fondamental ou sur les premiers harmoniques.

Les couches minces déposées sous vide présentent divers avantages **sur les cristaux collés** :

- d'une part, l'absence d'agent collant permet d'éviter les problèmes de géométrie et d'adaptation d'impédance (épaisseur constante à la fraction de longueur d'onde acoustique près, et bien définie par rapport à celle-ci).

- d'autre part, le rendement est meilleur sur le mode fondamental par rapport aux harmoniques élevés. Un transducteur vibre sur son fondamental lorsque l'épaisseur est proche de la demi-longueur d'onde hypersonore, c'est-à-dire du micron. Cette épaisseur est réalisable sans difficulté par dépôt sous vide, elle n'est pas réalisable par amincissement d'un cristal massif car cette technique ne permet pas d'obtenir des épaisseurs inférieures au dixième de mm. Mais par contre, les couches possèdent sur les monocristaux l'inconvénient d'être polycristallines. L'objet de cette étude sera de montrer jusqu'à quel point l'état polycristallin modifie leurs propriétés vibratoires. En effet, si les coefficients de couplage électromécanique de la couche d'un matériau donné sont inférieurs par rapport à ceux du même matériau monocristallin, les transducteurs à couche sont caractérisés, en revanche, par une courbe de résonance plus large q . celle d'un monocristal.

Le but de notre travail est la préparation de couches minces hyper-sonores ainsi que l'étude de leur structure polycristalline en relation avec leurs propriétés acoustiques.

Une première partie est relative à la préparation de dépôts de Sulfure de Cadmium et d'Oxyde de Zinc. Une seconde partie étudie les facteurs influençant leur mode de vibration et leur rendement électromécanique.

PREMIERE PARTIE

PREPARATION DE COUCHES HYPERSONORES

CHAPITRE IETUDE BIBLIOGRAPHIQUEI.1. INTRODUCTION

Nous avons dans un précédent travail (D.E.A. 1967), développé les techniques principales de préparation. Les deux dernières années n'ont apporté que de légères modifications à ces techniques, le principe étant resté inchangé. Signalons par exemple, comme variante la possibilité d'évaporer un constituant en focalisant sur lui l'énergie optique d'un faisceau laser puissant (GRC H1968). Mais ce bombardement par photons peut être comparé au canon à électron en ce sens que le creuset restant froid, l'évaporant ne se contamine pas. L'utilisation de matériaux nouveaux, par contre, marque un progrès net pour cette période, en ce qui concerne les couches hypersonores.

Jusque là, le Permalloy était le matériau de base des premières couches hypersonores magnétostrictives (SEAVEY 1963). La difficulté d'obtenir des couches dont les moments magnétiques soient hautement orientés a très vite laissé la prépondérance aux couches piézoélectriques de Sulfure de Cadmium (DEKLERK 64 - FOSTER 64).

D'autres matériaux ont suivi : Oxyde de Zinc (ROZGONYI 66) (SHALIMOVA 69) (FOSTER 66) (MALBON 67), Nitrure d'Aluminium (WAUK 68), Niobate de Lithium (FOSTER 69) ... Il est encore difficile de classer ces matériaux par ordre d'intérêt spécialement à l'état de couches minces.

Le tableau suivant (MITCHELL 68 - WAUK 68), qui se rapporte aux composés en volume, est indicatif mais demanderait lui-même quelques réserves car les chiffres indiqués sont souvent spécifiques d'un échantillon individuel. Il permettra néanmoins de comparer qualitativement les matériaux.

Matériau	ρ	v_L	v_S	k_L	k_S	ϵ / ϵ_0
CdS	4,82	4500	1800	0,19	0,22	9,5
ZnO	5,6	6110	2740	0,31	0,37	8,2
LiNbO ₃	4,64	7200(Z)	3700(x)	0,19	0,68	84
AlN		10400		0,2		

ρ : masse volumique en $g \cdot cm^{-3}$

v_L et v_S : vitesses acoustiques longitudinales et transversales en $m \cdot sec^{-1}$

k_L et k_S : coefficients de couplage électromécanique longitudinal et transversal

ϵ / ϵ_0 : constante diélectrique relative

L'Oxyde de Zinc semble être un matériau plus efficace en hyperacoustique que le Sulfure de Cadmium. Le Niobate de Lithium l'est surtout en mode transversal. Mais les propriétés d'un matériau en couches minces, pour diverses raisons qui seront analysées ci-après, se différencient généralement de celles du composé "volumique".

Le tableau suivant permet de comparer les valeurs de k_L pour des composés en couches minces.

Pour les couches de CdS :

$$k_L = 0,036 \quad \text{REEDER 67}$$

$$0,12 \quad \text{FOSTER 68}$$

$$0,15 \quad \text{BAHR 68}$$

Pour celles de ZnO :

$$k_L = 0,2 \quad \text{FOSTER 68}$$

Pour celles de LiNbO₃

$$k_L = 0,08 \quad \text{FOSTER 69}$$

ils confirment l'efficacité majeure de ZnO sur CdS.

Mais les chiffres cités sont également à prendre avec réserve. En effet, dans le cas de matériaux en couches minces, la détermination de la constante électromécanique k relève de méthodes moins directes que dans le cas de matériaux à trois dimensions, et les auteurs font appel à des approximations plus ou moins importantes.

D'autre part, les couches minces d'un même matériau peuvent présenter des propriétés acoustiques sensiblement différentes suivant la nature de la texture qui est elle-même dépendante des conditions de préparation.

I.2. TECHNIQUES DE PRÉPARATION DES ISOLANTS

Les couches hyperacoustiques piézoélectriques requièrent la préparation de dépôts adhérents, et isolants (D.E.A. 9-2-2), c'est-à-dire que le composé doit être aussi stoechiométrique que possible, sans excès métallique.

Plusieurs méthodes répondent à ce but :

I.2 - 1. L'évaporation grain à grain

La poudre à évaporer tombe progressivement sur le creuset en sorte qu'un grain soit complètement évaporé quand arrive le suivant. Si la tension de vapeur des constituants est différente, comme c'est le cas pour CdS, il se dépose sur le substrat des multicouches alternées des deux constituants, mais d'épaisseur si faible que le composé se reconstitue dans les proportions convenables (RICHARDS 63).

I.2 - 2. La coévaporation

Les constituants sont évaporés simultanément dans des creusets distincts, différemment chauffés, de façon à constituer un dépôt stoechiométrique.

C'est la méthode pratiquée par la majorité des expérimentateurs fabriquant des couches piézoélectriques de CdS :

DE KLERK 63 , PIZZARELLO 64 , WINSLOW 66 , TROTEL 67 , AUTIN 67 , BAHR 68.

avec comme variante la coévaporation du composé et de celui des constituants le plus volatil (CdS + S) FOSTER 68 , SLIKER 66.

C'est sans doute l'une des méthodes les plus sûres, car davantage de paramètres peuvent être contrôlés mais elle présente l'inconvénient de polluer les bâtis à vide, à cause de l'évaporation de Soufre à l'état pur. L'adjonction de baffles à azote liquide permet une protection assez efficace de la station de pompage, mais la cloche à évaporation peut ensuite difficilement servir à d'autres travaux tels que des évaporations métalliques propres.

I.2 - 3. Evaporation du composant pur.

L'évaporation de CdS même très pur donne un dépôt non isolant par suite d'un excès de Cadmium dans la couche (BERGER 1961). Divers traitements thermiques permettent ensuite de rendre la résistivité plus élevée en occupant les lacunes du réseau, soit par du Soufre réintroduit après coup (BALKANSKI 66) soit par des dopants : métaux monovalents tels Ag ou Cu (FOSTER 65). Il faut signaler des méthodes telles celles de WEBER 66, BUJATTI 68. Une judicieuse disposition géométrique de l'enceinte d'évaporation permet d'obtenir des couches stoechiométriques de CdS sans post-traitement. Il s'agit de placer le substrat dans des conditions de température et de pression, notamment de pression partielle de Soufre, telles que Cadmium et Soufre dissociés au départ du creuset, se reconstituent dans les proportions voulues sur le substrat. La méthode est essentiellement empirique et ces auteurs donnent le maximum de détails sur les observations qu'ils ont faites concernant les dimensions géométriques des éléments et le contrôle de leur température.

Or, il est difficile de contrôler une température sous vide, à cause de la mauvaise conductivité thermique par contact, et à cause du rayonnement infrarouge du creuset et des parois dont le pouvoir réflecteur varie au cours du dépôt.

I.2 - 4. La pulvérisation cathodique

Une tension continue de l'ordre du kilovolt est appliquée entre deux électrodes sous vide d'environ 10^{-3} Torr (atmosphère neutre ou réactive). Elle engendre un plasma dans le gaz raréfié. Le composant cible est collé à la cathode. Les ions positifs de niveau énergétique élevé le bombardent, lui arrachant des molécules neutres qui vont se déposer sur le substrat accroché à l'anode.

En réalité, ce procédé ne convient pas à la pulvérisation d'isolants car les charges positives qui s'accumulent sur l'isolant sans pouvoir le traverser pour s'écouler dans la cathode, désamorcent rapidement l'effluve.

Dans ce cas, il faut appliquer une tension alternative de radio-fréquence. (ANDERSON 62 - DAVIDSE 66 - VOSSEN 68).

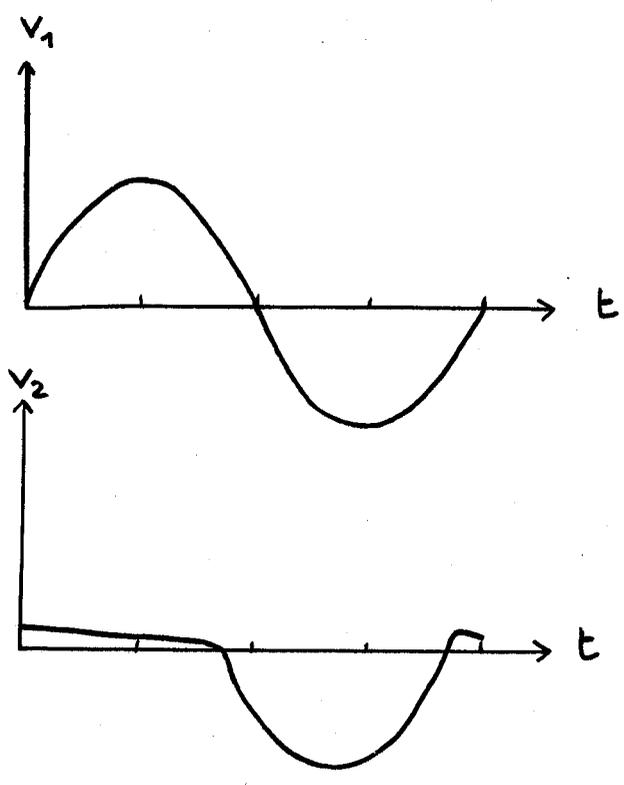
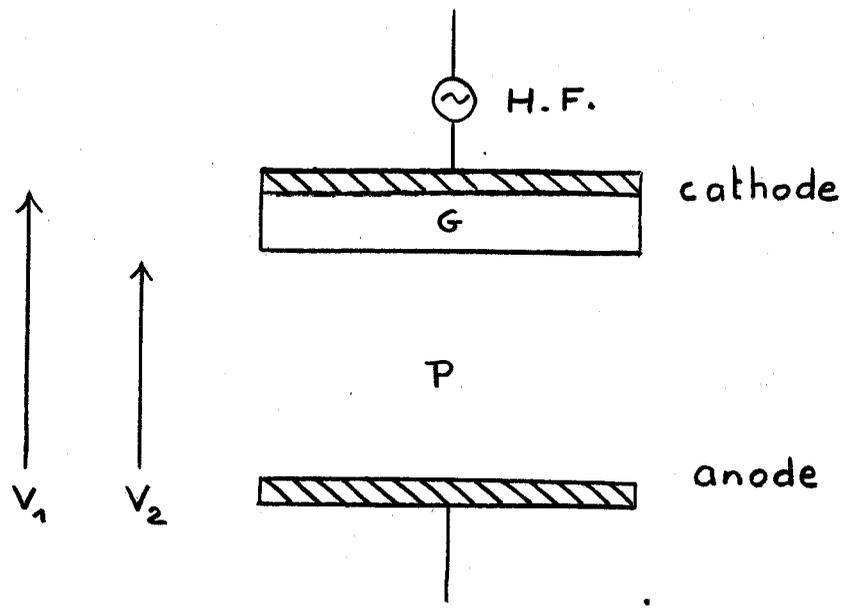
L'anode est à la masse (fig. I.2 - 4.).

La cathode est portée au potentiel V_1

$$V_1 = V_0 \sin \omega t$$

La galette G est un isolant appliqué contre la cathode.

Le contact entre la galette G et le plasma P est rectifiant et la surface de l'isolant se trouve portée à un potentiel $V_2 \neq V_1$.



BUS
LILLE

fig I.2.4

L'alternance positive de V_2 est presque négligeable devant l'alternance négative. Il en résulte une auto-polarisation négative de l'ensemble cathode plus galette isolante, et la décharge est auto-entretenu. (BUTLER 63).

Bien que la pression requise soit relativement élevée (10^{-2} à 10^{-3} Torr), il est souhaitable d'utiliser un bâti de pompage capable d'atteindre un vide très supérieur (10^{-6} à 10^{-8} Torr), afin d'éliminer avant l'opération toutes traces de gaz parasites susceptibles de réagir avec les molécules pulvérisées qui sont généralement dans un état vibratoire excité qui les rend plus réactives.

Toutefois, les stations de pompage ionique, qui atteignent ordinairement 10^{-9} à 10^{-11} Torr, ne permettent pas cette méthode, car leur vitesse de pompage est pratiquement nulle pour les gaz rares tels l'Argon qui sert ordinairement à constituer le plasma, à moins d'être couplées avec des pompes à sorption (BRINCOURT 67).

La pulvérisation radiofréquence est pratiquement la seule méthode de préparation possible pour des composés tels ZnO et $LiNbO_3$ qui se décomposent à chaud sous vide.

1.2 - 5. L'évaporation réactive

Elle consiste à évaporer l'un des constituants dans un gaz réactif contenant l'autre constituant. Par exemple :

- Cd dans SH_2
- Zn dans O_2 (WINSLOW 66)
- Al dans N_2 (WAUK 68)

mais la réussite de l'opération est généralement aléatoire. La pression étant élevée, la surface du substrat contient des inclusions gazeuses et le dépôt y adhère difficilement. Il n'y a plus ici d'effluvage favorable à son dégazage et contrairement au cas précédent, les molécules ne sont plus dans un état vibratoire excité favorisant leur adhérence.

1.3. STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET CONDITIONS DE PREPARATION

Les couches minces sont "texturées", c'est-à-dire qu'elles sont formées d'une mosaïque de cristaux de taille donnée (quelques Å à quelques mm), appartenant à une ou plusieurs phases cristallines, ces cristaux ayant entre eux un ou plusieurs degrés d'orientation commune. (SHALIMOVA 64 . SEMELITOV 67).

L'alternance positive de V_2 est presque négligeable devant l'alternance négative. Il en résulte une auto-polarisation négative de l'ensemble cathode plus galette isolante, et la décharge est auto-entretenu. (BUTLER 63).

Bien que la pression requise soit relativement élevée (10^{-2} à 10^{-3} Torr), il est souhaitable d'utiliser un bâti de pompage capable d'atteindre un vide très supérieur (10^{-6} à 10^{-8} Torr), afin d'éliminer avant l'opération toutes traces de gaz parasites susceptibles de réagir avec les molécules pulvérisées qui sont généralement dans un état vibratoire excité qui les rend plus réactives.

Toutefois, les stations de pompage ionique, qui atteignent ordinairement 10^{-9} à 10^{-11} Torr, ne permettent pas cette méthode, car leur vitesse de pompage est pratiquement nulle pour les gaz rares tels l'Argon qui sert ordinairement à constituer le plasma, à moins d'être couplées avec des pompes à sorption (BRINCOURT 67).

La pulvérisation radiofréquence est pratiquement la seule méthode de préparation possible pour des composés tels ZnO et $LiNbO_3$ qui se décomposent à chaud sous vide.

I.2 - 5. L'évaporation réactive

Elle consiste à évaporer l'un des constituants dans un gaz réactif contenant l'autre constituant. Par exemple :

- Cd dans SH_2
- Zn dans O_2 (WINSLOW 66)
- Al dans N_2 (WAUK 68)

mais la réussite de l'opération est généralement aléatoire. La pression étant élevée, la surface du substrat contient des inclusions gazeuses et le dépôt y adhère difficilement. Il n'y a plus ici d'effluage favorable à son dégazage et contrairement au cas précédent, les molécules ne sont plus dans un état vibratoire excité favorisant leur adhérence.

I.3. STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET CONDITIONS DE PREPARATION

Les couches minces sont "texturées", c'est-à-dire qu'elles sont formées d'une mosaïque de cristaux de taille donnée (quelques Å à quelques mm), appartenant à une ou plusieurs phases cristallines, ces cristaux ayant entre eux un ou plusieurs degrés d'orientation commune. (SHALIMOVA 64 . SEMELITOV 67).

I.3 - 1. Phases hexagonales et cubiques

Dans le cas de CdS ces cristaux appartiennent à deux phases cristallines :

- la phase hexagonale (SHALIMOVA 64), (SEMELITOV 67), de structure Wurtzite 6 mm (fig 1.3 - 1.)
- la phase cubique, de structure Sphalérite $\bar{4}3m$.

Le passage de l'une à l'autre phase se fait par simple modification des séquences d'empilement : séquence ABAB pour l'hexagonal, ABC ABC pour le cubique (HOLLOWAY 68).

- La phase hexagonale peut présenter deux types de texture (fig. I.3 - 2.)
 1er type : les axes (001) sont parallèles entre eux et sensiblement perpendiculaires à la surface (surface de la couche, donc toutes les fois où il ne le sera pas précisé) et les plans (116) sont parallèles à la surface.
 2ème type : même chose pour les axes (001) mais ce sont les plans (105) qui sont parallèles à la surface.
- La phase cubique (fig. I.3 - 4.) Les axes (111) sont parallèles entre eux et perpendiculaires à la surface.

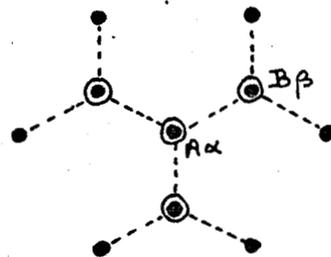
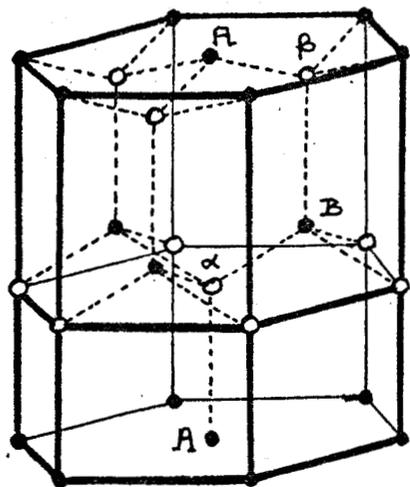
La taille des cristaux (c'est-à-dire leurs dimensions superficielles) se détermine expérimentalement soit au microscope polarisant, soit d'après la finesse des raies de diffraction ; plus les cristaux sont gros, plus les raies sont fines. Mais la largeur des raies de diffraction ne donne qu'un ordre de grandeur de la taille apparente des cristaux, généralement inférieure à leur dimension latérale réelle en texture. ADDIS 63 trouve par exemple une taille de 1μ par la première méthode, et $0,1 \mu$ par la seconde.

La nature des phases

La méthode DEBYE-SCHERRER de diffraction des rayons X permet difficilement de distinguer les phases hexagonale et cubique dans le cas de CdS, car pour ce corps, les distances interréticulaires sont égales : (CASSEDY 65. ESCOFFERY 64).

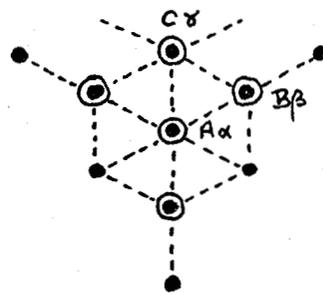
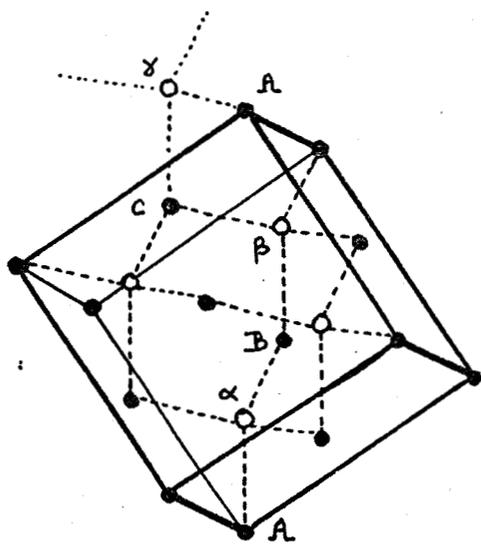
Phase hexagonale		Phase cubique	
hkl	d	hkl	d
(002)	$3,357 \text{ \AA}$	(111)	$3,36 \text{ \AA}$
(004)	$1,679$	(222)	$1,680$

pour la raie K_{α} du cuivre filtré nickel.



Structure Wurtzite $6mm$

avec séquence $A\alpha B\beta A$



Structure Sphalérite $\bar{4}3m$

avec séquence $A\alpha B\beta C\gamma A$

fig I.3.1

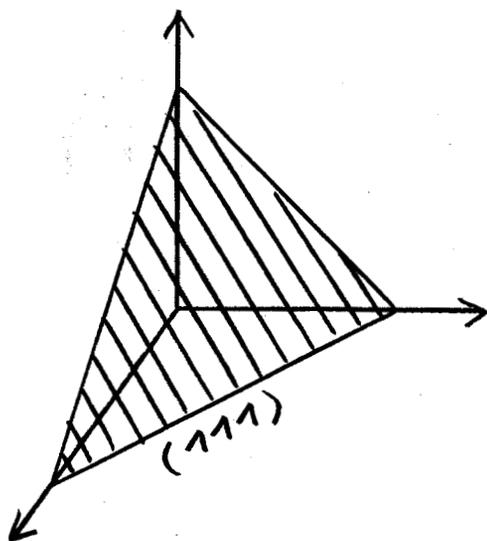
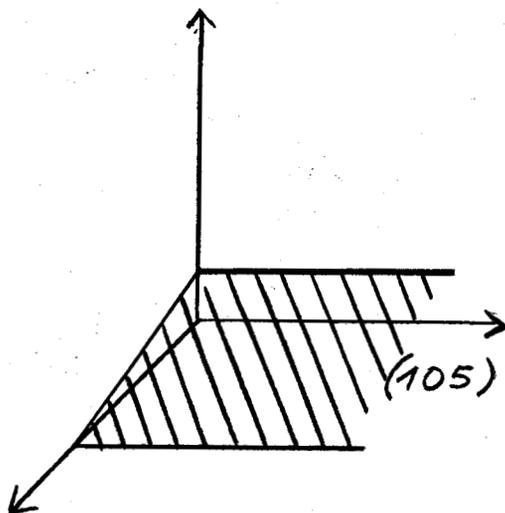
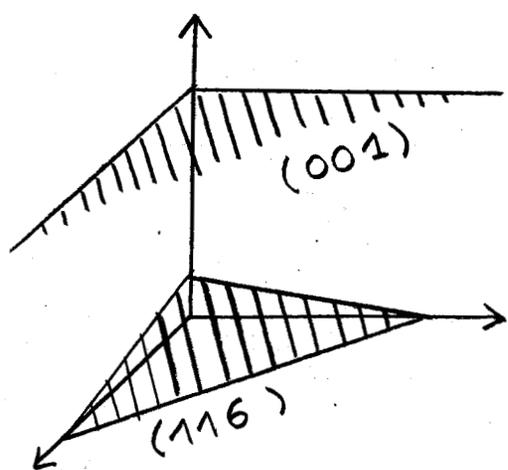


fig I.3.2.

La méthode RED (Reflection Electron Diffraction) permet de distinguer les deux phases et de déterminer le pourcentage des phases d'après l'intensité des raies. D'autre part, la continuité ou la discontinuité d'intensité le long d'un anneau renseigne sur le degré d'orientation de la texture, par exemple, une texture à un degré (axes \vec{c} parallèles) donne des anneaux continus, tandis qu'une texture à deux degrés (axes \vec{c} parallèles et axes \vec{a} parallèles respectivement) donne des taches réparties sur une circonférence.

I.3 - 2. Facteurs influençant la structure des couches

(FOSTER 68) (SHALLCROSS 67).

La pression et la nature des gaz résiduels interviennent, mais c'est un facteur qu'on ne peut pratiquement contrôler qu'en statique, et non en dynamique, c'est-à-dire au cours de l'évaporation dans l'enceinte au niveau de la couche. La vitesse d'évaporation est optimale lorsque la vitesse d'incidence de la vapeur est égale à celle de croissance des cristaux. Une vitesse lente favorise la cristallisation (mais augmente malheureusement le nombre d'inclusions gazeuses). Les expérimentateurs trouvent que la vitesse donnant les meilleurs résultats est d'environ 0,1 micron par minute en général. Mais cette vitesse n'est pas toujours réglable suivant qu'on utilise l'une ou l'autre des méthodes précitées.

La température est sans doute le facteur le plus déterminant, en tout cas le plus facilement contrôlable (sous réserve des problèmes posés par la régulation sous vide d'une température de matériau mauvais conducteur thermique tel CdS et ses substrats, et par le rayonnement infrarouge des creusets).

Cas de couches CdS sur diélectriques.

Une température de substrat supérieure à 200° peut engendrer la phase hexagonale pure, tandis qu'une température comprise entre 110° \pm 10° et 225° \pm 25° engendre généralement les deux phases cubique et hexagonale, au-delà de 250°, on ne rencontre plus la phase cubique, mais dans la pratique, ce domaine de température doit être combiné avec les impératifs de stoechiométrie du dépôt : en dehors du domaine compris entre 180° et 200° la formule du composé en couche devient Cd_xS avec x supérieur à 1 (il est donc conducteur et non plus isolant); ceci est dû à la nature du Soufre qui, ou bien ne colle pas au substrat, ou bien se réévapore après y avoir collé.

Cas de couches CdS sur métal.

Sur l'or, le domaine de mélange de phases s'élargit jusque 350° . Un recuit permet de réobtenir la phase hexagonale pure et d'accroître la taille des cristaux, mais en fait disparaître la texture : les cristaux sont orientés au hasard. (SHALIMOVA 64 B).

Dans le cas de l'argent, le recuit peut donner des monocristaux de plusieurs mm, mais aux dépens de la texture : il apparaît davantage de plans (105) et (103) parallèles à la surface, ainsi que (102), (104) et (106).

CHAPITRE II

FABRICATION DES COUCHES DE CdS

Dans un premier stade, diverses méthodes ont été systématiquement essayées. Ensuite a été développée la méthode ayant donné les meilleurs résultats acoustiques dans le cadre de l'équipement disponible au laboratoire.

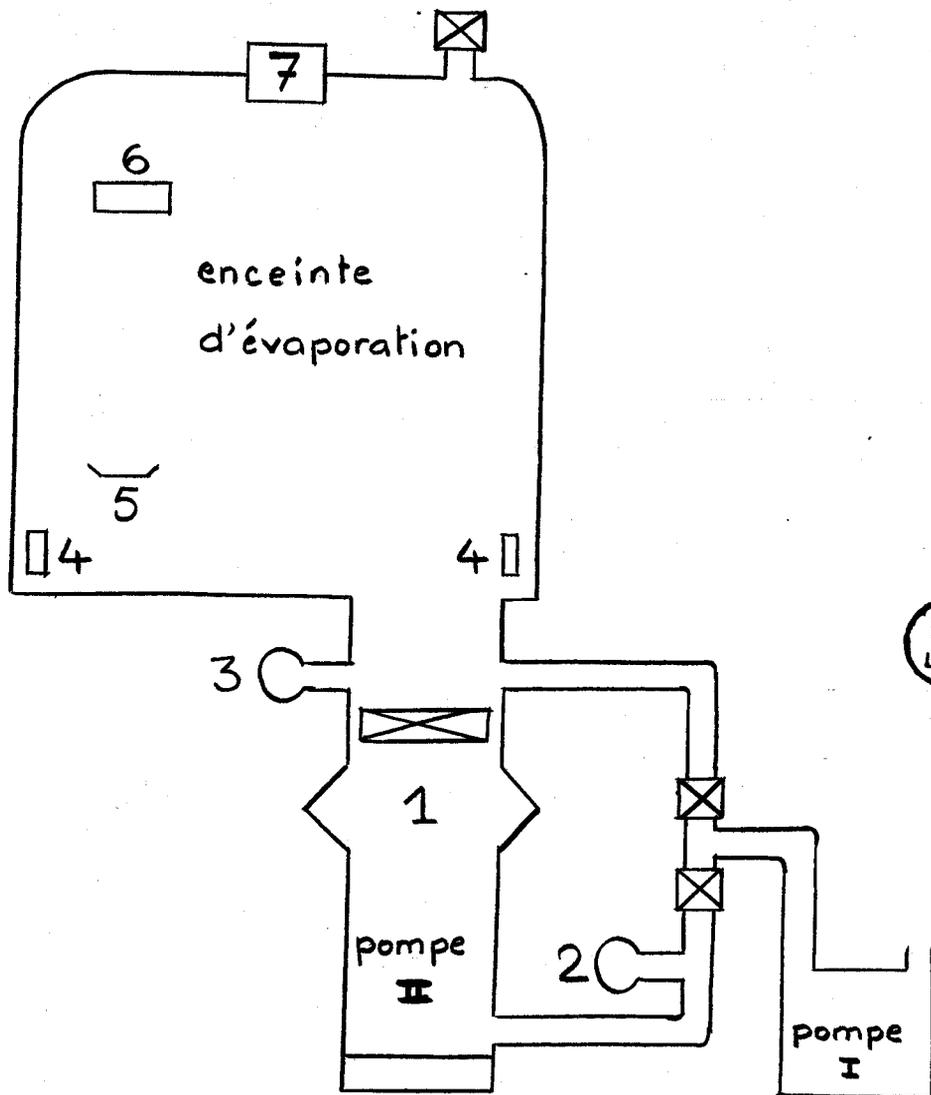
II.1 - GENERALITES SUR L'ENCEINTE A VIDE. (fig II.1 - 1.)

Les évaporations ont été effectuées sur bâti BALZERS . L'enceinte laisse disponible intérieurement un cylindre d'environ 55 cm de diamètre sur une hauteur égale. Une circulation d'eau chaude (70°) ou froide permet soit de l'étuver (ou d'éviter, lors de l'entrée d'air, la condensation d'eau atmosphérique) soit de la refroidir lors de l'évaporation.

Elle est reliée par une ouverture excentrée dans la platine à la pompe à diffusion d'huile d'un débit égal à 1900 l. sec^{-1} à 10^{-4} T , elle-même reliée à la pompe primaire. Un baffle refroidi soit à l'eau, soit à l'azote liquide, préserve la partie supérieure de la pompe des remontées d'huile, tout en accélérant la vitesse de pompage. Le bâti, lorsqu'il est propre et sans accessoires, atteint un vide limite de 10^{-8} Torr. Le vide se conserve bien en cours d'évaporation : même dans le cas de CdS, à vitesse de l'ordre de $0,2 \mu. \text{ mm}^{-1}$, il n'était pas rare d'enregistrer au bas de la cloche une pression inférieure à 2.10^{-7} Torr. Cette qualité de tenue de pression en dynamique d'évaporation rend la pompe à diffusion d'huile plus utile pour les évaporations que ne le serait un bâti à ultravide. Ce dernier, bien que susceptible de donner un vide limite largement inférieur à 10^{-8} Torr, ne maintient pas aussi bien la faible pression lors d'évaporation prolongée pendant 20 à 30 mn (comme dans notre cas).

Un piège MEISNERR parcouru par de l'azote liquide équipe le bas de la cloche. Il faut l'utiliser pendant l'évaporation, afin d'y condenser le maximum de vapeurs soufrées. Cette précaution préserve beaucoup l'enceinte d'évaporation et la station de pompage d'une pollution qui sans cela devient irrémédiable.

Un chevron recouvert de papier aluminium percé de petits trous a également été posé sur l'entrée de la pompe afin de retenir le plus possible de dépôt polluant.



- 1: baffle à eau ou azote liquide
- 2,3: contrôle du vide
- 4: piège Meisner
- 5: creuset
- 6: substrat
- 7: contrôle d'épaisseur

fig " - 1.1

Moyennant ces précautions, il a été possible de conserver au bâti ses qualités et performances et de continuer à l'utiliser entre temps pour l'évaporation d'autres couches telles l'Indium et l'Etain, métaux pourtant particulièrement sensibles à la pollution.

II.2. CONDITIONNEMENT DU SUBSTRAT.

Le conditionnement du substrat est un facteur important pour la réussite des couches. Le substrat doit d'abord être très propre.

Au début, nous avons utilisé la technique de nettoyage classique (HOLLAND 56) : ébullition dans un acide dilué, rinçage à l'eau distillée, nettoyage au détergent, rinçage à l'eau distillée, nettoyage final à l'alcool pur, éthylique ou isopropylique, séchage soit à l'air chaud et sec, soit au chiffon sans peluche.

Puis par la suite, nous avons simplement utilisé les produits nettoyants BALZERS, outre un bon détergent (Trinol), car les résultats étaient meilleurs. En effet, un alcool de pureté insuffisante laissait facilement des traces; le séchage sans frottement (air chaud et sec) n'a généralement pas donné satisfaction car il laisse des traces. Au contraire, le frottement final avec nettoyant BALZERS et séchage au chiffon de linon vierge a toujours donné des couches plus belles, adhérentes et exemptes de traces de pollution. Le choix d'un chiffon doux, sans peluche, lavable à l'eau bouillante est aussi important, d'autant plus que la plupart des substrats sont optiquement polis. Un léger frottement désorbe le substrat. Le nettoyage aux ultrasons qui doit s'effectuer en milieu liquide, peut être mis en oeuvre dans un premier stade, mais doit être suivi du nettoyage indiqué ci-dessus, dont le rôle semble être surtout de dégazer le substrat de ses gaz physisorbés et d'annuler le pouvoir attractif électrostatique de surfaces isolantes.

Lorsque le bâti à vide a fonctionné plus de 3 mois pour des évaporations oxydantes (produits soufrés, admission d'Oxygène etc...), les huiles perdent leurs qualités : leur tension de vapeur saturante s'élève et on observe une pollution croissante des substrats en dépit des précautions de nettoyage de ceux-ci. Il s'agit alors de remontées d'huiles qui empêchent toute évaporation propre : le bâti doit être vidangé. Il retrouve ensuite ses performances antérieures.

Un autre conditionnement du substrat intervient cette fois en cours d'évaporation : sa mise en température.

La surface destinée à recevoir le dépôt de CdS doit être maintenue à une température de 200° C pour les couches longitudinales à axe normal, et 170°C pour les couches déposées sous incidence oblique des rayons moléculaires. La régulation de température sous vide est difficile, surtout pour des isolants thermiques tels le Corindon et le Rutile.

Au début, nous avons utilisé le rayonnement d'un petit four à infrarouges utilisant un bobinage résistif sans contact avec le substrat. Par la suite, nous avons réalisé des blocs métalliques massifs en Aluminium, formant volant thermique, en y ménageant des trous épousant exactement la forme des substrats.(fig II.2 - 1.).

Un thermocouple étroitement encastré dans ces blocs en mesure la température. Le four est chauffé environ 2 Heures avant l'évaporation de façon que le substrat demeure plus d'une heure dans son support maintenu à 200°, avant le début de l'évaporation. Cette opération est toujours effectuée sous pompage de façon à dégazer le substrat par cet étuvage, en même temps que s'effectue son conditionnement thermique.

Le thermocouple est en Fer-Constantan, revêtu d'Alumine comme isolant, et gainé d'Inox pour réduire son taux de dégazage. Le tout a un diamètre de 1,57 mm et l'inertie thermique est minimale.

Le soin du conditionnement thermique des substrats est un facteur essentiel pour la reproductibilité des couches. Cependant, il reste des perturbations systématiques inévitables dues au rayonnement infrarouge du creuset lors de l'évaporation : la surface du cristal acquiert alors une température supérieure à 200°, tandis que l'ensemble du cristal reste régulé en température. Cela peut-être observé particulièrement avec les cristaux de Rutile. Ces cristaux sont légèrement jaunes, mais chauffés sous vide à environ 400°C, ils noircissent en donnant un oxyde de Titane différent de TiO_2 quadratique. Nous avons pu observer certains cristaux demeurés jaunes, exceptée la surface exposée au dépôt, qui est devenue noire par suite de l'échauffement par rayonnement du creuset.

Une méthode de coévaporation de Soufre et Cadmium en phase vapeur, par adjonction d'un baffle entre creusets et substrat, évite cet inconvénient (DE KLERK 64) et c'est sans doute une des raisons pour laquelle elle donne un pourcentage élevé de reproductibilité des couches longitudinales.

Au contraire, les méthodes habituelles, dites par rayon moléculaire, où la vapeur va en ligne droite du creuset au substrat comportent cet inconvénient d'un rayonnement infrarouge sous vide. BUJATTI 68 en a fait une étude systématique; grâce à un système de manchon en Quartz, et

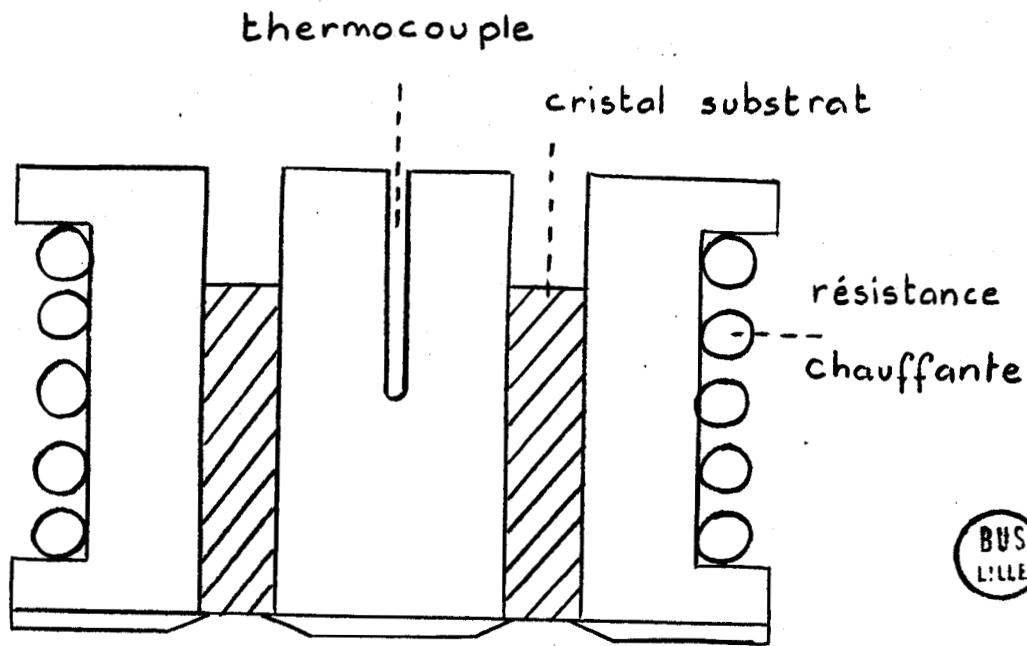


fig II.2.1

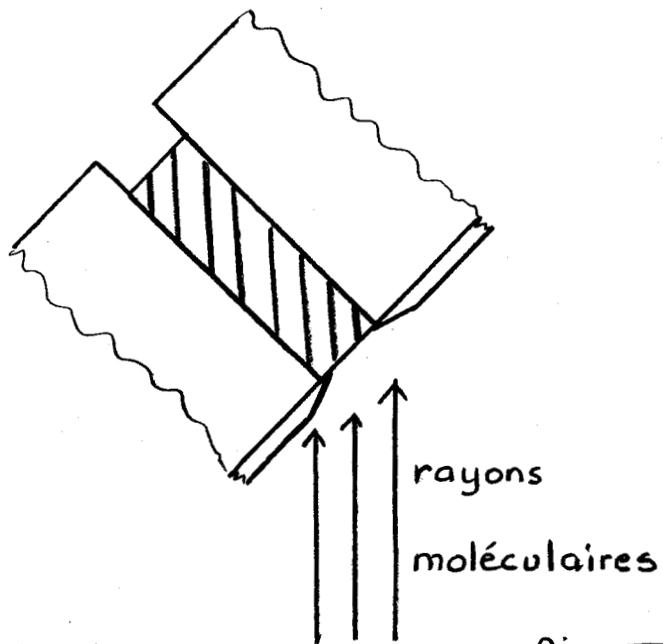


fig II.2.2.

d'écrans réflecteurs, il a étalonné son enceinte à vide, et en contrôle pratiquement le gradient de température. Pour les mêmes raisons, nous avons disposé à l'intérieur de l'enceinte un manchon de Pyrex, qui permet un conditionnement thermique de l'enceinte, outre celle du support lui-même.

Ce rayonnement infrarouge favorise la croissance cristallographique en texture normale à la surface (couches longitudinales) mais rend difficile la réalisation de textures obliques, et ceci d'autant plus que l'obliquité des rayons moléculaires augmente.

Préparation des couches à axe incliné

Les couches à axe incliné sont préparées en disposant le support de façon que les rayons moléculaires y arrivent sous incidence oblique. (fig II.2 - 2.).

Leur réalisation est d'autant plus difficile que l'incidence est grande. L'épaisseur déposée n'est plus uniforme ; elle est plus faible en A qu'en B à cause de l'ombre géométrique de la couche.

La température du support des cristaux doit être moins élevée pour les couches à axe incliné (170°) que pour les couches à axe normal (200°) car l'agitation thermique a tendance à donner un agencement cristallin tel que l'axe c soit normal à la surface. Certains substrats telles les sous-couches d'Or orientent également l'axe c perpendiculairement à la surface même lorsque l'incidence de vapeur est oblique.

Le traitement thermique est critique pour le résultat final. Par cette méthode, il est pourtant nécessaire car la couche n'est pas piézo-électrique à sa sortie de l'évaporateur. Si la température du recuit est trop élevée ou bien la durée trop prolongée, on obtient une couche longitudinale pure, (de bonne qualité d'ailleurs pour ce mode.) Un traitement thermique de 10 minutes à 350° convient aux couches sur cristal, mais pour les couches sur argent, 2 à 4 minutes suffisent.

II.3. EVAPORATION GRAIN A GRAIN .

Ce fut la première méthode utilisée, car elle est théoriquement l'une des plus indiquées pour la réalisation de couches stoechiométriques. Mais sa vitesse d'évaporation s'est révélée très lente dans les conditions d'utilisation : $5 \text{ \AA} \cdot \text{mm}^{-1}$ ce qui aurait requis environ 30 Heures pour la réalisation d'une couche hypersonore de l'ordre du micron comme épaisseur. La nécessité de réguler la température du support et de maintenir la circulation d'azote liquide rend souhaitable une durée maximale de 2 à 3 Heures pour l'évaporation proprement dite. Les couches obtenues étant trop fines, n'ont pas donné de résultat.

Augmenter cette vitesse est difficile car si les grains tombent à trop grande cadence sur le creuset, ils s'y accumulent et l'effet grain à grain n'est pas obtenu, le creuset agit à la manière ordinaire.

II.4. COEVAPORATION

Ce fut la seconde méthode essayée, car la bibliographie semble actuellement la classer parmi les plus sûres. Le Cadmium était un lingot BALZERS, le Soufre, une poudre KOCHLIGHT 5 N.

Soufre et Cadmium furent respectivement placés en creusets d'Alumine chauffés par spirale extérieure de Tungstène et contrôlés par thermocouple.

Dès le début de l'évaporation, le contrôleur d'épaisseur fut mis hors service et inutilisable. Les vapeurs soufrées, pénétrant dans le coffret, même en ombre géométrique, en avaient sulfuré les contacts électriques (Cuivre, Argent).

Peu après, les jauges contrôlant le vide s'altérèrent et leurs indications furent complètement faussées. L'ouverture de l'enceinte à vide montra que toutes les pièces métalliques, sauf l'Inox et l'Or, étaient oxydées, même en-dessous des feuilles protectrices d'Aluminium qui les couvraient. Cette oxydation se reproduisit après nettoyage, car les vapeurs soufrées ne s'éliminent pas. Il fallut une révision complète du bâti pour le réutiliser à d'autres fins. La mise en oeuvre de cette méthode demande l'usage exclusif d'un bâti d'évaporation équipé en métaux non altérables, et requiert un contrôle d'épaisseur basé sur un principe optique.

II.5. EVAPORATION DU COMPOSE PUR SUIVIE DE TRAITEMENT

Assez rapidement donc, nous avons cherché une méthode qui sauvegarderait le matériel, et dès le premier essai, elle donna d'excellentes couches hypersonores, tout en conservant au bâti ses qualités antérieures.

Il s'agit d'une méthode utilisée pour les couches photoconductives de Sulfure de Cadmium par BALKANSKI 66 et reprise dans le même but par SORBIER 68. A notre connaissance, elle n'a pas été utilisée jusqu'ici pour les couches acoustiques, bien qu'elle donne des résultats aussi bons que la méthode précédente.

Elle est particulièrement simple : le composé pur est évaporé dans un creuset ordinaire, en Molybdène par exemple ; la couche obtenue est ensuite immergée dans de la poudre de CdS très pur et portée dans un four, à pression atmosphérique d'air ordinaire, à 400°C pendant 10 à 30 mn ou plus. Avant ce traitement, la couche n'est généralement pas piézoélectrique, ou très peu. Après, elle le devient. Le rôle de ce traitement est double : d'une part, l'agitation thermique favorise à 400°C, un agencement

des polycristaux en texture hexagonale (001) normale comme le montre l'étude aux rayons X. D'autre part, la couche d'abord semiconductrice se "dope" en Soufre qui réoccupe les vacances du réseau et devient isolante. (SORBIER 68).

La poudre servant au recuit est de type BALZERS, de granulométrie destinée à l'évaporation grain à grain. Au contraire, l'évaporant se présente sous forme de tablettes, comprimé et prédégazé, également préparé par BALZERS pour les évaporations. Les autres fournisseurs de produits très purs livrent généralement des poudres non préalablement traitées. L'avantage de la forme physique comprimée et dégazée est de donner lieu, lors de l'évaporation en creuset à un minimum de projections parasites par éclatement des grains, ce qui permet d'obtenir des couches plus belles. Sous cette forme, le produit est en principe moins pur, car son passage au four le met en contact avec un creuset susceptible de le contaminer. Le produit en tablettes est garanti d'une pureté meilleure que 99,999 % tandis que la poudre initiale est classée "purissima" c'est-à-dire qu'en ce dernier cas, aucune impureté n'est décelée par les analyses.

Les échantillons de Sulfure de Cadmium 5 N ont été soumis, pour vérification à l'analyse par fluorescence X. L'analyse a confirmé la pureté indiquée par le fabricant. (1)

La température du creuset est mesurée par thermocouple Tungstène-Rhénium gainé Alumine et Tantale, elle est de l'ordre de 750°C à 850°C selon la vitesse d'évaporation voulue (0,1 à 0,2 μ .mm⁻¹). Mais ce contrôle est assez relatif car la température, jugée d'après la couleur, n'est pas la même sur toute la surface du creuset, et ce de façon variable en cours d'évaporation. Un soin particulier était pris pour le remplir et placer le thermocouple de façon identique en sorte de favoriser la reproductibilité.

La durée et la température du traitement varient selon l'épaisseur de la couche et la nature du substrat. Pour les couches de CdS sur électrode, 10 mm suffisent, ainsi que 380°. Pour les couches de CdS sur Corindon ou Rutile, on peut aller jusque 450°C pendant environ 10 mn, ou jusque 60 mn à 400°C. Plus la température du traitement est élevée et plus il est prolongé, meilleure est la couche, mais elle finit par se piquer,

(1) Des traces de Zinc, Fer et Cuivre ont été décelées. Seule la détermination quantitative du Cuivre a été faite. L'échantillon contient environ 2ppm de Cuivre ; la limite de sensibilité de l'appareillage utilisé est, dans les conditions de l'expérience, de 1 ppm.

en se décollant du substrat sous l'effet des coefficients de dilatation différents. La température du four est contrôlée par thermocouple Chromel-Alumel gainé Alumine et Inox.

Nous avons réalisé quatre séries d'évaporations. Les deux premières et la quatrième série ont donné de bons résultats, la troisième ayant été perturbée comme signalé ci-avant par les remontées d'huile oxydée.

Les performances des couches seront données plus loin, et sont comparables à celles trouvées dans la bibliographie. Nous avons pu comparer au laboratoire deux couches déposées sur des cristaux de même provenance, excitées dans la même cavité, une couche ayant été préparée par la méthode de coévaporation sur bâti SEAVOM, l'autre par méthode de simple évaporation suivie de traitement. Les performances étaient identiques et plutôt meilleures dans ce dernier cas. (26 dB à 1000 MHz, cavité 336).

Outre le contrôle d'épaisseur, dont il sera question au chapitre suivant, un facteur important de réussite est l'entretien du bâti, ainsi que la durée de conditionnement du substrat. Lorsque les cycles d'évaporation se succèdent à rythme trop rapide, le dégazage est inégal et insuffisant. Fréquemment en ce cas, des cristaux semblables, identiquement nettoyés, chauffés dans le même support, placés à quelques mm d'intervalle ce qui permet de croire qu'ils reçoivent le même flux de rayons moléculaires, dans des conditions identiques, donnent lieu à des dépôts très différents en épaisseur et en performance acoustique (0,1 et 1 μ par exemple 2,3 et 3,4 μ autre exemple).

Au contraire, lorsque le conditionnement et l'étuvage peuvent être assurés environ 2 à 3 Heures avant le début d'évaporation, ces cristaux donnent lieu à des couches d'épaisseur identique.

II.6. EVAPORATION PAR CANON A ELECTRON.

Il nous a été possible de réaliser par cette méthode un échantillon dans les laboratoires BALZERS sur canon EVR 3, de H.T. 0,4 kV, émission 160 mA. Le cristal étant disposé à 20 cm du creuset pour une incidence d'environ 10° des rayons moléculaires, nous avons obtenu une couche à axe incliné, engendrant les deux types de modes dès avant le traitement thermique, ce qui montre la qualité de la méthode. (oscillogramme 111068A sur Corindon 3 ci-après). C'est la méthode adoptée par SORBIER 68 (couches photoconductives) et WEBER 66, (couches acoustiques de très bonnes performances, de 10 MHz à 70 GHz), présentant l'avantage de ne pas polluer l'évaporant par le creuset, et d'éviter le rayonnement infrarouge.

II.7. COUCHES ACOUSTIQUES DE MATERIAUX AUTRES QUE Cds

Nous avons essayé avec le matériel d'évaporation disponible la réalisation de couches acoustiques d'autre nature.

II.7 - 1. Niobate de Lithium

Un essai d'évaporation par effet Joule a été tenté avec des fragments monocristallins de Niobate de Lithium "C.G.E." A la température d'évaporation, le produit était décomposé dans le creuset et n'a donné lieu à aucun dépôt.

Les seules couches de LiNbO_3 , à notre connaissance ont été réalisées par pulvérisation cathodique. (FOSTER 69).

II.7 - 2. Oxyde de Zinc

Un essai d'évaporation par effet Joule a été tenté en atmosphère réactive d'Oxygène, à partir de lingots de Zinc BALZERS. Le substrat était dans un support massif d'Aluminium maintenu à -50°C et contrôlé par thermocouple Fer-Constantan. Il s'est recouvert d'une couche de Zinc, laquelle s'est rapidement détachée après l'entrée d'air. Les différentes parties de l'enceinte à vide étaient soit vierges, soit recouvertes de Zinc, mais aucune trace d'Oxyde de Zinc ne fut observée. La difficulté d'obtenir des couches adhésives de Zinc et d'Oxyde de Zinc par évaporation est bien connue (HOLLAND 56) et seuls, des dispositifs très élaborés permettent de les réussir (BELT 68) (MALBON 67).

D'autres méthodes telle la pulvérisation cathodique semblent mieux adaptées à ce composé, (MICKELSEN 66) (ROZGONYI 66), vraisemblablement parce que l'effluve électrique est un facteur favorisant l'adhésion des couches.

II.7 - 3. Pulvérisation cathodique radiofréquence

Deux échantillons ont pu être simultanément réalisés dans les laboratoires BALZERS sur diode HFZ 101 avec galette d'Oxyde de Zinc ESPI-BFI comme cible.

La tension était d'environ 2kV, l'intensité au primaire 0,5 A.

Deux essais préalables avaient été réalisés sur éprouvettes de verre, pour tester la vitesse de dépôt, et la composition optimale du gaz à ioniser.

Le premier essai fait en atmosphère d'Argon pur à 10^{-3} Torr a donné une vitesse de pulvérisation d'environ $2,5 \text{A} \cdot \text{sec}^{-1}$. Mais la cathode d'Oxyde de Zinc apparut fortement noircie par décomposition donnant lieu à libération de Zinc, selon un phénomène classique bien connu, sous vide (SECCO 60). La couche sur éprouvette était également sombre.

Le deuxième essai fait en atmosphère mixte : 50 % d'Argon et 50 % d'Oxygène donna des résultats semblables.

Un troisième essai fut fait en atmosphère d'Oxygène pur. L'opération est alors assez délicate. D'une part, la proportion d'Oxygène doit être suffisante pour assurer une réactivité qui empêche la cathode de s'altérer, d'autre part, elle ne doit pas dépasser 10^{-3} Torr au niveau de la cloche, c'est-à-dire 10^{-2} Torr à la sortie de la pompe secondaire car l'huile serait irrémédiablement oxydée. Une telle pression d'Oxygène détruit le filament de la jauge Bayart-Alpert de l'enceinte à vide, après un temps d'environ 1/2 Heure, et le contrôle de la pression ne se fait plus que par la jauge thermocouple moins précise au niveau de la pompe secondaire. Ce filament se remplace sans difficultés mais il faut pour cela rompre le vide. ROZGONYI 66 a montré que l'on peut aussi obtenir des couches acoustiques en atmosphère d'Argon pur, à condition d'étuver préalablement le bâti à 10^{-9} Torr pendant une nuit, de façon à conserver à la cathode, par dégazage suffisant, ses qualités d'état neuf. A défaut d'étuvage, le même auteur utilise l'Oxygène pur.

Sur les deux échantillons, une des couches s'est presque aussitôt détachée du substrat, l'autre a pu être conservée et testée en cavité à 1GHz (cf. oscillogramme 11 10 68 B sur Corindon 1 ci-après). Elle donne un système longitudinal pur.

L'épaisseur de la couche est de 1μ . Le dépôt a pour cela duré 4000 sec au compteur enregistreur. La faible adhérence est vraisemblablement due à la rapidité de l'opération. Les trois essais ont été réalisés successivement sur une journée aussi le dégazage préalable a été limité en durée, et en niveau de pression. Comme indiqué ci-avant, bien que la méthode de pulvérisation ne requière théoriquement qu'un vide de 10^{-3} Torr, la qualité des couches demande d'utiliser un bâti dépassant largement ces performances, en vue de l'étuvage préalable.

11.7 - 4. Couches métalliques acoustiques

Dans le même temps furent réalisées des couches minces métalliques :

- soit comme bolomètre hypersonore (filament d'Etain)
- soit comme transducteur d'ondes de surface (peigne d'Or sur Quartz).

Le substrat est un monocristal de Quartz poli optiquement ; le masque métallique est appliqué dessus lors de l'évaporation de façon à obtenir un dépôt métallique de géométrie donnée.

Le masque doit être d'épaisseur minimale de façon que les bords ne provoquent pas de gradient d'épaisseur pour le dépôt, mais il doit en même temps rester rigide.

Il consiste en une lame métallique photoérodée ou électroérodée.

11.7 - 4.1. Bolomètre hypersonore.

Le dépôt est un filament d'Etain supraconducteur; deux conditions sont à réaliser pour cela :

- la pureté du dépôt : il ne doit pas s'oxyder ni contenir d'inclusions gazeuses.
- la cristallinité du dépôt : la phase quadratique est supraconductrice.

Les premiers essais donnèrent des couches oxydées non conductrices : la vapeur d'Etain chauffait la surface du substrat et l'Etain s'oxydait lors du retour à pression atmosphérique.

Le procédé CASWELL 63 fut d'abord appliqué : il consiste à évaporer sur le premier dépôt d'étain un second dépôt d'Oxyde de Silicium et cela, sans rompre le vide de façon que l'Etain ne s'oxyde plus lors du retour à pression atmosphérique.

Effectivement, les couches obtenues conservèrent leur éclat métallique et s'avérèrent supraconductrices. Mais le procédé entraîne divers inconvénients :

- les dépôts d'Etain et d'Oxyde de Silicium ne se recouvrent pas exactement à cause de l'effet d'ombre des bords du masque par rapport aux rayons moléculaires issus des creusets A et B (fig. II.7 - 4.1.).

La réalisation d'un dispositif mobile permettrait de pallier cet inconvénient, mais les vibrations lors du déplacement du substrat et de son masque risqueraient de craqueler le premier dépôt d'étain qui est un filament fin et fragile.

- et surtout, la couche protectrice modifie de façon gênante les caractéristiques de résistance et de température de transition du filament d'Etain.

Le procédé MORRIS 64 fut alors essayé car il évite ces inconvénients ; il consiste simplement à refroidir le substrat par un serpentin où circule de l'Azote liquide (80 K). En ce cas, l'Etain, refroidi lors de sa condensation, ne s'oxyde plus ce qui rend inutile un second dépôt protecteur. De plus ce procédé a l'avantage de diminuer les contraintes thermiques auxquelles sera soumise la couche lors de son utilisation dans l'Hélium liquide (4 K) car elle est fabriquée dans des conditions de températures plus proches de celles de son utilisation.

Ces conditions de température sont également favorables à la croissance cristalline de la phase supraconductrice.

Cependant, le support refroidi a tendance à agir comme un piège thermique, condensant les gaz résiduels et provoquant éventuellement leur remontée si des précautions de pompage ne sont pas prises : il faut préalablement pomper à 10^{-6} Torr, mettre alors en service le baffle de la pompe refroidi à l'Azote liquide et maintenir cette pression environ 1/2 Heure avant de commencer à admettre l'Azote liquide dans le serpentin du substrat. Sans ce dégazage préalable et cette succession des phases de refroidissement, le substrat désorbe mal ses gaz et le dépôt d'Etain en pâtit.

Les précautions à prendre lorsque le cycle des évaporations d'Etain intervient après un cycle d'évaporations de Sulfure de Cadmium, ont été signalées au § II.2.

Les couches réalisées de cette façon ont donné satisfaction pour la détection bolométrique d'hypersons à 1 et 3 GHz et 3,7 K. (MARTIN 1969)

II.7 - 4.2. Electrodes digitales pour transducteur d'ondes de surface.

L'Or fut choisi à cause de sa bonne conductivité, de sa facilité de soudure, de son inaltérabilité et de sa souplesse en évaporation sous vide.

Toutefois, son adhérence au substrat n'est pas très forte et il n'est pas rare qu'un fil soudé et soumis par mégarde à une traction, se détache du substrat en même temps que le dépôt. L'interposition d'une sous-couche de Chrome d'une centaine d'Angströms donne une excellente adhérence .

Les évaporations des deux métaux se font successivement sans rompre le vide et l'inconvénient de dissymétrie d'ombre géométrique du masque pour les deux creusets n'est pas gênant si l'on prend la précaution de placer les dents du peigne parallèlement aux creusets.

La figure II.7 - 4.2. donne le microgramme d'une extrémité du peigne ; photographié au même grossissement, le micromètre objectif donne l'échelle en mm et permet d'apprécier la finesse des filaments déposés : largeur de 0,05 mm pour un espacement de 0,04 mm environ en moyenne.

L'interférogramme en donne l'épaisseur : 0,1 micron en moyenne.

Un très grand soin doit être apporté après dépôt pour séparer le masque du substrat sans rompre les filaments : la qualité du transducteur dépend en effet de l'intégrité du peigne déposé.

Les électrodes réalisées sur Quartz ont donné satisfaction pour la production d'ondes de surface de 1 à 600 MHz. (1).

(1) M. MORIAMEZ. Communication. Colloque de la Société de Physique.

Lille - 17 Septembre 1969.

fig II.7.4.2. Peigne pour électrodes de transducteur d'ondes
de surface.

CHAPITRE III

CONTROLE ET MESURE DE L'ÉPAISSEUR DE COUCHES MINCES ÉVAPOREES.

III.1. INTRODUCTION

On peut ici distinguer les méthodes de mesure et les méthodes de contrôle.

Habituellement, les méthodes de mesure ne permettent de déterminer l'épaisseur d'un film donné qu'après fabrication seulement.

Les méthodes de contrôle permettent de préparer un film d'épaisseur prédéterminée à condition que l'appareil soit préalablement calibré.

Les méthodes de contrôle s'apparentent généralement aux méthodes dynamiques et relatives, tandis que les méthodes de mesure relèvent plutôt des méthodes statiques et absolues.

III.2. DEFINITION DE L'ÉPAISSEUR D'UN FILM

L'épaisseur d'un film est une notion géométrique qui suppose à la fois les surfaces du substrat et de la face libre du film planes et parallèles.

A cette échelle, les films peuvent avoir une forme granulaire, et en ce cas, le concept d'épaisseur correspondra à une moyenne globale relative à une surface de film donnée. Suivant la méthode de mesure, cette moyenne conduira soit à une notion d'épaisseur optique "ne" soit à une notion d'épaisseur gravifique "pe". Les méthodes de mesure sont principalement de deux types : gravimétriques et optiques.

III.3. LES METHODES GRAVIMETRIQUES

L'appareil permet de mesurer la masse de substance déposée par unité de surface $\frac{\Delta m}{S} = \rho e$. L'épaisseur e peut ensuite être déterminée à condition de connaître la masse volumique du corps déposé. Pour cela deux hypothèses sont émises :

- la masse volumique connue étant celle du composé "volumique" (à 3 dimensions du même ordre de grandeur), on suppose qu'elle reste valable pour le dépôt (une dimension très petite par rapport aux deux autres) ce qui n'est qu'approximatif.
- La masse volumique est supposée homogène dans la direction normale au film ce qui n'est aussi qu'une approximation, les couches atomiques étant resserrées au voisinage d'une surface. C'est pourquoi de plus en plus, les auteurs utilisant ces méthodes, retiennent la notion de masse superficielle $\frac{\Delta m}{S} = \rho e$ plutôt que celle d'épaisseur "e" (LOVELLS 68).

Deux procédés sont couramment utilisés :

- Provoquer le dépôt sur un substrat léger et de surface connue. La pesée avant et après dépôt permet de connaître la masse superficielle. C'est une méthode statique de mesure.
- Provoquer le dépôt sur un Quartz vibrant en résonance sur une fréquence connue, et mesurer le glissement de fréquence du Quartz, qui est proportionnel à la masse déposée. Une calibration permet de connaître l'épaisseur, c'est une méthode dynamique de contrôle.

III.3 - 1. Contrôleur à Quartz oscillant

III.3 - 1.1. Principe

C'est un contrôleur d'épaisseur. Calibré il en permet également la mesure dynamique.

L'épaisseur est déterminée d'après le glissement de fréquence d'un cristal de Quartz lorsqu'il reçoit un dépôt de faible épaisseur.

La fréquence de résonance d'un Quartz d'épaisseur e est :

$$f = \frac{v}{2e} \quad (1)$$

v : vitesse de l'onde élastique dans la direction de l'épaisseur.

$$e = \frac{m}{S\rho}$$

m = masse du cristal

ρ = densité du cristal

S = surface du cristal

$$f = \frac{v \rho S}{2} \cdot \frac{1}{m} \quad (2)$$

si l'on fait varier la masse du cristal, toutes choses égales par ailleurs

$$\frac{df}{f} = - \frac{dm}{m} \quad (3)$$

$$df = - f \cdot \frac{1}{m} dm = - f \left(\frac{2f}{v\rho S} \right) \cdot dm = - \frac{2f^2}{v\rho S} \cdot dm$$

Le glissement de fréquence ΔF de l'oscillateur reste proportionnel aux variations de masses Δm (pourvu que ces dernières soient assez petites).

$$\Delta f = - \frac{2f^2}{v\rho S} \Delta m = C_1 \frac{\Delta m}{S} \quad \text{avec} \quad C_1 = \frac{2f^2}{v\rho} \quad (4)$$

La variation de masse Δm est causée par le dépôt d'un film d'épaisseur e' déposée sur une surface S' , portion de l'une des faces du Quartz, ρ' étant la densité du film.

$$\Delta m = \rho' \cdot S' \cdot \Delta e' \quad (5)$$

$$\text{d'où : } \Delta f = C_1 \frac{\Delta m}{S} = C_1 \cdot \frac{S'}{S} \frac{\Delta m}{S'} = C_2 \cdot \frac{\Delta m}{S'} \quad (6)$$

avec :

$$C_2 = C_1 \cdot \frac{S'}{S} = - \frac{S f^2 S'}{v \rho S}$$

Le glissement de fréquence Δf est proportionnel à la variation $\frac{\Delta m}{S'}$ de masse superficielle du film.

La constante C_2 caractérise un appareil donné.

Calculons les constantes C_1 et C_2 pour l'appareil utilisé (BALZERS QSG 101).

$$f = 5 \cdot 10^6 \text{ Hz}$$

$$v = 3,34 \cdot 10^5 \text{ cm} \cdot \text{sec}^{-1} \quad (\text{ondes transversales Quartz AT})$$

$$\rho = 2,66 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

$$C_1 = \frac{2 \cdot (5 \cdot 10^6)^2}{3,34 \cdot 10^5 \times 2,66} = 5,63 \cdot 10^7 \text{ Hz} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$$

$$C_2 = C_1 \frac{S'}{S} = \frac{S'}{S} = 0,84 \text{ d'où } C_2 = 4,74 \cdot 10^{-7} \text{ Hz} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^2$$

Deux causes limitent principalement la linéarité des relations (4) et (6) :

1°) - C_1 et C_2 ne sont pas des constantes car elles varient avec la fréquence f .

$$\frac{\Delta C_1}{C_1} = + 2 \frac{\Delta f}{f} = \frac{\Delta C_2}{C_2}$$

une variation $\frac{\Delta f}{f}$ de 1 % entraîne une variation de linéarité de 2 %

$$\frac{\Delta f}{f} \leq 1\% \quad \Delta f \leq \frac{5 \cdot 10^6 \text{ Hz}}{100} = 50 \text{ kHz}$$

Un même Quartz peut recevoir un dépôt m jusqu'à concurrence d'un glissement de fréquence de 50 kHz.

2°) - C_1 et C_2 varient avec la température.

La coupe AT du Quartz a précisément été choisie pour limiter au maximum cette variation.

Lorsque le Quartz est refroidi par circulation d'eau, sa température reste constante malgré les radiations infrarouges du creuset évaporant. Pour un intervalle de température allant de 20° à 50°C, la variation relative de fréquence est :

$$\frac{300 \text{ Hz}}{5 \cdot 10^6 \text{ Hz}} \leq 10^{-4}$$

Elle peut être négligée par rapport à la précédente, à condition de rester dans cet intervalle de température. Remarquons donc que ce dispositif de contrôle d'épaisseur n'est pas susceptible d'être utilisé lorsqu'on travaille à des températures de -200°C ou +200°C, à cause de son principe même de conception.

III.3 - 1.2. Description de l'appareil

L'appareil est schématisé figure III.1 - 2. :

Q est le disque de cristal en Quartz AT (5MHz) à faible coefficient de température.

Ses électrodes sont en Argent, Or, ou Aluminium, déposées sous vide.

La fréquence de l'oscillateur O_1 est mélangée avec celle de l'oscillateur variable O_2 (4,8 - 5 MHz) par le mélangeur M. Le battement obtenu (0 - 150 kHz) est converti en signaux carrés par le démodulateur D. Ces signaux alimentent l'amplificateur acoustique A et son haut-parleur, la connection pour fréquencemètre digital FD et l'intégrateur I. Ce dernier convertit les signaux carrés en tension continue destinée à l'instrument de lecture L, calibré en Hertz.

L'appareil de lecture comporte un dispositif photoélectrique permettant de commander la fermeture du cache C par le relai R, lorsque l'aiguille atteint une fréquence prédéterminée.

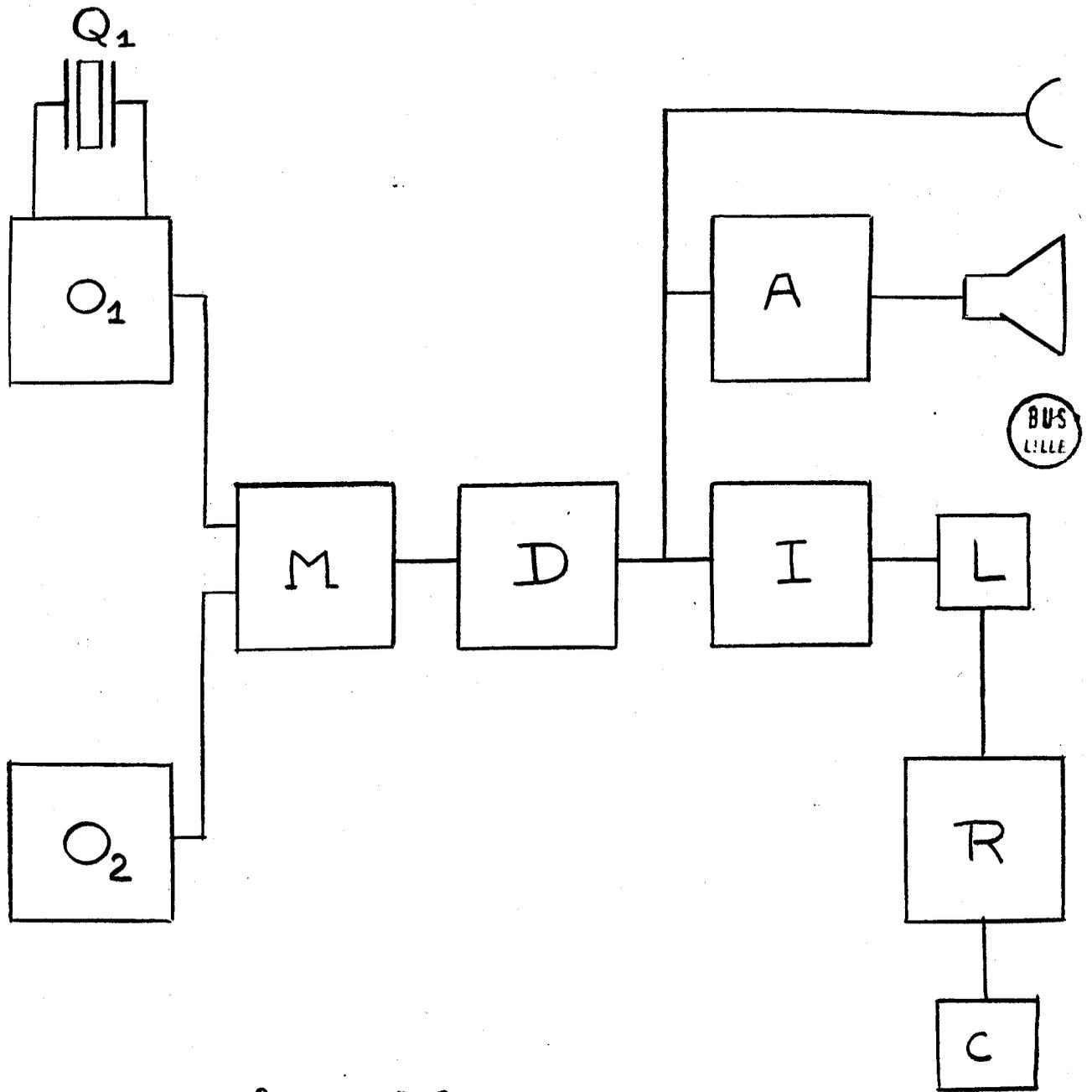


fig III. 3. 2

III.4. LES METHODES OPTIQUES DE TYPE INTERFEROMETRIQUE (HEAVENS 55)

L'appareil mesure (généralement) une différence de chemin optique $\delta \neq$ ne par rapport à des longueurs d'ondes connues.

Seules les couches transparentes peuvent être étudiées par l'ellipsomètre et l'interféromètre à 2 ondes, tandis que les méthodes suivantes permettant l'étude des couches réfléchissantes ou transparentes, sont plus universelles.

III.4 - 1. L'ellipsomètre

La figure II.4 - 1 en résume le principe.

Une couche transparente d'indice n_1 est déposée sur un substrat d'indice n_2 . L'ensemble est plongé dans un milieu d'indice n_0 (l'air ou le vide par exemple).

Un faisceau de lumière monochromatique parallèle polarisé par le polariseur P subit des réflexions multiples sur les deux faces de la couche. Le faisceau réfléchi est constitué par de la lumière elliptique qui est analysée par l'ensemble quart d'onde et polariseur P.

L'appareil mesure les angles γ et χ lesquels permettent de déduire l'indice n_1 de la couche, ainsi que son épaisseur d_1 . Des abaques permettent en principe la détermination de ces quantités, mais si l'on veut obtenir plus de précision, il faut effectuer les calculs sur ordinateur. (VASICEK 60).

L'ellipsomètre constitue pratiquement l'une des seules méthodes donnant des résultats précis dans le cas d'épaisseurs inférieures à 50Å. Dans les autres cas, on lui préfère des méthodes plus directes de type interférométrique.

L'étude avec l'ellipsomètre peut être complétée par une méthode de diffraction de rayons X qui permet de compter les couches atomiques de films, lorsque leur structure cristallographique est bien définie. Il s'agit évidemment de films très minces comportant quelques dizaines de couches atomiques (MEYER 68).

III.4 - 2. L'interféromètre à 2 ondes

C'est une méthode essentiellement dynamique. Elle permet à la fois le contrôle et la mesure d'épaisseur optique, en cours d'évaporation, d'où son application de plus en plus répandue dans ce domaine.

Le principe en est donné sur la figure III.4 - 2.

Un faisceau de lumière monochromatique est réfléchi sur les 2 faces de la couche transparente (les autres réflexions n'interviennent pratiquement pas). Le faisceau réfléchi est reçu sur un détecteur photo-

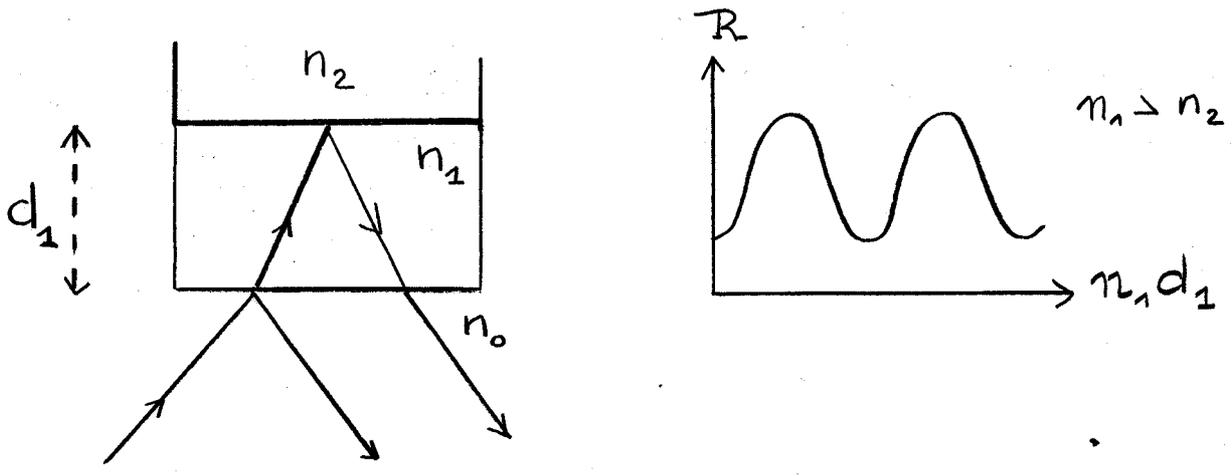


fig III.4.2. Interféromètre à 2 ondes

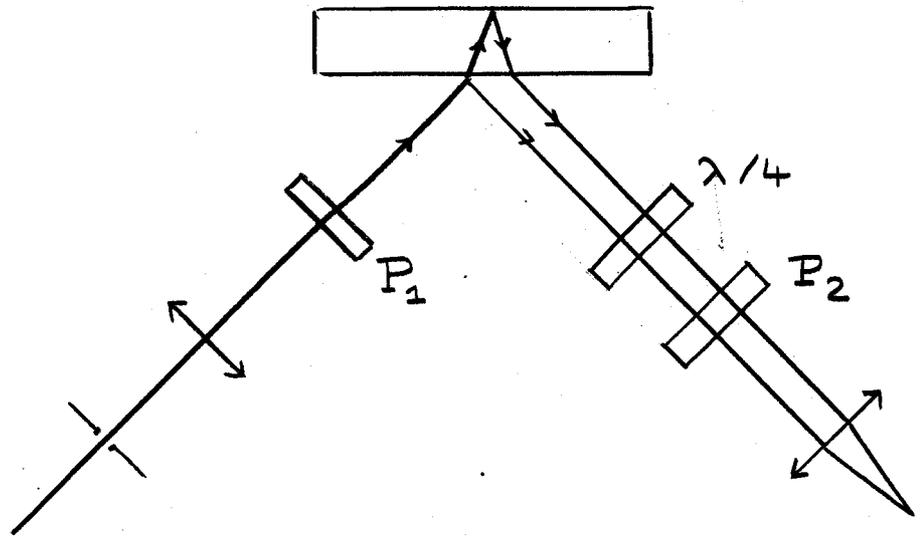


fig III.4.1. Ellipsomètre

électrique. L'enregistrement du signal électrique en fonction du temps reproduit la courbe $R = f(d_1)$

R : facteur de réflexion.

d_1 : épaisseur de la couche

n_1 : son indice de réfraction

Il permet de déterminer l'épaisseur finale par rapport à la distance séparant 2 minimums (ou 2 maximums) qui est $\lambda/2$.

La lumière laser est généralement utilisée car elle est intense, cohérente et pratiquement parallèle sous une faible section de faisceau.

III.4 - 3. L'interféromètre FECO

(Frange of Equal Chromatic Orders)

Son principe est résumé par la figure III.4 - 3.

La couche ne couvre que la moitié du substrat. Le faisceau parallèle de lumière blanche est réfléchi par la moitié non couverte et par la moitié couverte. Des camélures apparaissent dans le spectrographe. L'épaisseur d de la couche est liée au décalage des franges, par la formule :

$$d = \lambda_1 \frac{\lambda - \lambda'}{\lambda - \lambda_1}$$

Cette méthode mesure une épaisseur moyenne, car elle intègre l'intensité réfléchie par tous les points. Elle n'est donc pas sensible aux défauts de surface du substrat, contrairement aux méthodes suivantes, ce qui est un avantage dans la mesure d'épaisseur de la couche considérée en elle-même. (BENNETT 67).

III.4 - 4. Méthodes optiques basées sur le principe du "coin".

Un "coin" interférentiel est un dièdre sur les plans duquel les réflexions donnent lieu à un ensemble de franges équidistantes et parallèles à l'arête. Soit i l'interfrange du système.

La couche ne couvre qu'une partie du substrat. fig III.4 - 5. La discontinuité d en escalier provoque un décalage Δi du système de frange. La mesure de i et de Δi ainsi que la connaissance de λ , longueur d'onde de la source monochromatique, permet le calcul de l'épaisseur :

$$d = \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{\Delta i}{i}$$

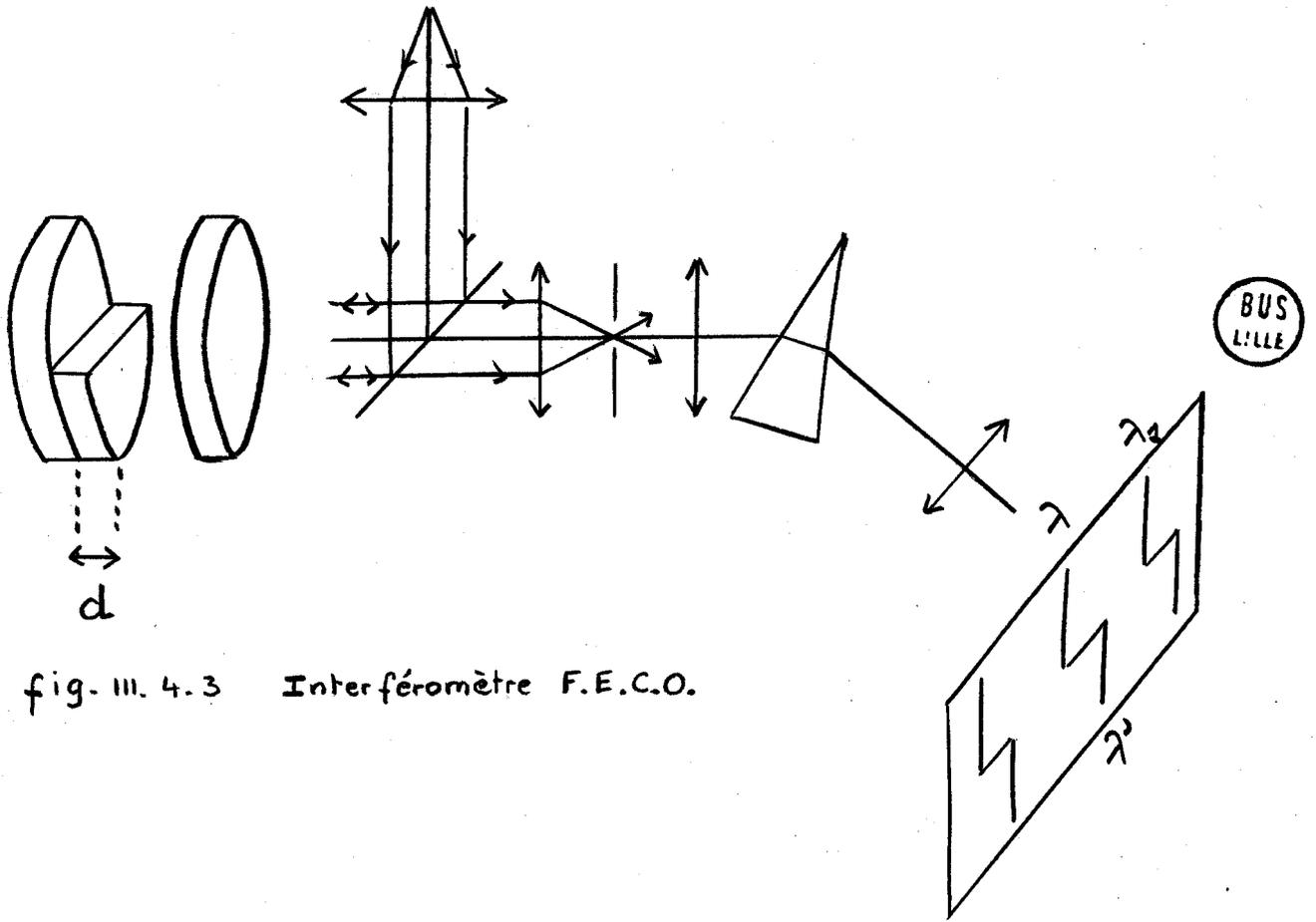


fig. III. 4.3 Interféromètre F.E.C.O.

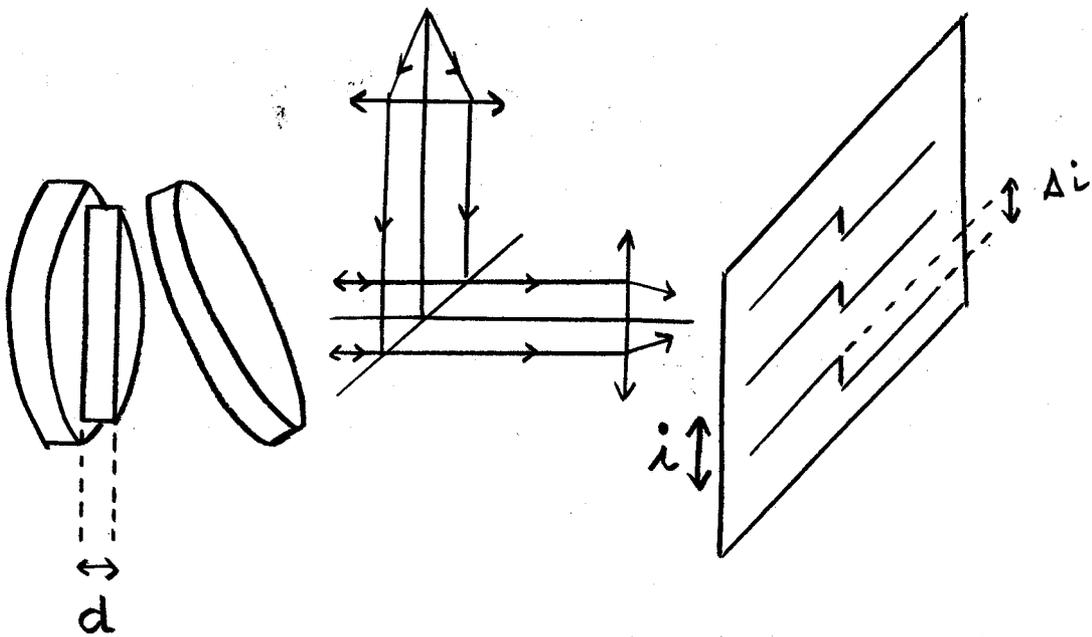


fig III.4.5 Interféromètre TOLANSKY

III.4 - 5. L'interféromètre de TOLANSKY

L'appareil est schématisé par la figure II.4 - 5. Il est basé sur le principe du coin d'air. Pour l'appliquer, il faut disposer d'une lumière parallèle (4° d'angle), monochromatique et intense.

Les franges accusant tous les défauts de surface, non seulement ceux des substrats, mais aussi ceux des optiques qui doivent donc être de qualité soignée.

III.4 - 6. L'interféromètre de NOMARSKI (NOMARSKI 55)

Le prisme de WOLLASTON constitue le "coin de Quartz" d'une part, et sépare optiquement deux images, d'autre part, car les vibrations parallèles et perpendiculaires à l'axe cristallographique sont respectivement extraordinaires et ordinaires.

Il est croisé à 45° avec le polariseur P_1 et l'analyseur P_2 .

La figure II.4 - 6 schématise le dispositif, et montre l'aspect du diagramme d'interférence. L'interféromètre s'adapte sur un microscope polarisant par réflexion. Son emploi est limité aux couches d'épaisseur allant de $0,1$ à $1,5\mu$, ce qui est dû au fait que le décalage est oblique par rapport aux franges, et non plus perpendiculaire comme dans les autres dispositifs.

III.4 - 7. Le microscope interférentiel de LEITZ.-MICHELSON

L'interféromètre de MICHELSON (figure III.4 - 7 est encore assimilable à un coin d'air.

La couche ne couvre qu'une partie du substrat. Elle est placée en M_1 . La limite d'épaisseur maximale des couches mesurables est reculée à la dizaine de microns.

Le nombre des optiques rectifiées est ici minimal : deux surfaces planes, celles de M_1 et M_2 , ce qui est relativement facile à obtenir avec une bonne précision optique, et un dispositif semi-réfléchissant.

Comparé aux précédents, l'appareil peut donc donner des interférogrammes plus nets et plus lumineux, conduisant en conséquence à une plus grande précision dans la détermination de l'épaisseur.

CONCLUSION

Nous avons rappelé ici les principales méthodes de mesure d'épaisseur ainsi qu'un bref aperçu de leur principe.

Les premières méthodes sont limitées aux couches transparentes, mais ont l'avantage de permettre l'étude de la couche elle-même. Les dernières sont applicables à tous les types de couches, transparentes ou non.

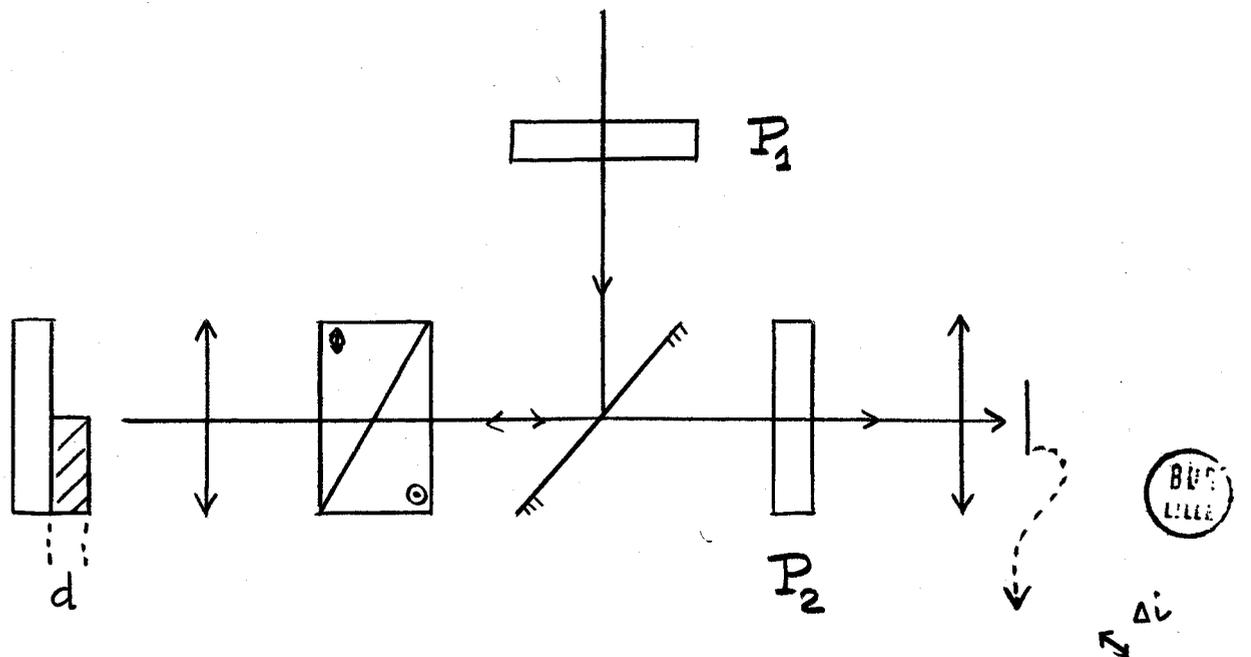


fig III. 4.6

Interféromètre NOMARSKI

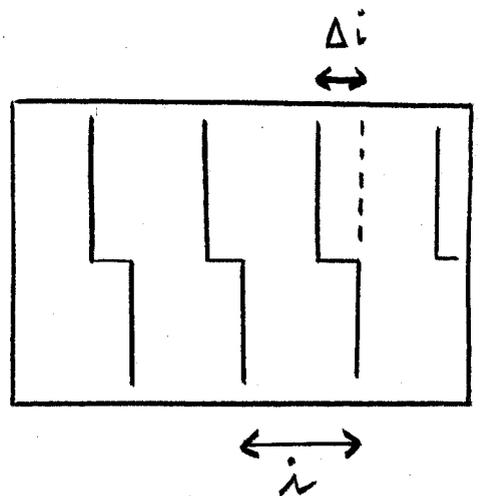
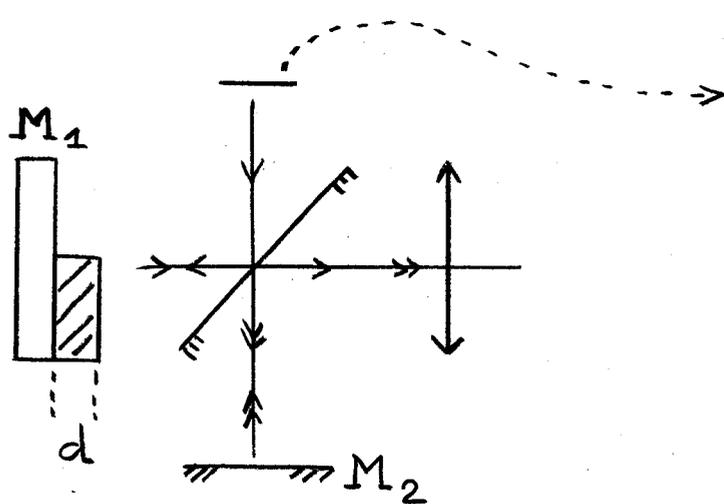
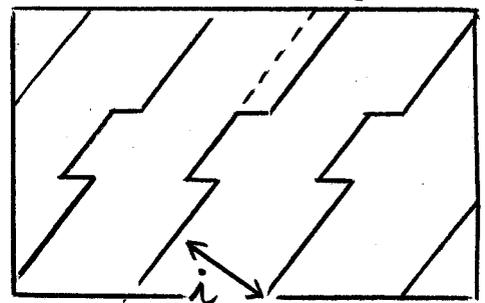


fig III. 4.7. Interféromètre LEITZ. MICHELSON

Toutefois, dans ces dernières méthodes, lorsque la couche couvre la totalité du substrat, la mesure d'épaisseur se fait sur une lame éprouvette auxiliaire qui a reçu le même dépôt que le substrat, dans des conditions identiques autant que possible, (substrat de même nature, porté à la même température, et recevant le flux de vapeur engendrant le dépôt dans des conditions géométriques semblables à celles de la couche). Ces conditions ne peuvent être réalisées que de façon approximative ; aussi y a-t-il lieu de faire des réserves dans la détermination de l'épaisseur de la couche elle-même, qui peut être différente de celle de l'éprouvette.

III.5. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Trois techniques ont pu être mises en oeuvre au laboratoire : le contrôle en cours d'évaporation par balance à Quartz BALZERS QSG 101, la mesure, après évaporation, de l'épaisseur de la couche elle-même avec microscope interférométrique de LEITZ-MICHELSON ou de la masse superficielle de l'éprouvette par pesée sur balance de précision.

- L'éprouvette gravimétrique est une lame de 5 cm x 5 cm pesant environ 5g. Elle est pesée avant et après dépôt, la différence de poids est de l'ordre du centigramme en général. L'incertitude de lecture est de 0,2 mg.

Les mesures optiques se font sur photographies : la figure III.5 - 1. donne trois exemples de micrographies sur "polaroid 107" de couches d'Argent, Etain et Sulfure de Cadmium. Les figures III.5 - 1 A, B et C montrent comment est calculée l'épaisseur à partir du décalage des franges. L'appareil est éclairé en lumière verte de $\lambda = 0,546$ microns, ce qui entraîne :

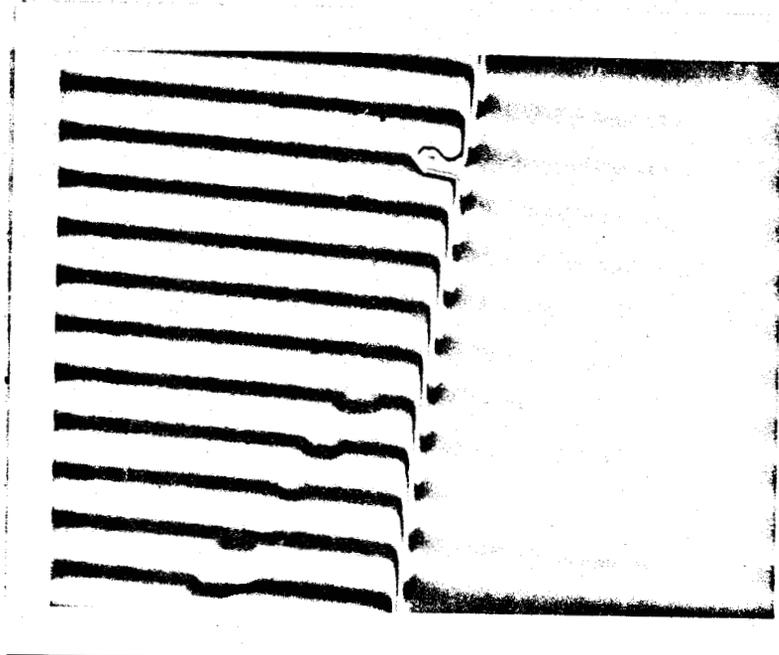
$$e = \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{\Delta i}{i} = 0,273\mu \frac{\Delta i}{i}$$

Le tableau suivant indique les résultats :

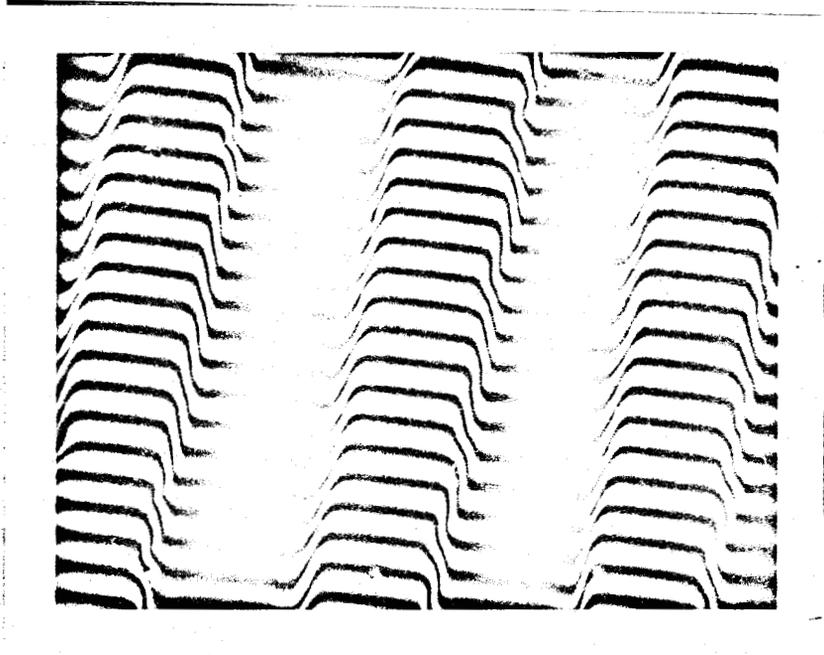
	i	Δi	e en microns
Ag	6,45 mm \pm 0,05	11,5 mm \pm 0,5	0,49 \pm 0,03
Sn	4,00 mm \pm 0,05	7,0 mm \pm 0,5	0,48 \pm 0,04
CdS	3,94 mm \pm 0,10	19 mm \pm 1	1,3 \pm 0,1

L'incertitude est évaluée d'après l'écart moyen de plusieurs mesures effectuées en divers points d'incidence.

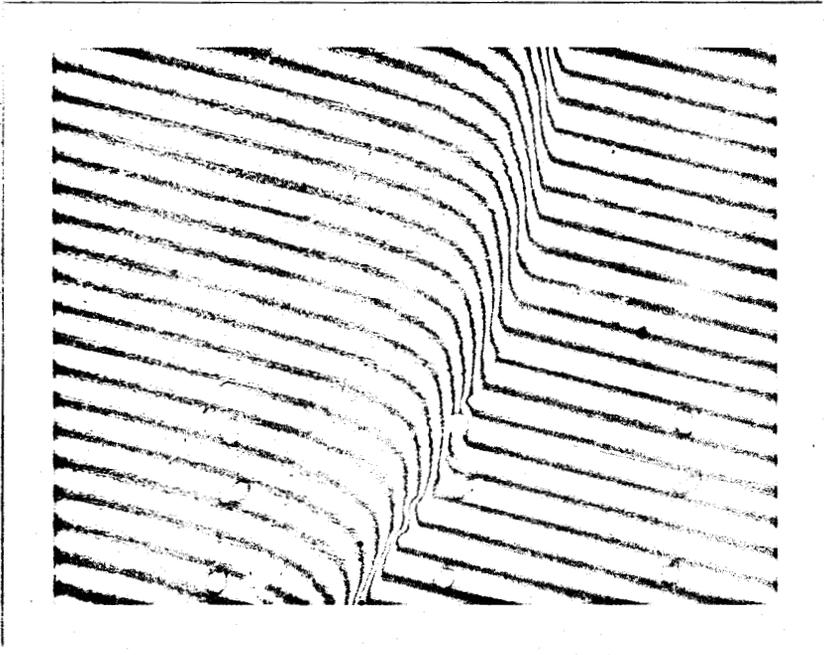
Ag

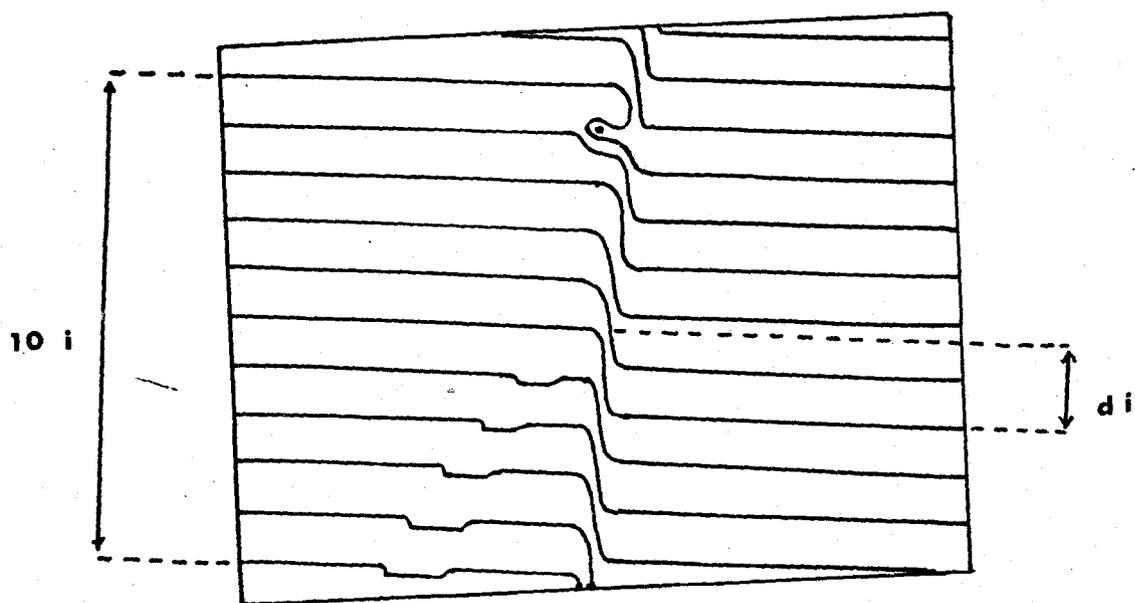


Sn



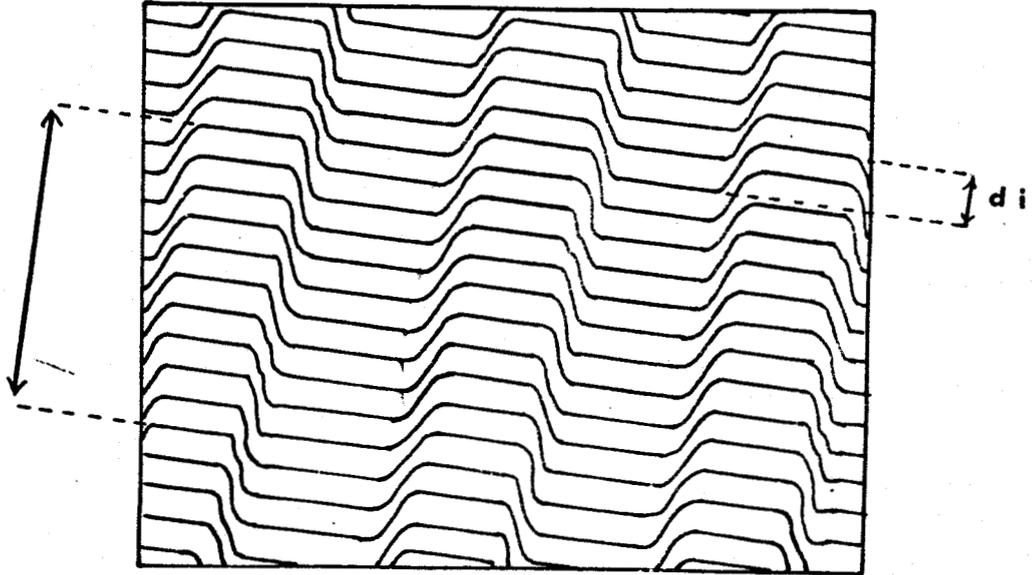
Cd S





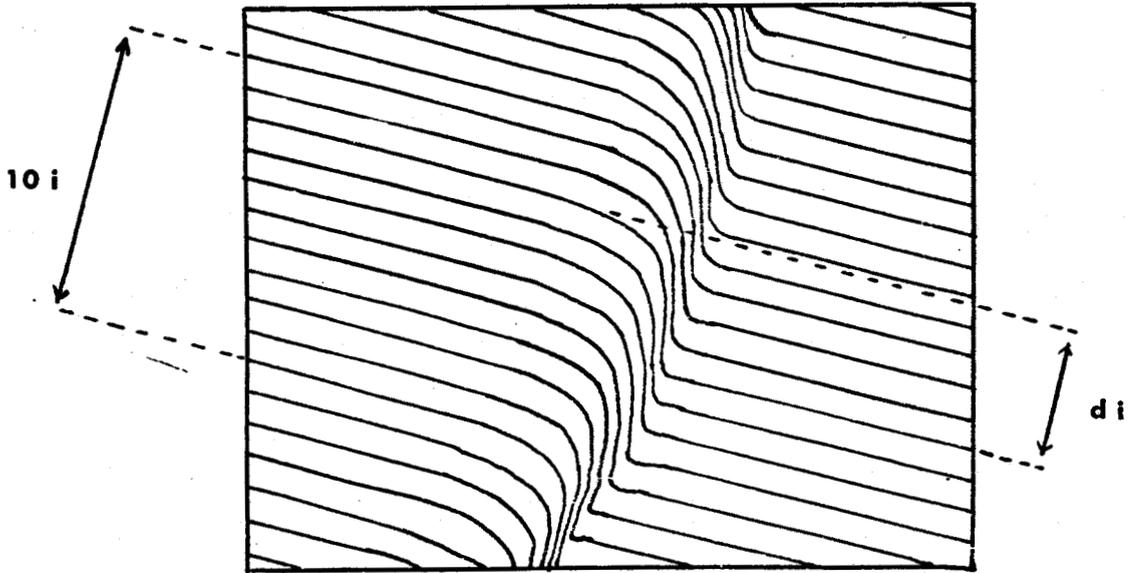
Ag 27569 B

10 i



BUS
LILLE

Sn 21269 b



CdS 17669 A

Les irrégularités du substrat ou de la couche sont également mis en évidence par cette méthode, comme le montre la fig III.5 - 1.

La figure III.5 - 2. représente le calibrage du contrôleur d'épaisseur à partir des mesures d'épaisseur par procédé optique, et à partir des mesures gravimétriques.

La figure III.5 - 3. donne les courbes de mesures gravimétriques en fonction des mesures d'épaisseur optique. Tenant compte du fait que l'éprouvette gravimétrique a une surface de 25 cm^2 , l'abscisse a été regradée en mm^3 . En ce cas, la pente de la courbe donne la masse "volumique" de la couche.

Nous avons indiqué en pointillé la pente correspondante à celle des composés massiques à trois dimensions (bulk density). L'écart provient d'une erreur systématique due au fait que les éprouvettes servant à la mesure d'épaisseur optique et à la mesure gravimétrique sont différentes et disposées côte à côte. La seconde étant de superficie relativement grande possède un léger gradient d'épaisseur. Pour obtenir des épaisseurs uniformes et comparables, il faudrait disposer les éléments sur carrousel tournant.

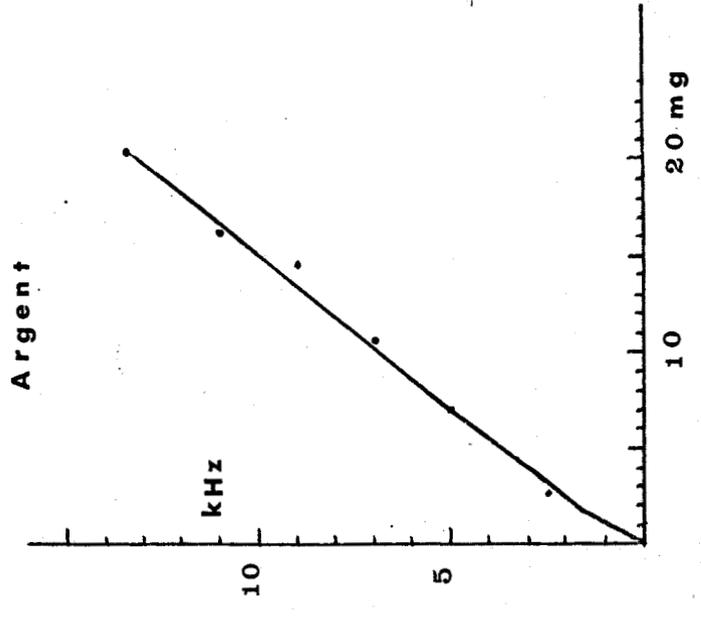
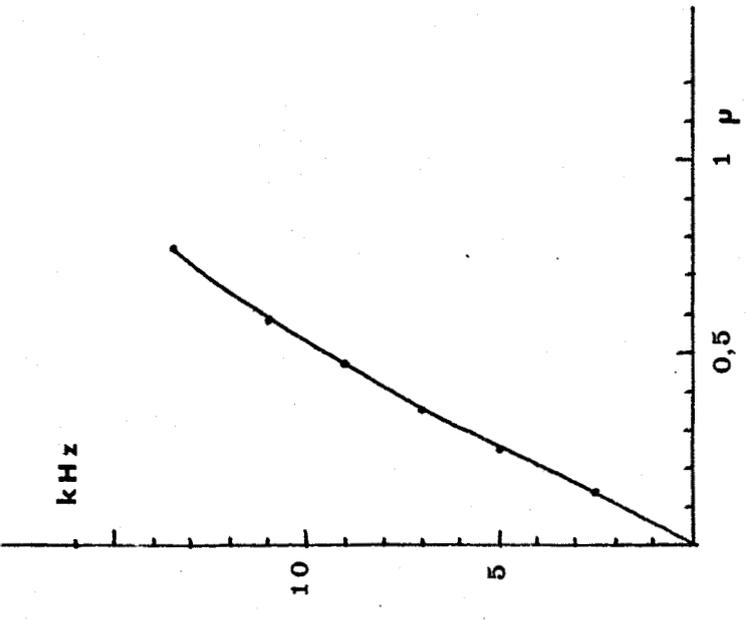
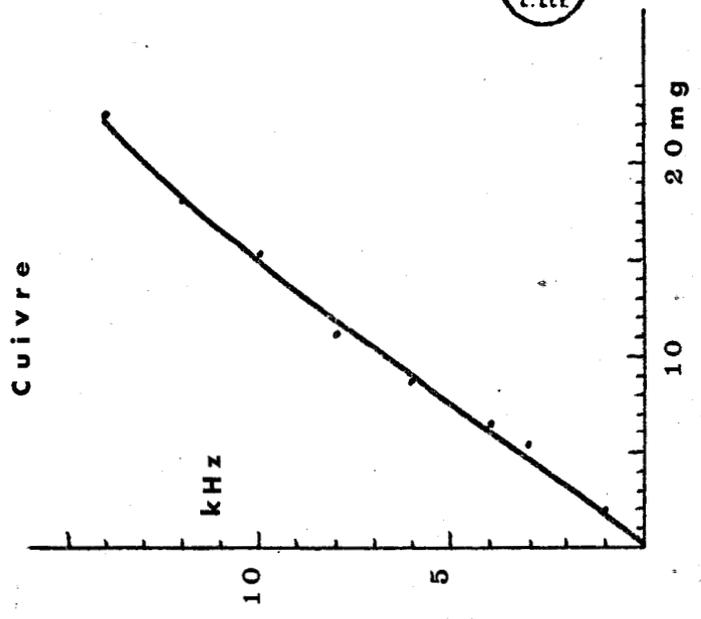
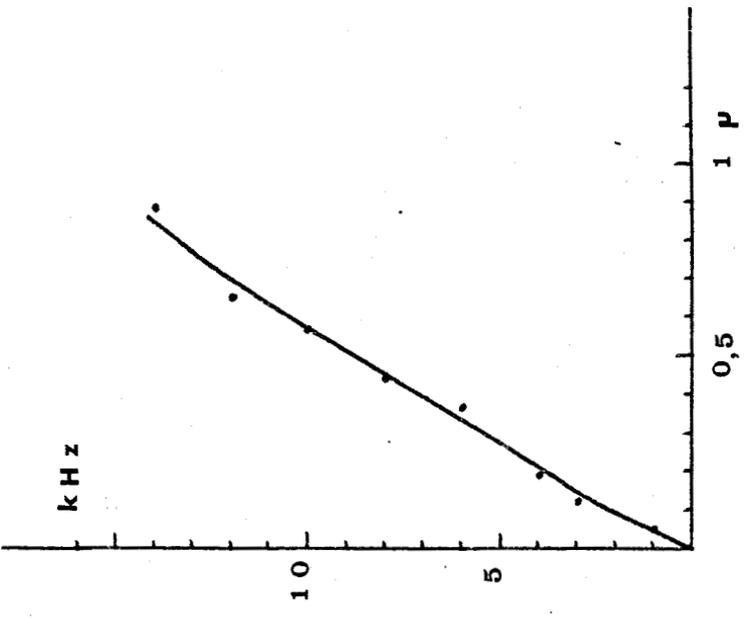
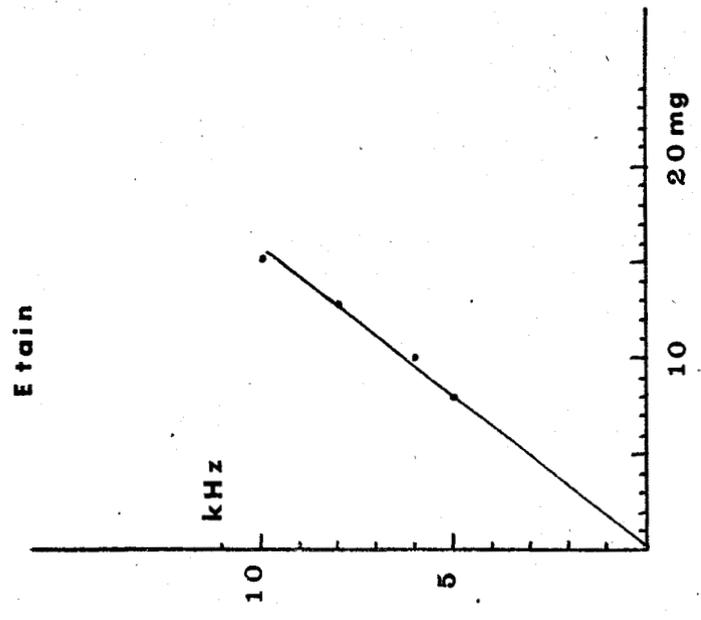
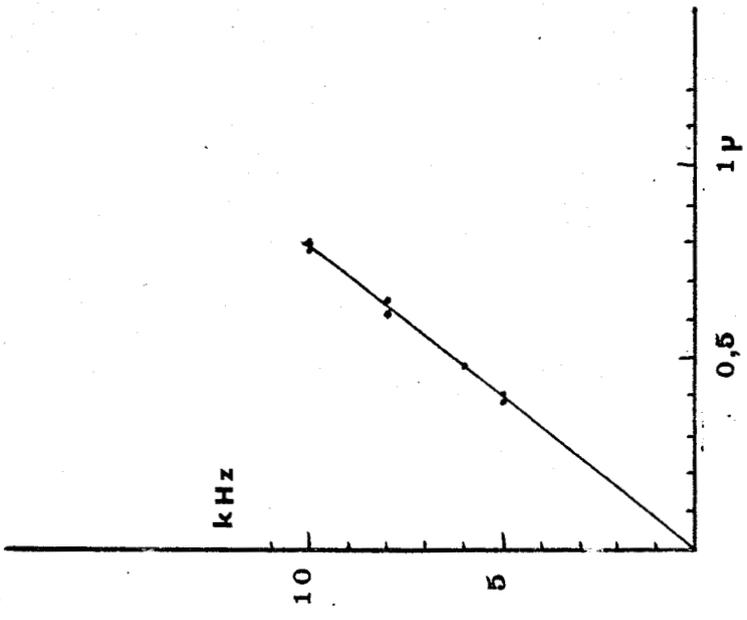
Les courbes sont sensiblement linéaires. Il a été observé que les points s'alignent d'autant mieux que le dégazage avant évaporation est prolongé. Un substrat mal dégazé possède un coefficient de collage variable avec le taux de gaz non désorbés.

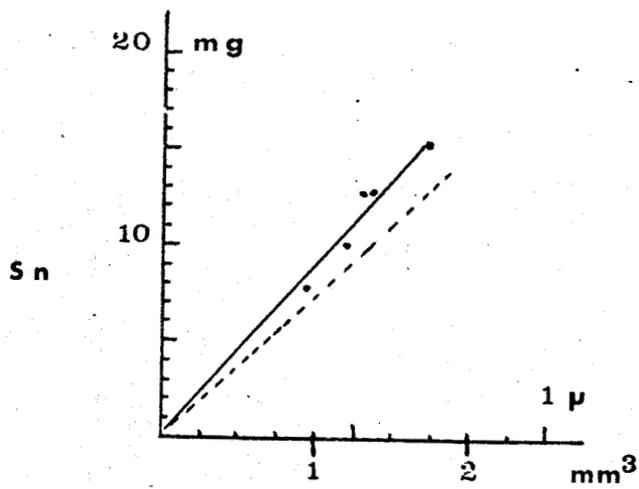
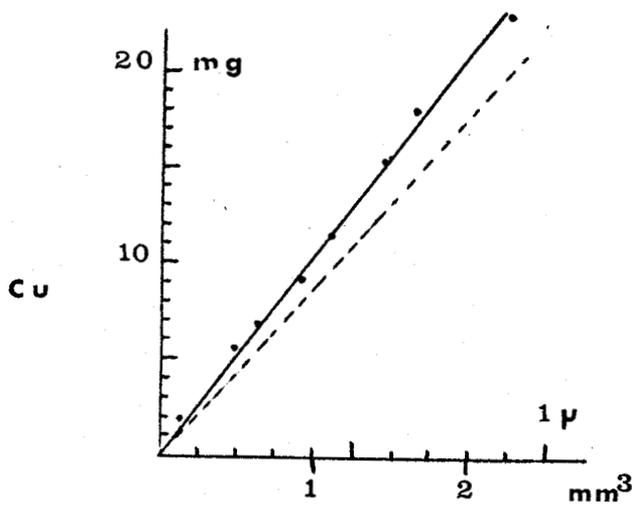
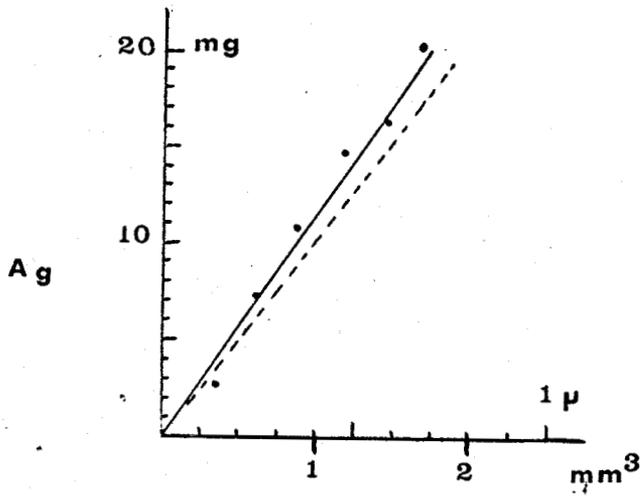
Une mesure d'épaisseur a pu être faite directement en plusieurs endroits d'une éprouvette de pesée, dans le cas de l'Or, matériau de densité élevée. L'éprouvette était assez près du creuset (10 cm environ). L'épaisseur minimale étant de $0,29\mu$ et maximale de $0,32\mu$, la masse de $14,6 \text{ mg}$, cela donne, compte tenu de la surface couverte :

$$\rho = \frac{14,6 \cdot 10^{-3}}{0,305 \cdot 10^{-4} \cdot 25} = 19,3 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

ce qui est le cas du composé massif.

Pour les couches de Sulfure de Cadmium, il n'a pas été possible d'établir de courbes de calibrage. (Rappelons que l'intérêt de ces courbes est de permettre un contrôle d'épaisseur en cours d'évaporation, c'est-à-dire de réaliser des couches d'épaisseur voulue). Or, le "QSG 101" est un Quartz de coupe AT destiné à fonctionner entre 10° et 20° C . A cette température, il se dépose un mélange grisâtre composé surtout de Cadmium





Cd_xS avec $x > 1$ tandis que sur les substrats maintenus à 200°C se dépose du Sulfure de Cadmium jaune. En ce cas, l'indication du contrôleur n'est pas fidèle.

Pour contrôler correctement l'épaisseur en cours d'évaporation, la plupart des auteurs (WINSLOW 66 - FOSTER 67), mesurent l'épaisseur de la couche elle-même d'après la variation d'intensité d'un faisceau de lumière laser réfléchi par les faces de la couches (cf. ci-avant interféromètre à deux ondes).

CONCLUSION

Dans le cas de métaux, nous avons calibré notre contrôleur gravimétrique d'épaisseur grâce à un mesureur optique d'épaisseur, et vérifié sa linéarité. Les résultats sont d'autant meilleurs, que les substrats sont préalablement dégazés.

Dans le cas de corps composés instables, seule la mesure optique d'épaisseur a été significative.

- DEUXIEME PARTIE -

FACTEURS INFLUENCANT LES MODES DE VIBRATION ET LE RENDEMENT
ELECTROMECHANIQUE DES COUCHES HYPERSONORES.

CHAPITRE IV

EXTENSION DE LA THEORIE POLYCRISTALLINE TEXTUREE A LA DETERMINATION
DES MODES DE VIBRATION DE COUCHES MINCES DE SULFURE DE CADMIUM ET
D'OXYDE DE ZINC.

INTRODUCTION

Les auteurs (BAHR 68 . DE KLERK 66. FOSTER 68 . GIBSON 66 . NAGAO 66 . REEDER 67 . REGGIA 68 . SLIKER 67) qui ont jusqu'ici interprété quantitativement les propriétés piézoélectriques des couches de CdS et ZnO l'ont fait dans le cadre d'une théorie monocristalline de la couche. Or, comme le signale SHALIMOVA 64, la structure de ces couches est polycristalline et non monocristalline. Elles possèdent une texture hexagonale 001 d'axe d'ordre infini (et parfois cubique 111). SEMELITOV 67 donne quelques indications sur la matrice piézoélectrique d'une telle texture lorsque l'axe est normal à la surface du film.

Le but de ce travail est de montrer quels modes de vibration d'épaisseur peut engendrer une couche polycristalline texturée formée d'une infinité de monocristaux 6 mm orientés au hasard autour de l'axe de texture (avec parfois variétés $\sqrt{3} \text{ m}$).

1°) Une première partie traite le cas de l'axe de texture normal à la surface de la couche. Il est montré que la couche texturée engendre :

- un mode longitudinal pur et unique si le champ est normal.
- un mélange de modes longitudinal pur et transversal pur, non couplés si le champ appliqué est incliné.
- mode transversal pur et unique si le champ est parallèle à la surface de la couche texturée.

2°) Une seconde partie traite le cas de l'axe de texture incliné. Il est montré que la couche texturée engendre en général un mélange de modes quasi-longitudinal et quasitransversal couplés, sauf pour des valeurs particulières de l'inclinaison pour lesquelles elle peut engendrer un seul de ces modes de façon pratiquement pure et unique.

3°) Une troisième partie traite le cas de la phase cubique.

Le fait que la théorie polycristalline aboutit aux mêmes résultats que la théorie monocristalline tient à la nature particulière des cas étudiés: les couches de CdS et ZnO sont en effet formées de cristaux de symétrie élevée (6mm).

Il en serait autrement pour des couches de LiNbO_3 par exemple, où les cristaux sont de symétrie inférieure (3 mm).

IV.1 - AXE DE TEXTURE NORMAL A LA COUCHE.

L'étude comporte deux étapes :

- la première consiste à calculer les coefficients élastiques, piézoélectriques et diélectriques de la texture polycristalline.

- La seconde utilise les résultats de ce calcul à la détermination des modes de vibration de la couche texturée.

IV.1 - 1. Calcul des constantes élastiques, piézoélectriques, diélectriques.

IV.1 - 1.1. Constantes élastiques.

La matrice des constantes élastiques d'un monocristal de structure Wurtzite 6 mm, rapportée à ses axes cristallographiques standards, est donnée par la figure IV.1 - 1.1 (IRE 1968).

Choisissons un système d'axes orthogonaux pour la texture: x'_3 parallèle à l'axe de texture, x'_1 et x'_2 dans le plan de la couche.

Une rotation d'angle γ autour de l'axe (001) permet d'exprimer la matrice du cristal individuel dans le nouveau système d'axes de la texture.

La transformation est ici celle d'un tenseur d'ordre 4.

Les composantes se transforment suivant la relation :

$$C'_{ghij} = a_{gk} a_{hl} a_{im} a_{jn} C_{klmn}$$

avec la convention de sommation des indices muets. Le passage de la forme tensorielle C_{klmn} à la forme matricielle condensée C_{pq} se fait selon la correspondance d'indices :

P ou Q	1	2	3	4	5	6
kl ou mn	11	22	33	23 et 32	13 et 31	12 et 21

Le tenseur étant symétrique $C_{pq} = C_{qp}$.

Pour le cas particulier choisi, et pour les coefficients non nuls, il vient d'une part :

élastiques

constantes
piézoélectriques

diélectriques

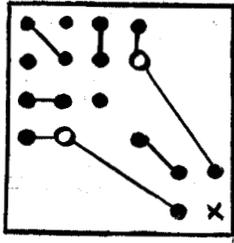


fig IV. 3.1.1

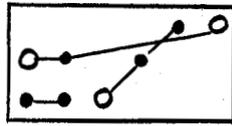


fig IV. 3.2.1

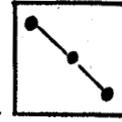


fig IV. 3.3.1

Monocrystal

$\bar{4}3m$

X_1 selon $1\bar{1}0$

X_2 » $11\bar{2}$

X_3 » 111

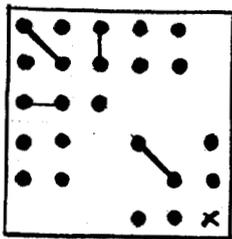


fig IV- 3.1.2

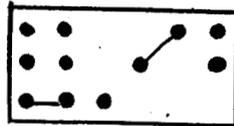


fig IV 3.2.2

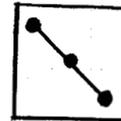


fig IV 3.3.2

texture

cubique (111)

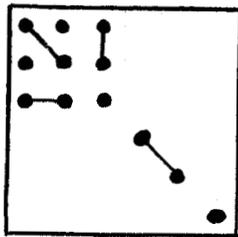


fig IV 3.4.1

et IV 1.1.1

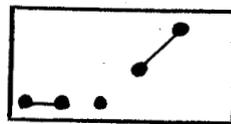


fig IV 3.4.2

et IV 1.1.2

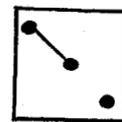


fig IV. 3.4.3

et IV 1.1.3

Monocrystal

$6mm$

et

texture

hexagonale

(001)

$$C_{11} = C_{1111} = C_{2222}$$

$$C_{12} = C_{1122} = C_{2211}$$

$$C_{13} = C_{1133} = C_{3311} = C_{2233} = C_{3322}$$

$$C_{33} = C_{3333}$$

$$C_{44} = C_{2323} = C_{3232} = C_{2332} = C_{3223} = \dots$$

$$\dots = C_{1313} = C_{3131} = C_{1331} = C_{3113}$$

$$C_{66} = \frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) = C_{1212} = C_{2121} = C_{1221} = C_{2112}$$

et d'autre part ; les a_{gk} , cosinus directeurs d'une rotation autour de x_3 sont ;

$$a_{11} = a_{22} = \cos \gamma \quad -a_{12} = a_{21} = \sin \gamma \quad a_{33} = 1$$

Les calculs sont longs mais ne présentent pas de difficultés. Détaillons l'un deux pour en voir le mécanisme de simplification.

$$C'_{66} = C'_{1212} = a_{11}^2 a_{21}^2 C_{1111} + a_{12}^2 a_{22}^2 C_{2222} + a_{11} a_{21} a_{12} a_{22} C_{1122} + \dots$$

$$\dots + a_{12} a_{22} a_{11} a_{21} C_{2211} + a_{11}^2 a_{22}^2 C_{1212} + a_{12}^2 a_{21}^2 C_{2121} + \dots$$

$$\dots + a_{11} a_{22} a_{12} a_{21} C_{1221} + a_{12} a_{21} a_{11} a_{22} C_{2112}$$

$$C'_{66} = (2 \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma + \frac{1}{2} \cos^4 \gamma + \frac{1}{2} \sin^4 \gamma - \sin^2 \gamma \cos^2 \gamma) C_{11} + \dots$$

$$\dots + (-2 \sin^2 \gamma \cos^2 \gamma - \frac{1}{2} \cos^4 \gamma - \frac{1}{2} \sin^4 \gamma + \sin^2 \gamma \cos^2 \gamma) C_{12}$$

$$C'_{66} = \frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) = C_{66}$$

Le calcul détaillé des autres coefficients est donné en annexe.

Tous calculs faits, on constate que la matrice reste identique à elle-même dans cette transformation. Les coefficients élastiques d'une texture hexagonale 6 mm d'axe (001) sont donc les mêmes que ceux d'un cristal individuel la constituant.

IV.1 - 1.2. Constantes piézoélectriques.

La matrice des constantes piézoélectriques d'un monocristal rapportée à ses axes cristallographiques standards est donnée par la figure IV.1 - 1.2.

Il s'agit ici d'un tenseur d'ordre 3 qui se transforme selon la relation :

$$e'_{ijk} = a_{il} a_{jm} a_{kn} e_{lmn}$$

La contraction d'indice affecte mm.

Les constantes non nulles sont :

$$e_{15} = e_{113} = e_{131} = e_{223} = e_{232}$$

$$e_{31} = e_{311} = e_{322}$$

$$e_{33} = e_{333}$$

Tous calculs faits, on obtient aussi une matrice de texture identique à celle d'un monocristal individuel constituant.

IV.1 - 1.3. Constantes diélectriques.

La matrice des constantes diélectriques d'un monocristal 6 mm rapportée à ses axes cristallographiques standards est donnée par la figure IV.1 - 1.3.

Il s'agit d'un tenseur de rang 2 qui se transforme selon la relation:

$$e'_{kl} = a_{km} a_{ln} e_{mn}$$

avec, sans contraction d'indice, les constantes $\epsilon_{11} = \epsilon_{22}$ et ϵ_{33} à considérer.

La matrice reste inchangée, comme pour les cas précédents.

IV.1 - 2. Détermination des modes de vibrations de la couche texturée

IV.1 - 2.1. Hypothèses générales

Cette étude concerne les modes de vibration en épaisseur de couches en forme de disques plans, le diamètre de la couche est supposé très grand par rapport à son épaisseur et par rapport à la longueur d'onde, c'est-à-dire que les ondes sont supposées planes, se propageant perpendiculairement à la surface.

Les équations utilisées sont celles de la théorie linéaire adiabatique. En faisant choix du champ électrique E et de la déformation S comme variables indépendantes, et en notation matricielle, l'effet inverse donne pour la traction T :

$$(1) \quad T = c S - e_t E$$

e_t : matrice transposée des coefficients piézoélectriques;
l'effet direct donne pour le déplacement électrique D :

$$(2) \quad D = e S + \epsilon E$$

La couche est supposée libre sur une face, liée à un substrat sur l'autre face. Le substrat sera étudié, dans un chapitre suivant, comme milieu propageur.

Dans le diélectrique, l'absence de charges libres entraîne :

$$(3) \quad \text{div } \vec{D} = 0$$

Avec le système d'axes de texture défini ci-avant, seul D_3 a un sens physique.

Par ailleurs, la couche ayant la symétrie de translation dans son plan.

$$(4) \quad \frac{\partial}{\partial x_1} = 0 = \frac{\partial}{\partial x_2}$$

(5) Il en résulte $\frac{\partial D_3}{\partial x_3} = 0$ d'une part, et d'autre part, les composantes non nulles des déformations S sont :

$$(6) \quad S_3 = \frac{\partial u_3}{\partial x_3}$$

$$S_4 = \frac{\partial u_2}{\partial x_3}$$

$$S_5 = \frac{\partial u_1}{\partial x_3}$$

Les équations du mouvement s'en déduisent, compte tenu de :

$$(7) \quad \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{d^2 u_i}{dt^2} \quad \text{avec } j = 3$$

IV.1 - 2.2. Cas du champ normal $\underline{E} = E_3$

La figure IV.1 - 2.2. rappelle la configuration de la matrice de texture. Les hachures y indiquent le couplage électromécanique: Il en résulte les équations :

$$(8) \quad T_3 = C_{33} S_3 - e_{33} E_3$$

$$(9) \quad D_3 = e_{33} S_3 + \epsilon_{33} E_3$$

$$(10) \quad \frac{\partial T_3}{\partial x_3} = \rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2}$$

en reportant (8) et (9) dans (10), et compte tenu de (6) et (7), il vient :

$$(11) \quad \frac{\partial T_3}{\partial x_3} = \left(C_{33} + \frac{e_{33}^2}{\epsilon_{33}} \right) \frac{d^2 u_3}{dx_3^2} = \overline{C}_{33} \frac{d^2 u_3}{dx_3^2} \quad \text{avec} \quad \overline{C}_{33} = C_{33} + \frac{e_{33}^2}{\epsilon_{33}}$$

d'où l'équation du mouvement

$$(12) \quad \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = \frac{1}{\rho} \overline{C}_{33} \frac{\partial^2 u_3}{dx_3^2} = v_L^2 \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} \quad \text{avec} \quad v_L^2 = \frac{\overline{C}_{33}}{\rho}$$

Il s'agit d'une onde plane longitudinale se propageant à la vitesse v_L suivant l'axe x_3

$$(13) \quad u_3 = A_3 \exp ik_L (x_3 - v_L t)$$

avec A_3 : amplitude du vecteur déplacement mécanique

k_L : vecteur d'onde de la propagation considérée.

IV.1 - 2.3. Cas du champ incliné $\vec{E} = \vec{E}_1 + \vec{E}_3$

Le choix arbitraire de x_1 correspond à la projection de E sur la surface de la couche texturée.

$E_1(t)$ a même valeur à un instant t dans un plan d'onde, donc les symétries de translation suivant x_1 et x_2 sont conservées.

La figure IV.1 - 2.3. indique le couplage électromécanique.


 Coefficients
 égaux

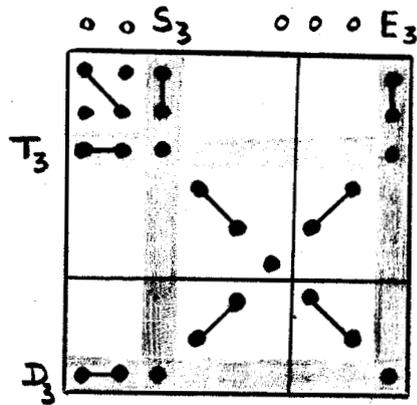


fig IV.1.2.2
 axe normal
 champ normal

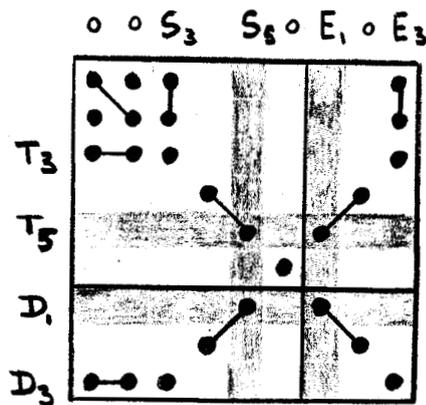


fig IV.1.2.3
 axe normal
 champ incliné

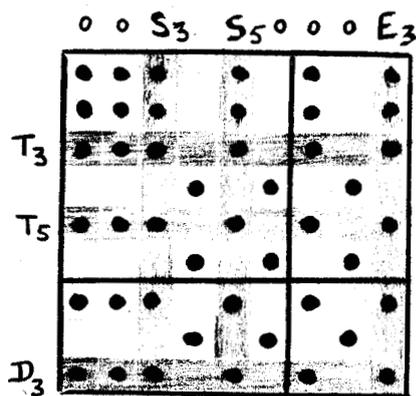


fig IV.2.1.2
 axe incliné
 champ normal

Les équations correspondantes sont :

$$(14) \quad T_5 = C_{35} S_5 - e_{15} E_1$$

$$D_1 = e_{15} S_5 + \epsilon_{11} E_1$$

avec :

$$\frac{\partial D_1}{\partial x_3} = 0$$

ainsi que :

$$(15) \quad T_3 = C_{33} S_3 - e_{33} E_3$$

$$D_3 = e_{33} S_3 + \epsilon_{33} E_3$$

Les équations du mouvement résultant sont :

$$(16) \quad \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = \frac{\overline{C_{35}}}{\rho} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} \quad \text{avec} \quad \overline{C_{35}} = C_{35} + \frac{e_{15}^2}{\epsilon_{11}}$$

$$(17) \quad \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = \frac{\overline{C_{33}}}{\rho} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2}$$

Le phénomène est à deux dimensions mais il est simple, car relatif à deux vibrations indépendantes. L'équation (17) a la même solution longitudinale que ci-avant.

A l'équation (18) correspond une onde transverse se propageant à la vitesse v_S dans la direction x_3

$$(18) \quad v_S^2 = \frac{\overline{C_{35}}}{\rho}$$

$$(19) \quad u_1 = A_1 \exp. \quad i k_s (x_3 - v_S t)$$

La direction des déplacements longitudinal U_L et transversal U_T est celle de U_3 et U_1 c'est-à-dire parallèle et perpendiculaire respectivement à la direction de propagation.

La couche engendre donc simultanément deux modes purs non couplés.

REMARQUE

Si $E_3 = 0$ $E = E_1$ seul subsiste le mode transversal.

IV.1 - 3. Conclusion sur l'axe de texture normal

Une couche de texture 6 mm d'axe (001) normal à sa surface engendre :

- un mode longitudinal pur et unique si $E = E_3$
- un mode transversal pur et unique si $E = E_1$
- un mode longitudinal pur et un mode transversal pur si E est quelconque, ces modes étant non couplés.

IV.2 - AXE DE TEXTURE INCLINE SUR LA COUCHE

IV.2 - 1. Calcul des constantes élastiques, piézoélectriques, diélectriques

Choisissons un système d'axes orthogonaux pour la texture :
 X''_3 perpendiculaire à la surface de la couche

X''_1 projection sur cette surface de l'axe de texture \vec{C}

Soit β l'angle de \vec{C} avec X''_3 (fig IV.2 -1.1.)

A la rotation γ autour de l'axe \vec{C} indiquée au paragraphe précédent, exprimant la texturation, il faut ajouter une rotation d'angle β autour de l'axe X''_2 précédent pour exprimer l'inclinaison. C'est-à-dire qu'il faut faire subir aux tenseurs des transformations identiques littéralement aux précédentes, mais en donnant aux cosinus a_{ij} les valeurs suivantes :

$$\begin{aligned} a_{11} &= a_{33} = \cos \beta \\ a_{13} &= -a_{31} = \sin \beta \\ a_{22} &= 1 \quad a_{2i} = 0 = a_{i2} \quad \text{si } i \neq 2. \end{aligned}$$

Le calcul détaillé des coefficients est donné en annexe.

Tous calculs faits, il vient :

$$\begin{aligned} (20) \quad C'_{11} &= \cos^4 \beta C_{11} + \cos^2 \beta \sin^2 \beta (2 C_{13} + 4 C_{44}) + C_{33} \sin^4 \beta \\ C'_{12} &= C_{12} \cos^2 \beta + C_{13} \sin^2 \beta \\ C'_{13} &= (C_{11} + C_{33} + 4 C_{44}) \cos^2 \beta \sin^2 \beta + C_{13} (\cos^4 \beta + \sin^4 \beta) \\ C'_{15} &= C_{11} \cos^3 \beta \sin \beta + C_{13} (\cos^3 \beta \sin \beta - \cos \beta \sin^3 \beta) + \dots \\ &\quad + C_{33} \cos \beta \sin^3 \beta + 2 C_{44} (\cos^3 \beta \sin \beta - \cos \beta \sin^3 \beta). \end{aligned}$$

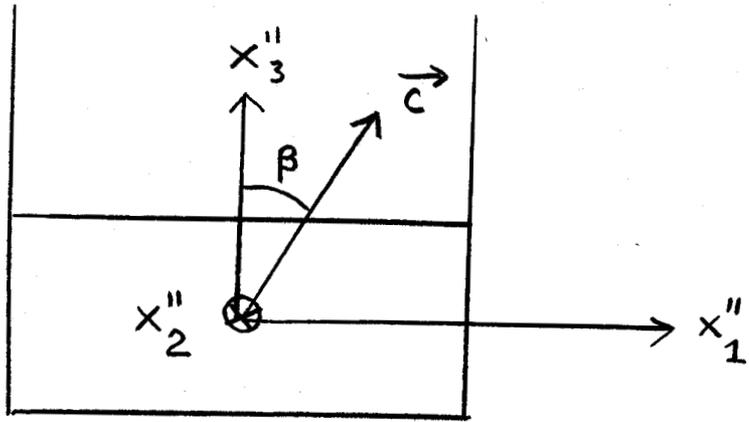


fig IV. 2. 1. 1

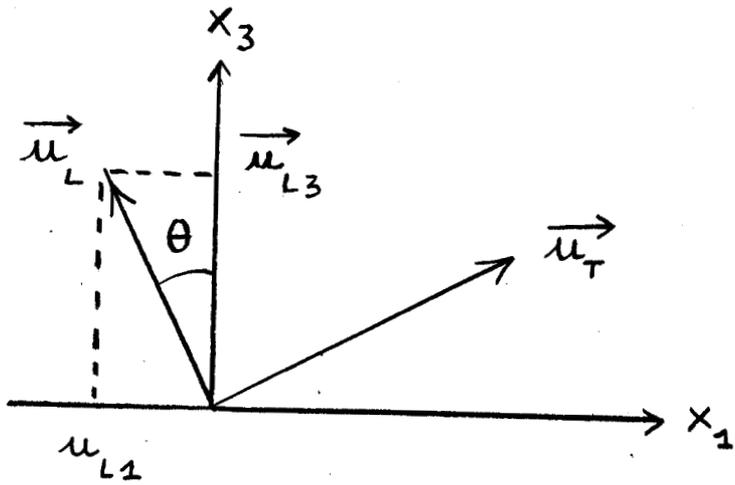


fig IV. 2. 2

$$\begin{aligned}
C'_{22} &= C_{22} \\
C'_{23} &= C_{12} \sin^2 \beta + C_{13} \cos^2 \beta \\
C'_{25} &= -C_{12} \cos \beta \sin \beta + C_{13} \cos \beta \sin \beta \\
C'_{33} &= C_{11} \sin^4 \beta + C_{33} \cos^4 \beta + (2C_{13} + 4C_{44}) \cos^2 \beta \sin^2 \beta \\
C'_{35} &= (-C_{13} + C_{33} + 2C_{44}) \cos^3 \beta \sin \beta + (-C_{11} + C_{13} + 2C_{44}) \cos \beta \sin^3 \beta \\
C'_{44} &= C_{44} \cos^2 \beta + \frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) \sin^2 \beta \\
C'_{46} &= C_{44} \cos \beta \sin \beta - \frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) \cos \beta \sin \beta \\
C'_{55} &= (C_{11} - 2C_{13} + C_{33}) \cos^2 \beta \sin^2 \beta + C_{44} (\cos^2 \beta - \sin^2 \beta)^2 \\
C'_{66} &= C_{44} \sin^2 \beta + \frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) \cos^2 \beta
\end{aligned}$$

Les autres coefficients sont trouvés nuls.

Pour les coefficients piézoélectriques, il vient :

$$\begin{aligned}
(21) \quad e'_{11} &= (e_{31} + 2e_{15}) \cos^2 \beta \sin \beta + e_{33} \sin^3 \beta \\
e'_{12} &= e_{31} \sin \beta \\
e'_{13} &= e_{31} \sin^3 \beta + (e_{33} - 2e_{15}) \cos^2 \beta \sin \beta \\
e'_{15} &= (e_{33} - e_{31} - e_{15}) \cos \beta \sin^2 \beta + e_{15} \cos^3 \beta \\
e'_{24} &= e_{15} \cos \beta \\
e'_{26} &= e_{15} \sin \beta \\
e'_{31} &= e_{31} \cos^3 \beta + (e_{33} - 2e_{15}) \cos \beta \sin^2 \beta \\
e'_{32} &= e_{31} \cos \beta \\
e'_{33} &= e_{33} \cos^3 \beta + (e_{31} + 2e_{15}) \cos \beta \sin^2 \beta \\
e'_{35} &= e_{15} \sin^3 \beta + (e_{33} - e_{31} - e_{15}) \cos^2 \beta \sin \beta
\end{aligned}$$

et pour les coefficients diélectriques

$$\begin{aligned}
(22) \quad \epsilon'_{11} &= \epsilon_{11} \cos^2 \beta + \epsilon_{33} \sin^2 \beta \\
\epsilon'_{13} &= (-\epsilon_{11} + \epsilon_{33}) \cos \beta \sin \beta & \epsilon'_{22} &= \epsilon_{11} \\
\epsilon'_{33} &= \epsilon_{11} \sin^2 \beta + \epsilon_{33} \cos^2 \beta
\end{aligned}$$

La matrice résultante à la symétrie (m) comme attendu. (fig IV.2 -1.2) car le plan contenant x''_3 et \vec{C} est un plan de symétrie.

IV.2 - 2 . Détermination des modes de vibration

Les symétries de translation suivant x_1 et x_2 sont conservées.

La figure IV.2 - 1.2. indique le couplage électromécanique.

Les équations correspondantes sont :

$$(23) \quad T_3 = C'_{33} S_3 + C'_{35} S_5 - e'_{33} E_3$$

$$(24) \quad T_5 = C'_{35} S_3 + C'_{55} S_5 - e'_{35} E_3$$

$$(25) \quad D_3 = e'_{33} S_3 + e'_{35} S_5 + \epsilon'_{33} E_3$$

ce qui donne, compte tenu de (6)

$$(26) \quad T_3 = \left(C'_{33} + \frac{e'^2_{33}}{\epsilon'_{33}} \right) \frac{\partial u_3}{\partial x_3} + \left(C'_{35} + \frac{e'_{33} e'_{35}}{\epsilon'_{33}} \right) \frac{\partial u_1}{\partial x_3} - \frac{e'_{33}}{\epsilon'_{33}} D_3$$

$$(27) \quad T_5 = \left(C'_{35} + \frac{e'_{33} \cdot e'_{35}}{\epsilon'_{33}} \right) \frac{\partial u_3}{\partial x_3} + \left(C'_{55} + \frac{e'^2_{35}}{\epsilon'_{33}} \right) \frac{\partial u_1}{\partial x_3} - \frac{e'_{35}}{\epsilon'_{33}} D_3$$

et, en ayant posé :

$$(28) \quad \overline{C}_{33} = C'_{33} + \frac{e'^2_{33}}{\epsilon'_{33}}$$

$$\overline{C}_{35} = C'_{35} + \frac{e'_{33} e'_{35}}{\epsilon'_{33}}$$

$$\overline{C}_{55} = C'_{55} + \frac{e'^2_{35}}{\epsilon'_{33}}$$

les équations du mouvement sont :

$$(29) \quad \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = \frac{\overline{C}_{33}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + \frac{\overline{C}_{35}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2}$$

$$(30) \quad \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = \frac{\overline{C}_{35}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + \frac{\overline{C}_{55}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2}$$

L'onde plane correspondante est :

$$(31) \quad u_i = A_i \exp ik (x_3 - vt)$$

qui, reportée dans (29) et (30) donne, en adoptant la forme matricielle ;

$$(32) \quad \begin{vmatrix} \overline{C}_{33} - v^2 \rho & \overline{C}_{35} \\ \overline{C}_{35} & \overline{C}_{55} - v^2 \rho \end{vmatrix} \begin{vmatrix} u_3 \\ u_1 \end{vmatrix} = 0$$

Cette matrice a deux valeurs propres v_L et v_T qui sont les racines de l'équation de compatibilité :

$$(33) \quad (\overline{C}_{33} - v^2 \rho) (\overline{C}_{55} - v^2 \rho) - \overline{C}_{35}^2 = 0$$

$$\text{soit : } v^4 - \frac{\overline{C}_{33} + \overline{C}_{55}}{\rho} v^2 - \frac{\overline{C}_{35}^2 - \overline{C}_{33} \cdot \overline{C}_{55}}{\rho^2} = 0$$

ce qui donne :

$$(34) \quad v^2 = \frac{\overline{C}_{33} + \overline{C}_{55}}{2 \rho} \pm \frac{1}{\rho} \left(\frac{(\overline{C}_{33} - \overline{C}_{55})^2}{4} \right)^{1/2} + \overline{C}_{35}^2$$

il leur correspond deux directions propres orthogonales qui sont celles des modes normaux du déplacement U_L et U_T . Soit θ l'angle de U_L et X_3 . (fig IV.2 - 2).

D'après les équations (32) :

$$\text{tg } \theta = \frac{U_{L1}}{U_{L3}} = \frac{v_L^2 \rho - \overline{C}_{33}}{\overline{C}_{35}} = \frac{\overline{C}_{35}}{v_L^2 \rho - \overline{C}_{55}}$$

en éliminant $v_L^2 \rho$

$$(35) \quad \begin{aligned} (\overline{C}_{35} - \overline{C}_{55}) \text{tg } \theta &= \overline{C}_{35} (1 - \text{tg}^2 \theta) \\ \text{tg } 2 \theta &= \frac{2 \overline{C}_{35}}{\overline{C}_{33} - \overline{C}_{55}} \end{aligned}$$

Le déplacement longitudinal U_L est de direction différente de X_3 , la direction de propagation. De même U_T n'est pas perpendiculaire à X_3 . Les deux modes engendrés ne sont pas purs (sauf si $\beta = 0^\circ$ ou 90° , cas examinés ci-avant).

Pour avoir des modes purs avec une inclinaison β quelconque, il faut $\theta = 0^\circ$ c'est-à-dire $\overline{C}_{35} = 0$

Rappelons que :

$$\overline{C}_{35} = C'_{35} + \frac{e'_{33} \cdot e'_{35}}{e'_{33}}$$

avec :

$$C'_{35} = (C_{13} - C_{33} + 2C_{44}) \cos^3 \beta \sin \beta + (C_{11} - 2C_{44} - C_{13}) \cos \beta \sin^3 \beta$$

$$e'_{33} = e_{33} \cos^3 \beta + (e_{31} + 2e_{15}) \cos \beta \sin^2 \beta$$

$$e'_{35} = e_{15} \sin^3 \beta + (e_{33} - e_{31} - e_{15}) \cos^2 \beta \sin \beta$$

ces coefficients s'annulent respectivement si

$$(36) \quad -\operatorname{tg}^2 \beta_P = \frac{-C_{33} + 2C_{44} + C_{11}}{-2C_{44} - C_{13} + C_{11}}$$

$$-\operatorname{tg}^2 \beta_\tau = \frac{e_{33}}{e_{33} + 2e_{15}} \quad -\operatorname{tg}^2 \beta_\lambda = \frac{e_{33} - e_{31} - e_{15}}{e_{15}}$$

ce qui donne, dans de CdS, en adoptant les valeurs numériques des constantes de BERLINCOURT 63 :

$$\begin{array}{ll} \operatorname{tg}^2 \beta_P < 0 & C'_{35} \text{ ne peut s'annuler} \\ \operatorname{tg}^2 \beta_\tau = 0,666 & \beta_\tau = 39^\circ 14' \\ \operatorname{tg}^2 \beta_\lambda = 4,25 & \beta_\lambda = 64^\circ 14' \end{array}$$

Constantes élastiques, diélectriques et piézoélectriques de CdS d'après BERLINCOURT 63.

$$\begin{array}{lll} C_{11}^E = 9,07 \cdot 10^{10} \text{ N.m}^{-2} & \epsilon_{33} = 9,53 \epsilon_0 & e_{15} = -0,21 \text{ C.m}^{-2} \\ C_{13}^E = 5,10 \cdot 10^{10} \text{ " } & & e_{31} = -0,24 \text{ " } \\ C_{33}^E = 9,38 \cdot 10^{10} \text{ " } & & e_{33} = +0,44 \text{ " } \\ C_{44}^E = 1,50 \cdot 10^{10} \text{ " } & & \end{array}$$

Etudions le cas où $e'_{33} = 0$

$$\operatorname{tg} \beta_{\tau} = - \frac{e_{33}}{e_{31} + 2e_{15}} = + 0,666$$

Calculons les coefficients entrant dans les équations du mouvement (28) à (30) dans ce cas. Les valeurs numériques suivantes sont appliquées aux équations ci-avant :

$\sin \beta = 0,6325$	$\cos \beta = 0,7746$
$\sin^2 \beta = 0,4000$	$\cos^2 \beta = 0,6000$
$\sin^3 \beta = 0,2530$	$\cos^2 \beta \sin^2 \beta = 0,2400$
$\sin^4 \beta = 0,1600$	$\cos^3 \beta = 0,4647$
$\cos \beta \sin^3 \beta = 0,1960$	$\cos^4 \beta = 0,3600$
$\cos \beta \sin^2 \beta = 0,3099$	$\cos^3 \beta \sin \beta = 0,2939$
	$\cos^2 \beta \sin \beta = 0,3795$

ce qui détermine :

$C'_{33} = 8,73 \cdot 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$	$e'_{33} = 9,33 \epsilon_0$	$e'_{33} = 0$ donc
$C'_{35} = -0,186 \cdot 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$		$e'_{35} = +0,284 \text{ C;m}^{-2}$
$C'_{55} = 2,04 \cdot 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$		

et, d'après (28) et (35) :

$$\begin{aligned} \overline{C}_{33} &= 8,73 \cdot 10^{10} \text{ Nm}^{-2} = C'_{33} \\ \overline{C}_{35} &= -0,186 \cdot 10^{10} \text{ Nm}^{-2} = C'_{35} \quad \operatorname{tg} 2\theta = -0,065 \quad \theta = 1^{\circ}52' \\ \overline{C}_{55} &= 3,0 \cdot 10^{10} \text{ Nm}^{-2} \end{aligned}$$

En première approximation, \overline{C}_{35} peut être négligé devant \overline{C}_{33} et \overline{C}_{55} .

En ce cas, les équations du mouvement (29) et (30) se réduisent à :

$$(36 \text{ A}) \quad \frac{\partial u_3}{\partial t^2} = \frac{\overline{C}_{33}}{\rho} \cdot \frac{\partial u_3}{\partial x_3^2} \quad \text{qui ne présente pas d'intérêt ici.}$$

$$\frac{\partial u_1}{\partial t^2} = \frac{\overline{C}_{55}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2}$$

seule, la seconde équation concerne la piézoélectricité et donne lieu à un mode transverse quasi-pur puisque θ est très faible.

Lorsque $\beta = 39^\circ 14'$ la couche engendre donc un mode quasi-transverse prédominant. De même, lorsque $\beta = 64^\circ 14'$ la couche engendre un mode quasi-longitudinal prédominant, mais ce cas ne présente pas d'intérêt, car le cas où $\beta = 0^\circ$ du mode longitudinal pur est facile à réaliser techniquement.

Au contraire, le cas où $\beta = 39^\circ 14'$ présente un intérêt certain. En effet, le cas de $\beta = 90^\circ$ qui donnerait lieu à un mode transverse pur n'est jusqu'ici pas réalisable techniquement par dépôts sous vide, tandis que l'inclinaison de 39° , quoique difficile à obtenir, est encore réalisable, et c'est la seule manière possible d'obtenir des vibrations transversales avec une couche de CdS déposée en sandwich entre deux électrodes.

IV.2 - 3. Conclusion sur l'axe de texture incliné

Une couche de texture 6 mm d'axe (001) de symétrie infinie, incliné sur la surface de la couche, engendre en général, un mélange de modes quasi-longitudinal et quasi-transversal couplés.

Mais pour la valeur particulière de l'inclinaison d'environ 39° , elle engendre de façon pratiquement pure et unique un mode transversal.

IV. 3 - COEXISTENCE DES PHASES HEXAGONALE ET CUBIQUE

La texture hexagonale (002) coexiste généralement avec un pourcentage de phase cubique de texture (111). Le comportement de cette dernière peut se déduire de la connaissance des constantes électriques.

IV.3 - 1. Calcul des constantes élastiques

La matrice du monocristal de référence rapporté au système d'axes tel que :

- X'_3 soit parallèle à l'axe de texture (111),
- X'_1 et X'_2 dans le plan de la couche aient pour direction $(11\bar{0})$ et $(11\bar{2})$, s'obtient rapidement en utilisant les tableaux de symétrie de WATERMAN 59 (Fig. IV.3 - 1.1.).

Donc ici, par superposition des tableaux S_{33} et S_{12} de cet auteur, vu que X'_3 et X'_1 sont respectivement de symétrie 3 et 2. Ensuite, la matrice de texture s'obtient par une rotation d'angle γ quelconque autour de l'axe X'_3 de texture.

Le détail des calculs est donné en annexe.

Les constantes élastiques de la texture cubique sont finalement :

- pour les coefficients non nuls ne dépendant pas de l'angle γ

$$\begin{aligned} c'_{11} &= c'_{22} = c_{11} & c'_{33} &= c_{33} \\ c'_{12} &= c_{12} & c'_{44} &= c'_{55} = c_{44} \\ c'_{13} &= c'_{23} = c_{13} & c'_{66} &= c_{66} = \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) \end{aligned}$$

- et pour ceux qui dépendent de γ

$$\begin{aligned} c'_{14} &= (\cos^3 \gamma - 3 \cos \gamma \sin^2 \gamma) c_{14} \\ c'_{15} &= -c'_{25} = (\sin^3 \gamma + 2 \cos \gamma \sin^2 \gamma - \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14} \\ c'_{24} &= (-\cos^3 \gamma + 2 \sin \gamma \cos^2 \gamma + \cos \gamma \sin^2 \gamma) c_{14} \\ c'_{46} &= (\cos^3 \gamma - \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14} \\ c'_{56} &= (\sin^3 \gamma - \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14} \end{aligned}$$

La matrice de texture (fig IV.3 - 1.2.) apparaît différente de celle d'un monocristal individuel.

IV.3 - 2 - Constantes piézoélectriques.

La matrice du monocristal de référence (SEMELITOV 67) est donnée par la fig IV.3 - 2.1.

Ensuite, la matrice de texture s'obtient comme précédemment par la rotation d'angle γ .

Le détail des calculs est donné en annexe.

Les constantes piézoélectriques de la texture cubique sont finalement :

- pour les coefficients non nuls ne dépendant pas de l'angle γ

$$\begin{aligned} e'_{15} &= e'_{24} = e_{15} \\ e'_{31} &= e'_{32} = e_{31} \\ e'_{33} &= e_{33} \end{aligned}$$

- et pour ceux qui dépendent de γ :

$$\begin{aligned} e'_{11} &= (\cos^2 \gamma \sin \gamma - \sin^3 \gamma) e_{22} = -e'_{26} \\ e'_{12} &= (\sin^3 \gamma + \cos^3 \gamma - 2 \cos^2 \gamma \sin \gamma) e_{22} \end{aligned}$$

$$e'_{16} = (\cos \gamma \sin^2 \gamma - \cos^3 \gamma) e_{22}$$

$$e'_{21} = (-\cos^3 \gamma + 3 \cos \gamma \sin^2 \gamma) e_{22} = -e'_{22}$$

La matrice de texture (fig IV.3 - 2.2.) apparaît différente de celle du monocristal.

IV.3 - 3. Constantes diélectriques

La méthode reste la même et donne : (cf annexe)

$$\epsilon'_{11} = (\cos^2 \gamma + \sin^2 \gamma) \epsilon_{11} = \epsilon'_{11} = \epsilon'_{22} = \epsilon'_{33}$$

Ici, la matrice de texture reste identique à celle du monocristal (fig IV.3 -3.)

IV.3 - 4. Conclusions sur la texture cubique (111)

Donc, sauf pour les constantes diélectriques, les autres constantes élastiques et piézoélectriques sont modifiées du fait que la couche est texturée. Les propriétés piézoélectriques d'une couche cubique de texture (111) sont, à priori, différentes de celles d'un monocristal de même coupe.

Deux remarques peuvent cependant être faites :

- les coefficients qui demeurent indépendants de l'angle γ lors de la rotation de texture, sont les coefficients d'une matrice hexagonale (fig. IV.1 - 1.)

- les autres coefficients sont des fonctions impaires de l'angle γ . Or, si l'axe de texture est parfaitement d'ordre infini, cet angle a une égale probabilité de prendre toutes les valeurs de 0° à 360° et la valeur moyenne résultante pour ces coefficients est nulle.

D'où une conclusion importante dans le cas qui nous intéresse : La phase cubique d'axe de texture d'ordre infini a en moyenne la même configuration matricielle que la phase hexagonale de texture (002) d'ordre infini. Elle engendre les mêmes modes de vibration.

A ce stade, il serait intéressant de pouvoir comparer les valeurs numériques des constantes piézoélectriques de chacune des deux phases pour prévoir laquelle est plus efficace. Mais, à notre connaissance, celles de la phase cubique (e_{14} ici) n'ont pas été mesurées. Tout au plus pouvons-nous comparer entre eux des composés du groupe II.VI. auquel appartient CdS: les constantes piézoélectriques des composés cubiques tels ZnS et Cd Te sont plus faibles que celles des composés hexagonaux, tels CdS, Cd Se (BERLINCOURT 63).

Remarque

Les matrices des figures IV.3 - 11 - IV.3 - 2.1. - IV.3 - 3.1. sont aussi celles d'un monocristal de structure 3mm (IRE standards 57). Les calculs faits sont valables pour une couche de texture trigonale (001). Ils s'appliquent par exemple aux couches de Niobiate de Lithium de Foster 69, lesquelles, d'après les données de l'auteur, possèdent cette orientation. Dans ce cas, les matrices d'une couche texturée sont différentes des matrices d'une couche monocristalline et il y a lieu d'en tenir compte dans l'interprétation des propriétés.

CHAPITRE V

CIRCUITS EQUIVALENTS D'UNE COUCHE TEXTUREE

V.1 - 1. Coefficient de couplage electromécanique

Une application importante de l'étude précédente est la détermination du circuit électrique équivalent d'une couche texturée. De ce circuit, en effet, seront déduites les relations qui permettent, à partir de mesures d'impédances, de connaître les coefficients susceptibles de caractériser une couche piézoélectrique. Dans ce but les auteurs retiennent généralement le coefficient k_t de couplage électromécanique du mode de vibration en épaisseur ($t = \text{thickness}$) tel qu'il est défini dans les IRE standards (1958 § 4.)

$$k_t^2 = \frac{U_{em}^2}{U_e \cdot U_m}$$

U_e : énergie électrique

U_m : énergie mécanique

U_{em} : énergie électromécanique

Calculons-le, dans le cas d'une couche texturée dont l'axe C est normal à la surface, excitée par un champ E_3 également normal.

L'énergie totale est ici :

$$U = \frac{1}{2} S_3 T_3 + \frac{1}{2} D_3 E_3$$

avec, d'après IV (8), (9) et (11) :

$$S_3 = \frac{1}{C_{33}} T_3 + \frac{e_{33}}{C_{33}} E_3$$

$$D_3 = \frac{e_{33}}{C_{33}} T_3 + \left(\frac{e_{33}^2}{C_{33}} + \epsilon_3 \right) E_3 = \frac{e_{33}}{C_{33}} T_3 + \frac{\epsilon_{33}}{C_{33}} E_3$$

Il résulte :

$$U = \frac{1}{2} \frac{1}{C_{33}} T_3^2 + \frac{e_{33}}{C_{33}} E_3 T_3 + \frac{1}{2} \frac{\epsilon_{33}}{C_{33}} E_3^2 = U_m + 2 U_{em} + U_e$$

ce qui donne :

$$(45) \quad k_t^2 = \frac{e_{33}^2}{\epsilon_{33} \cdot \overline{C_{33}}}$$

V.1 - 2. Transformateur électromécanique idéal

Il permet de passer des variables mécaniques :

F_i : force exercée sur la face i de la couche

U_i : vitesse de déplacement de cette face,

aux variables électriques équivalentes de tension V_i et d'intensité I_i ,
(lesquelles ne correspondent pas à des valeurs concrètes mesurables, mais sont fictives) (fig V.1 - 2)

$$(46) \quad V_i = \frac{F_i}{\phi} \quad I_i = \phi U_i \quad \text{d'où } Z_i = \frac{1}{\phi} z_i$$

Le rapport de transformation électromécanique est défini arbitrairement à un coefficient numérique près. Le choix est généralement fait de façon que :

$$\phi = \left(\frac{F}{V}\right) S_3 = 0 \quad \begin{array}{l} \text{"clamped transducer"} \\ \text{(transducteur à faces immobilisées)} \end{array}$$

compte tenu de :

$$(47) \quad \begin{aligned} T_3 &= - e_{33} E_3 \\ F &= - \sigma T_3 \\ V &= E_3 \cdot 2h \end{aligned}$$

on obtient :

$$\phi = e_{33} \frac{\sigma}{2 h}$$

avec σ surface du film

2 h épaisseur du film

et les conventions de signes pour F et V adoptées sur la fig V.1 - 3.1.

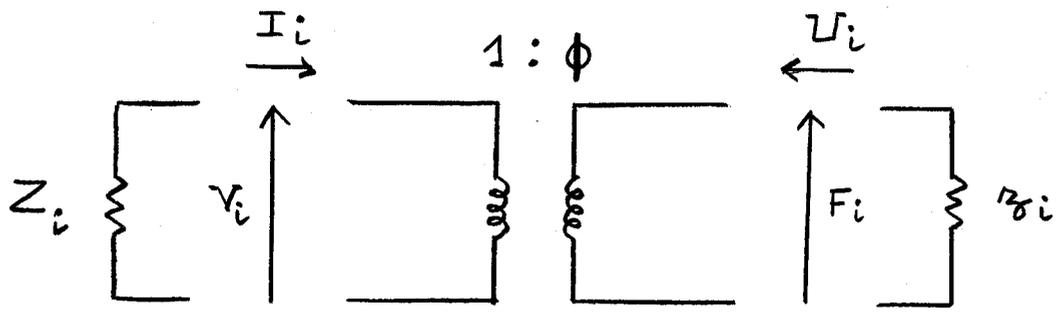


fig V. 1. 2



transformateur électromécanique

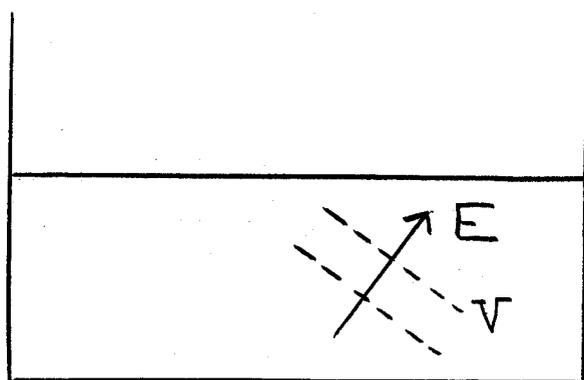


fig V. 2

Il est parfois utile d'exprimer ϕ en fonction de k_t et des symboles suivants :

$$(48) \quad \begin{aligned} C_o &= \epsilon_{33} \frac{\sigma}{2h} && \text{capacité statique du film} \\ z_o &= \sigma \rho v_L && \text{impédance acoustique du film} \\ \omega_o &= \pi \frac{v_L}{2h} && \text{pulsation de résonance du film} \end{aligned}$$

v_L est la vitesse longitudinale déterminée ci-avant

$$v_L^2 = \frac{C_{33}}{\rho}$$

on pose souvent $X_o = 1 / \omega_o C_o$

Il vient alors :

$$(49) \quad \begin{aligned} \phi &= \frac{e_{33}}{\epsilon_{33}} C_o \\ \phi &= k_t^2 C_o z_o \quad \frac{\omega_o}{\pi} = \frac{k_t^2}{\pi} \quad \frac{z_o}{X_o} \end{aligned}$$

V.1 - 3. Détermination des éléments du circuit

La figure V.1 - 3.1. résume les conventions de signe adoptées, ainsi que les symboles.

L'indice 1 est relatif à la face libre, pour laquelle : $F_1 = 0$

L'indice 2 est relatif à la face liée au substrat pour laquelle :

$$(50) \quad \frac{F_2}{U_2} = z'_2 \quad \text{impédance mécanique du substrat .}$$

C'est la charge acoustique que supporte le film.

Avec le système d'axes adopté :

$$(51) \quad U_1 = + \left(\frac{du_3}{dt} \right)_{-h} \quad F_1 = - \sigma (T_3)_{-h}$$

$$U_2 = - \left(\frac{du_3}{dt} \right)_{+h} \quad F_2 = - \sigma (T_3)_{+h}$$

$$V_3 = + \int_{-h}^{+h} E_3 dx_3$$

V est la circulation de E_3 le long de l'épaisseur. Dans le cas où la couche est en sandwich entre deux électrodes métalliques, V prend un sens physique concret.

Ces électrodes sont supposées assez fines pour être négligeables en première approximation. C'est généralement le cas. Le circuit équivalent est défini par la figure V.1 - 3.2.

Les équations permettant d'en déterminer les éléments sont :

$$(52) \quad \begin{aligned} V_1 &= (Z_A + Z_B + Z_C) I_1 + (Z_A + Z_B) I_2 + Z_A I_3 \\ V_2 &= (Z_A + Z_B) I_1 + (Z_A + Z_B + Z_D) I_2 + Z_A I_3 \\ V_3 &= Z_A I_1 + Z_A I_2 + Z_A I_3 \end{aligned}$$

Si U_3 est exprimé sous la forme :

$$U_3 = \left(M \sin \frac{\omega x_3}{v_L} + N \cos \frac{\omega x_3}{v_L} \right) e^{i\omega t}$$

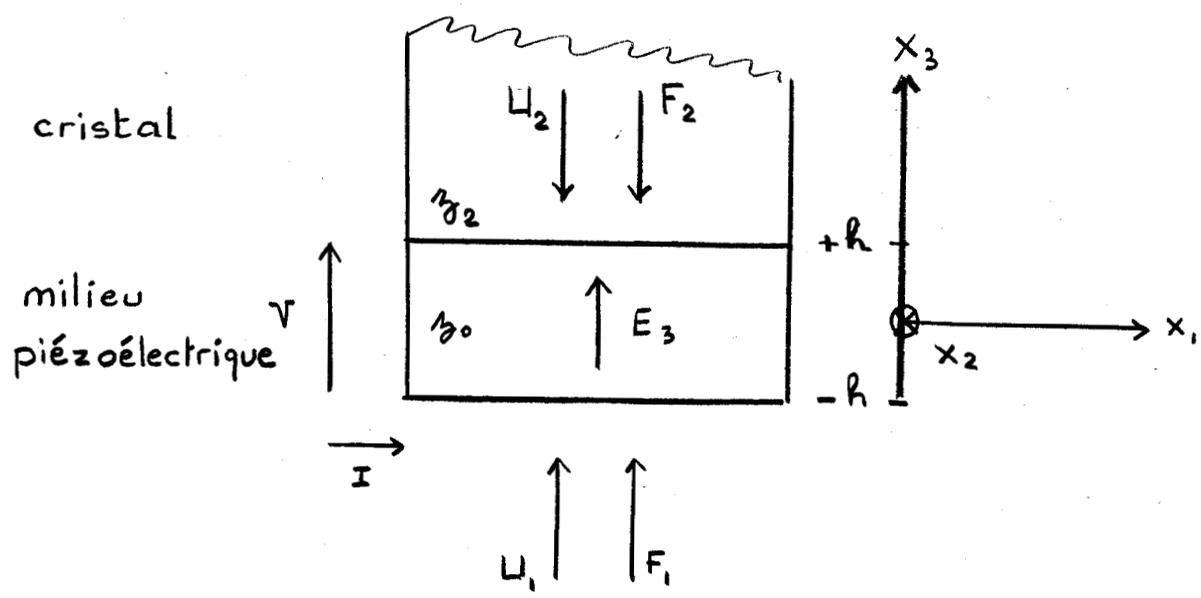
Les conditions aux limites permettant de déterminer M et N sont :

$$(53) \quad U_1 = \left(\frac{du_3}{dt} \right)_{-h} = i\omega \left(-M \sin \frac{\omega h}{v_L} + N \cos \frac{\omega h}{v_L} \right) e^{i\omega t}$$

$$-U_2 = + \left(\frac{du_3}{dt} \right)_{+h} = i\omega \left(M \sin \frac{\omega h}{v_L} + N \cos \frac{\omega h}{v_L} \right) e^{i\omega t}$$

ce qui donne, en posant $\frac{\omega h}{v_L} = \alpha = \frac{\pi}{2} \frac{\omega}{\omega_0}$ d'après (48)

$$\alpha = \frac{\pi}{2} \frac{f}{f_0}$$



BUS
LILLE

fig v. 1.3. 1

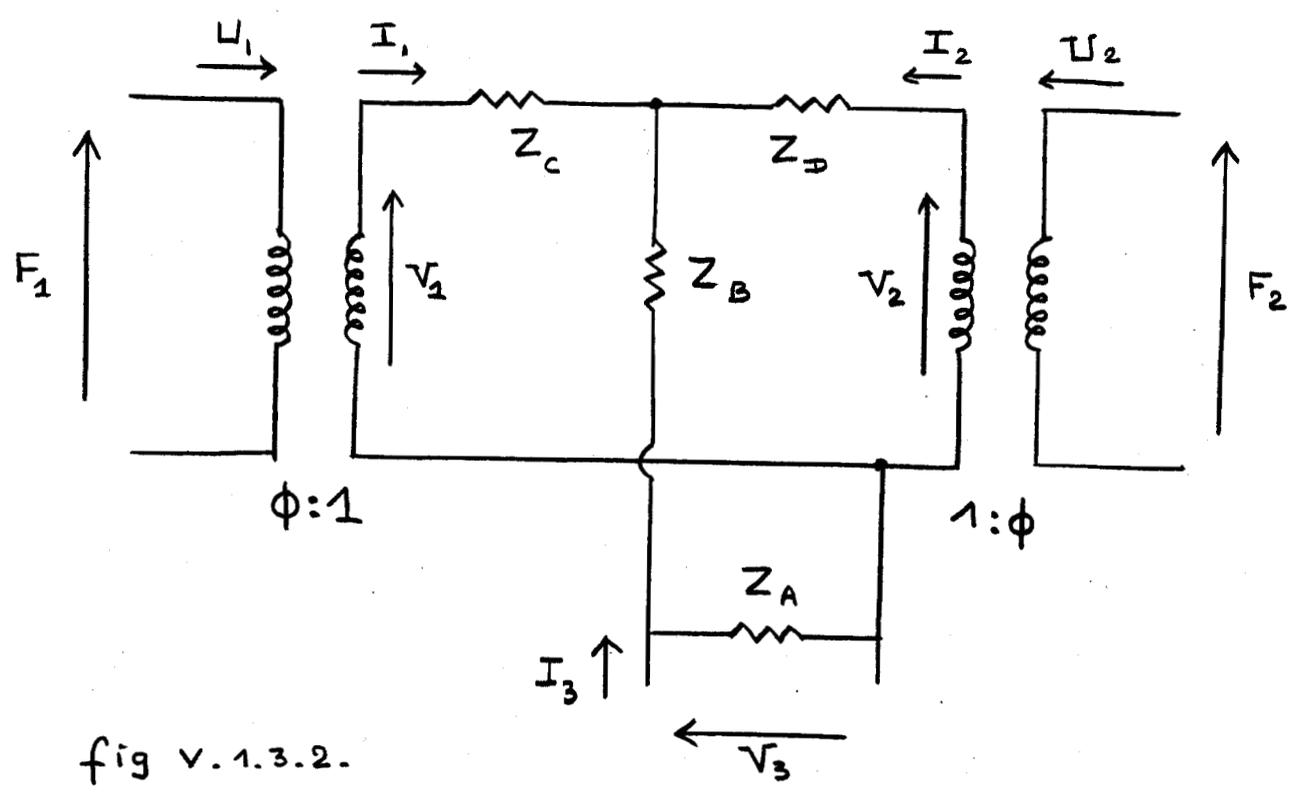


fig v. 1.3. 2.

$$(54) \quad N = \frac{U_1 - U_2}{2i\omega \cos \alpha} e^{-i\omega t} \quad M = - \frac{U_1 + U_2}{2i\omega \sin \alpha} e^{-i\omega t}$$

$$U_3 = - \frac{U_1 + U_2}{2i\omega \sin \alpha} \sin \frac{\omega x}{v_L} - \frac{U_1 - U_2}{2i\omega \cos \alpha} \cos \frac{\omega x}{v_L}$$

or IV (8) et (9) donnent :

$$T_3 = \overline{C_{33}} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} - \frac{e_{33}}{\epsilon_{33}} D_3$$

$$\frac{\partial u_3}{\partial x_3} = \left| - \frac{U_1 + U_2}{2i\omega \sin \alpha} \cos \frac{\omega x_3}{v} + \frac{U_1 - U_2}{2i\omega \cos \alpha} (-\sin \frac{\omega x}{v}) \right| \frac{\omega}{v}$$

$$\left(\frac{\partial u_3}{\partial x_3} \right)_{-h} = - \frac{U_1 + U_2}{2iv} \cot \alpha + \frac{U_1 - U_2}{2iv} \operatorname{tg} \alpha$$

$$\left(\frac{\partial u_3}{\partial x_3} \right)_{+h} = - \frac{U_1 + U_2}{2iv} \cot \alpha - \frac{U_1 - U_2}{2iv} \operatorname{tg} \alpha$$

$$F_1 = - \sigma (T_3)_{-h} = \frac{\overline{C_{33}}}{v} \cdot \frac{\sigma}{2i} (-\operatorname{tg} \alpha + \operatorname{cota}) U_1 + (\operatorname{tg} \alpha + \operatorname{cota}) U_2 + \dots + \frac{e_{33} \sigma D_3}{\epsilon_{33}}$$

$$F_2 = - \sigma (T_3)_{+h} = \frac{\overline{C_{33}}}{v} \cdot \frac{\sigma}{2i} (\operatorname{tg} \alpha + \operatorname{cota}) U_1 + (-\operatorname{tg} \alpha + \operatorname{cota}) U_2 + \dots + \frac{e_{33} \sigma D_3}{\epsilon_{33}}$$

$$\text{or, } I_3 = \frac{\partial Q}{\partial t} = i\omega Q = i\omega D_3 \sigma$$

Compte tenu des expressions de z_0 et X_0 , il vient :

$$(55) V_1 = \frac{F_1}{\phi} = \frac{z_0}{2i\phi} (-\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cot}\alpha) I_1 + \frac{z_0}{2i\phi} (\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cot}\alpha) I_2 -$$

$$\dots - i X I_3$$

$$V_2 = \frac{F_2}{\phi} = \frac{z_0}{2i\phi} (\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cot}\alpha) I_1 + \frac{z_0}{2i\phi} (-\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cot}\alpha) I_2 - i X I_3$$

$$V_3 = + \int_{-h}^{+h} E_3 dx_3 = - \frac{e_{33}}{\epsilon_{33}} \int_{-h}^{+h} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} dx_3 + \frac{D_3}{\epsilon_{33}} \int_{-h}^{+h} dx_3$$

$$\frac{D_3}{\epsilon_{33}} (x_3) \Big|_{-h}^{+h} = D_3 \frac{\sigma}{\sigma} \frac{2h}{\epsilon_{33}} = - i X i_3$$

$$(U_3) \int_{-h}^{+h} = 2 M \sin\alpha e^{i\omega t} = - \frac{U_1 + U_2}{i\omega}$$

$$V_3 = V = \frac{e_{33}}{\epsilon_{33}} \frac{U_1 + U_2}{i} - i X I_3 = \frac{\phi}{C_0 \omega} \cdot \frac{U_1 + U_2}{i} - i X I_3$$

$$(56) V = - i X I_1 - i X I_2 - i X I_3$$

La comparaison entre (52), (55) et (56) donne

$$(57) Z_A = - i X = - i \frac{1}{C_0 \omega}$$

$$Z_A + Z_B = \frac{z_0}{2i\phi} (\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cot}\alpha) = \frac{z_0}{2i\phi} \cdot \frac{2}{\sin 2\alpha}$$

$$Z_B = \frac{z_0}{i\phi} \cdot \frac{1}{\sin 2\alpha}$$

$$Z_A + Z_B + Z_C = \frac{z_0}{2i\phi} (-\operatorname{tg}\alpha + \operatorname{cota}) = Z_A + Z_B + Z_D$$

$$Z_C = -\frac{z_0}{i\phi} \operatorname{tg}\alpha = Z_D$$

d'où le circuit équivalent de la figure V.1 - 3.3.

Le circuit équivalent est semblable à celui établi par BERLINCOURT et s. dans MASON 64 (p. 237) pour un cristal vibrant en épaisseur. Beaucoup d'auteurs (BAHR 68, FOSTER 68, SITTIG 69) l'utilisent directement pour des couches de CdS ou ZnO, sans justification. C'est pourquoi sa validité pour ces couches polycristallines texturées a été ici établie.

Le circuit équivalent peut être présenté sous la forme plus simple d'un quadrapole en π , dont la matrice impédance est (ANGOT 65 § 4).

$$(58) \quad |Z| = \frac{1}{Z_1 + Z_2 + Z_3} \begin{vmatrix} Z_1 (Z_2 + Z_3) & -Z_1 Z_3 \\ Z_1 Z_3 & -Z_3 (Z_1 + Z_2) \end{vmatrix}$$

En effet, dans les équations (55), posons :

$$(59) \quad Z_1 = -j X_0 = -j \frac{1}{C_0 \omega}$$

$$Z'_2 = \frac{z_0}{2j\phi} \operatorname{cot} \alpha \quad Z_2 = -Z_1 + Z'_2 = +j X_0 + \frac{z_0}{2j\phi} \operatorname{cot} \alpha$$

$$Z_3 = -\frac{z_0}{2j\phi} \operatorname{tg} \alpha$$

il vient :

$$(60) \quad V_1 = (Z_3 + Z'_2) I_1 + (-Z_3 + Z'_2) I_2 + Z_1 I_3$$

soit compte tenu de $V_1 = 0$

$$I_1 = +\frac{-Z_3 + Z'_2}{Z_3 + Z'_2} (-I_2) - \frac{Z_1}{Z_3 + Z'_2} I_3$$

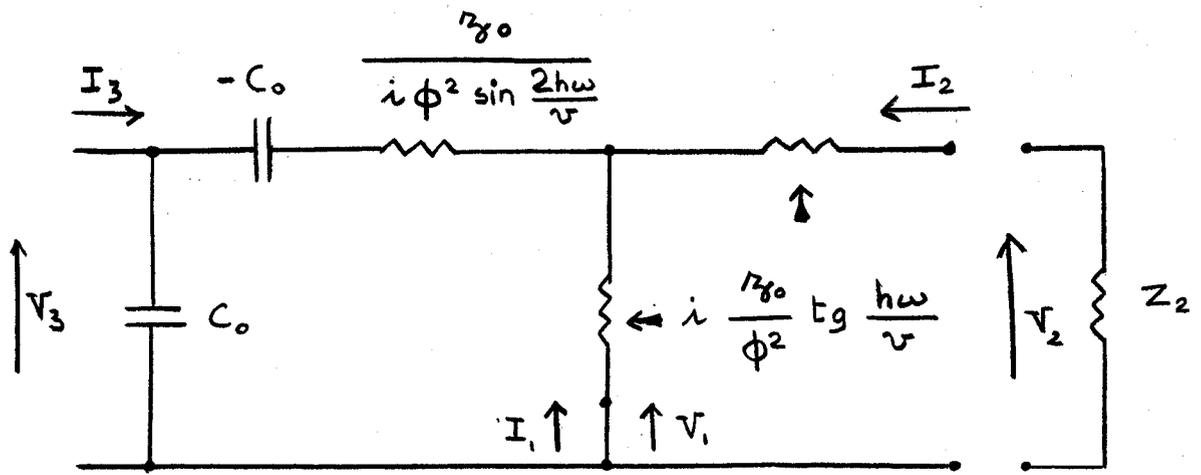


fig v.1.3.3 circuit en T

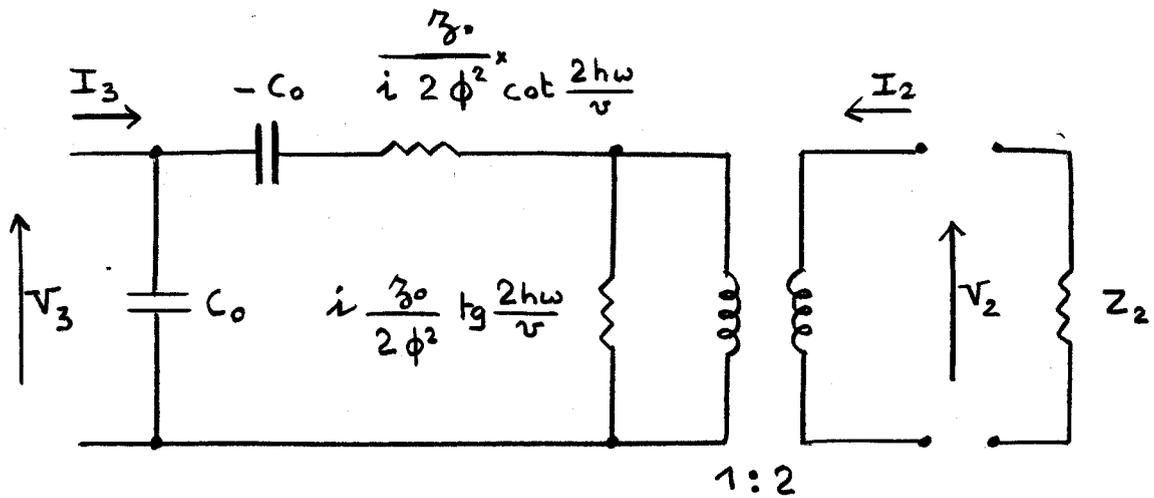


fig v.1.3.4 circuit en π

$$V_2 = (-Z_3 + Z'_2) I_1 + (Z_3 + Z'_2) I_2 + Z_1 I_3$$

$$V_3 + Z_1 (I_1 + I_2 + I_3)$$

et en remplaçant I_1 par sa valeur, ainsi que Z'_2

$$V_3 = \frac{Z_1 (Z_2 + Z_3)}{Z_1 + Z_2 + Z_3} I_3 - \frac{Z_1 Z_3}{Z_1 + Z_2 + Z_3} (-2I_2)$$

$$\frac{V_2}{2} = \frac{Z_1 Z_3}{Z_1 + Z_2 + Z_3} I_3 - \frac{Z_3 (Z_1 + Z_2)}{Z_1 + Z_2 + Z_3} (-2I_2)$$

Le circuit équivalent est donné par la figure V.1 - 3.4.

avec :

$$\frac{V_2}{I_2} = Z_2 = \frac{z_2}{\phi} \quad \text{d'après (46)}$$

z_2 = impédance acoustique du substrat

$$z_2 = \sigma \rho' v'$$

La matrice impédance a la forme :

$$|Z| = \begin{vmatrix} Z_{11} & Z_{12} \\ Z_{21} & Z_{22} \end{vmatrix}$$

avec :

$$(61) \quad Z_{11} = \frac{Z_1 (Z_2 + Z_3)}{Z_1 + Z_2 + Z_3} = \frac{1}{j \frac{z_0}{2\phi^2} (\operatorname{tg}\alpha - \operatorname{cota})} \cdot X \left| X + \frac{z_0}{2\phi^2} (\operatorname{tg}\alpha - \operatorname{cota}) \right|$$

$$Z_{12} = \frac{-Z_1 Z_3}{Z_1 + Z_2 + Z_3} = \frac{1}{j \frac{z_0}{2\phi^2} (\operatorname{tg}\alpha - \operatorname{cota})} (-X \frac{z_0}{2\phi^2} \operatorname{tg}\alpha) = -Z_{21}$$

$$Z_{22} = \frac{-Z_3 (Z_1 + Z_2)}{Z_1 + Z_2 + Z_3} = \frac{1}{j \frac{z_0}{2\phi^2} (\operatorname{tg}\alpha - \operatorname{cota})} (-\frac{z_0^2}{4\phi^4} \operatorname{tg}\alpha \operatorname{cota})$$

L'impédance d'utilisation est :

$$(62) \quad Z_u = \frac{Z_2}{4} = \frac{Z_2}{4\phi^2}$$

d'où l'impédance d'entrée (ROUAULT 63 § 5.4) de ce circuit fermé sur son impédance d'utilisation :

$$(63) \quad Z_e = Z_{11} + \frac{Z_{12} \cdot Z_{21}}{Z_u - Z_{22}}$$

Le circuit équivalent en π est donc ici établi directement pour la couche texturée. On remarquera que le passage de l'impédance acoustique de charge z_2 à l'impédance d'utilisation Z_u de ce quadrupole en π se fait à travers le facteur $\frac{1}{4}$.

D'autre part, cette forme de circuit équivalent ne peut être établie que si $V_1 = 0$ (absence de force F_1 sur la face libre).

Ces calculs ont été faits pour l'approximation des électrodes d'épaisseur négligeable, ce qui est généralement le cas.

Lorsqu'il faut tenir compte des électrodes, les modifications suivantes sont à introduire.

V.1 - 4. Circuit équivalent des électrodes

L'origine des axes est choisi au milieu de l'électrode d'épaisseur $2g$, les conditions aux limites s'écrivent avec les conventions de signe adoptées : (fig V.1 - 4.1.)

$$\begin{aligned} + U'_2 &= + \left(\frac{\partial u_3}{\partial t} \right)_{-g} & + F'_2 &= - \sigma (T_3)_{-g} \\ + U''_2 &= - \left(\frac{\partial u_3}{\partial t} \right)_{+g} & + F''_2 &= - \sigma (T_3)_{+g} \end{aligned}$$

et comme au § précédent,

$$U_3 = \left(M \sin \frac{\omega x_3}{v_L} + N \cos \frac{\omega x_3}{v_L} \right) e^{i\omega t}$$

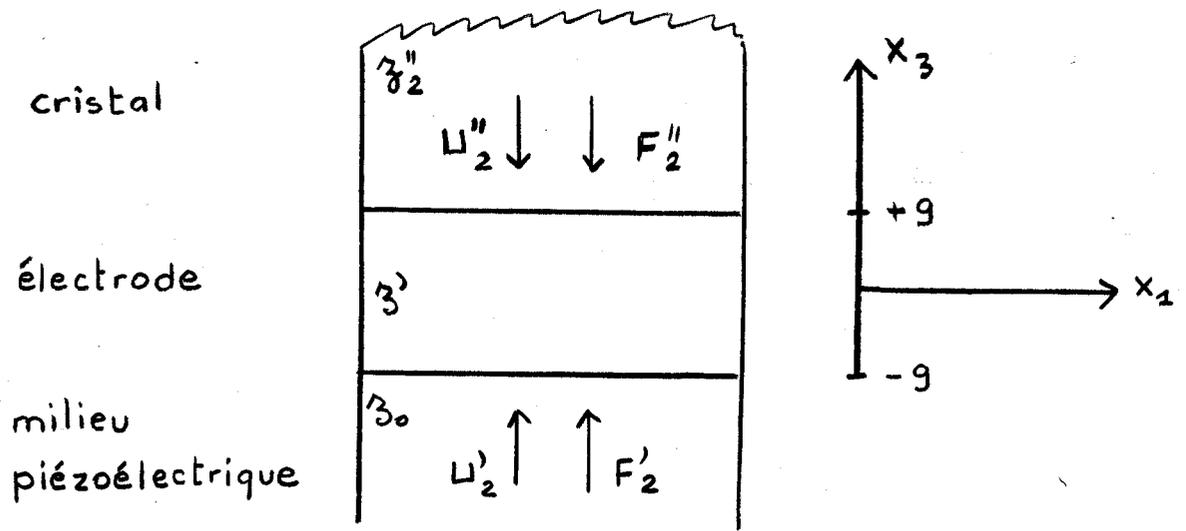


fig v.1.4.1

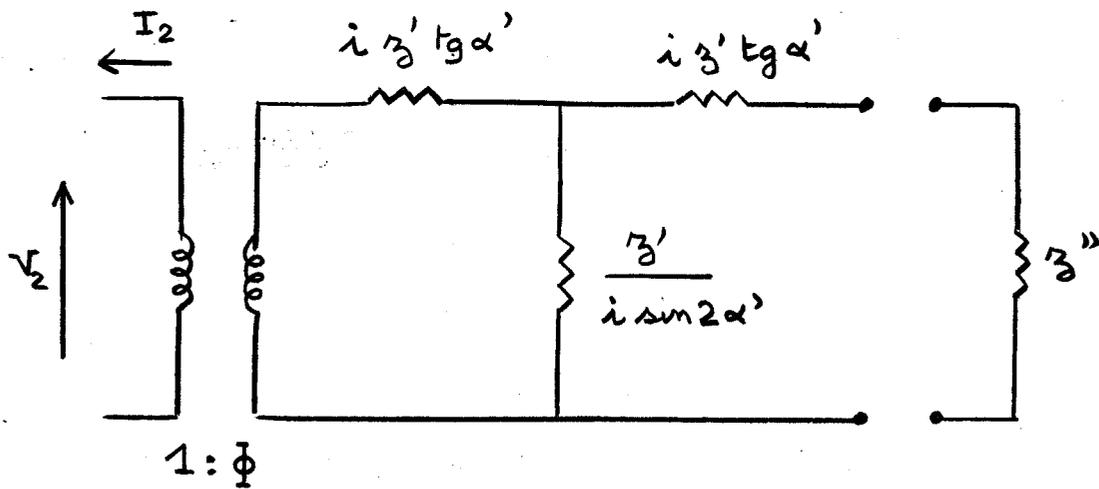


fig v.1.4.2.

avec ici, de façon analogue à (54)

$$M = - \frac{U'_2 + U''_2}{2i\omega \sin\alpha} e^{-i\omega t} \quad N = \frac{U'_2 - U''_2}{2i\omega \cos\alpha} e^{-i\omega t}$$

tandis que pour ce milieu non piézoélectrique :

$$T_3 = C_{33} \frac{\partial u_3}{\partial x_3}$$

cela donne, de façon analogue à (55)

$$F'_2 = \frac{z'}{2i} (-\operatorname{tg}\alpha' + \operatorname{cot}\alpha') U'_2 + \frac{z'}{2i} (\operatorname{tg}\alpha' + \operatorname{cot}\alpha') U''_2$$

$$F''_2 = \frac{z'}{2i} (\operatorname{tg}\alpha' + \operatorname{cot}\alpha') U'_2 + \frac{z'}{2i} (-\operatorname{tg}\alpha' + \operatorname{cot}\alpha') U''_2$$

avec :

$$\alpha' = \frac{\omega g}{v_i} \quad \text{et} \quad z' = \sigma \rho' v'$$

A ces équations correspond le quadrupole de la figure V.1 - 4.2.

Pour tenir compte de l'électrode, il y a donc lieu d'introduire un quadripole en T entre le circuit équivalent du transducteur, et l'impédance acoustique z''_2 du cristal.

V.2 - CAS DE LA COEXISTENCE DES MODES LONGITUDINAL ET TRANSVERSAL.

Comme il a été vu précédemment, une couche peut engendrer simultanément les deux modes lorsque soit le champ \vec{E} , soit l'axe \vec{c} , est incliné sur la surface.

Lorsque le champ \vec{E} est incliné, il n'est pas possible de déduire l'impédance de la couche seule. En effet, dans ce cas, les équipotentielles V sont inclinées, non matérialisées concrètement. (fig V.2)

La couche est plongée dans la cavité qui crée ce champ, et en ce cas, son impédance ne peut être définie isolément.

Par contre, lorsque l'axe \vec{c} est incliné, le champ $E = E_3$ et les équipotentielles sont parallèles à la surface du film. L'impédance peut être calculée :

$$Z_3 = \frac{V_3}{I_3}$$

Si l'inclinaison β de c est quelconque, les deux modes couplés coexistent. Il n'est pas possible d'établir de circuit équivalent

Mais l'impédance peut être exprimée (FOSTER 68) par :

$$(70) \quad Z = -j X \left(1 - k_L^2 G_L \frac{\operatorname{tg} \alpha_L}{\alpha_L} - k_s^2 G_s \frac{\operatorname{tg} \alpha_s}{\alpha_s} \right)$$

où k_L et k_s sont des coefficients jouant un rôle analogue au coefficient de couplage, et ainsi apparaissent séparées les contributions longitudinale et transversale ("shear"). Ces coefficients sont définis respectivement par :

$$(71) \quad k_L^2 = \frac{e'_{35} \sin \theta + e'_{33} \cos \theta}{\epsilon'_{33} \rho v_L^2}$$

$$k_s^2 = \frac{e'_{35} \cos \theta - e'_{33} \sin \theta}{\epsilon'_{33} \rho v_s^2}$$

v_L et v_s sont les deux valeurs propres de (32) données par l'équation (34)

Si l'inclinaison β de \vec{c} prend la valeur de 39° , il ne subsiste pratiquement que l'équation du mouvement (36 b)

$$(72) \quad \frac{\partial u_1}{\partial t^2} = \frac{\bar{c}_{55}}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2}$$

traduisant une vibration transversale quasi-pure et quasi-unique.

Les équations (24) et (25) étant en ce cas :

$$(73) \quad T_5 = c'_{55} S_5 - e'_{35} E_3$$

$$D_3 = e'_{35} S_5 + \epsilon'_{33} E_3$$

$$\text{avec } S_5 = \frac{\partial u_1}{\partial x_3}$$

La comparaison avec les équations IV. (8) et (9) montre alors que tous les résultats établis au § IV.1.-3. sont applicables à condition de remplacer :

$$\begin{aligned} u_3 & \text{ par } u_1 \\ v_L & \text{ par } v_t \\ c_{33} & \text{ par } c'_{55} \\ e_{33} & \text{ par } e'_{35} \\ \epsilon_{33} & \text{ par } \epsilon'_{33} \\ \bar{c}_{33} & \text{ par } \bar{c}_{55} \end{aligned}$$

Les circuits équivalents V.1 - 3.3. et V.1 - 3.4. s'appliquent donc avec les valeurs :

$$C_o \text{ inchangé}$$

$$\phi = \frac{e'_{35}}{\epsilon'_{33}}$$

$$z_o = \sigma_p v_t$$

$$\alpha = \frac{\omega_h}{v_t}$$

V.3. CONCLUSION SUR LES CIRCUITS EQUIVALENTS

Lorsqu'une couche polycristalline d'axe de texture hexagonal (001) normal ou incliné sur la surface engendre un mode pur longitudinal ou transversal, (ou pratiquement pur), le circuit équivalent prend la forme simple d'un dipole en π si les électrodes sont négligeables. Dans le cas où il faut tenir compte des électrodes, il s'intercale des quadrupoles en T.

A partir de ce circuit équivalent, les pertes de conversion d'une couche peuvent être calculées. Elles sont définies par le rapport de la puissance P_o délivrable par la source, à la puissance P_1 délivrée à la charge acoustique (ONOE 62), ce qui donne avec les notations précédentes:

$$\frac{P_o}{P_1} = \frac{(Z_e + Z_s)^2}{4 R_e R_s}$$

avec Z_e impédance d'entrée du circuit ; Z_s impédance source ;
 R_e et R_s parties réelles de ces impédances.

Pour les matériaux de faible coefficient de couplage (K_t^2 négligeable devant 1) et pour la fréquence fondamentale $f_o = v / 2e$, cette relation s'exprime simplement (FOSTER 68) :

$$\frac{P_o}{P_1} = \frac{\pi z_2}{8 K_t^2 z_o}$$

avec z_o et z_2 impédances acoustiques de la couche et du substrat (fig V.1 - 3.1.) égales au produit de la densité du matériau par la vitesse acoustique correspondante.

A titre indicatif, calculons les pertes de conversion théoriques qu'aurait une couche idéale, c'est-à-dire monocristalline.

Les valeurs numériques utiles sont :

pour le Sulfure de Cadmium :

$$K_t = 0,154 \text{ (BERLINCOURT 63)}$$

$$v_L = 4,42 \cdot 10^3 \text{ (GERLICH 67)}$$

$$\rho = 4,82 \text{ ("bulk density")} \text{ soit } z_o = 21,3$$

pour les cristaux de Corindon et Rutile utilisés (DJEVAHIRDJAN) respectivement :

$$\rho = 3,99 \text{ et } 4,25$$

$$v_L = 11 \cdot 10^3 \text{ et } 10 \cdot 10^3 \text{ m. sec}^{-1} \text{ (cf chap. suivants)}$$

$$\text{soit } z_2 = 44,0 \text{ et } 42,5$$

Cela donne en décibels :

$$\text{pour le Corindon : } 10 \log \frac{P_o}{P_1} = 15,3 \text{ dB}$$

$$\text{pour le Rutile : } 10 \log \frac{P_o}{P_1} = 15,2 \text{ dB}$$

valeurs représentant les pertes optimales en cellule coaxiale non accordée.

CHAPITRE VI

ETUDE DU MILIEU PROPAGATEUR

Les couches étant déposées sur un milieu propagateur, étudions maintenant comment le cristal va propager les vibrations longitudinales U_L et transversales U_T que lui communique la couche transductrice.

Les cristaux dont nous disposons sont des Rutiles et Corindons en rondins dont la face ronde est (001). La direction de propagation est l'axe X_3 de direction (001). Les groupes cristallins respectifs de ces cristaux étant $\frac{4}{m} \frac{2}{m} \frac{2}{m}$ et $\bar{3} \frac{2}{m}$.

Nous étudions les modes de vibration en épaisseur selon X_3 toujours dans l'hypothèse des ondes planes, c'est-à-dire que $\frac{\partial}{\partial x_1} = 0 = \frac{\partial}{\partial x_2}$ et

$$U_L = A_L \exp i\omega \left(t - \frac{x_3}{v_L}\right) \text{ et } U_T = A_T \exp i\omega \left(t - \frac{x_3}{v_T}\right)$$

les notations étant les mêmes que précédemment.

VI.1. CAS DU RUTILE

La matrice des constantes élastiques du Rutile est donnée par la figure VI.1.

Les composantes non nulles des déformations sont :

$$S_3 = \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \quad S_4 = \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad S_5 = \frac{\partial u_1}{\partial x_3}$$

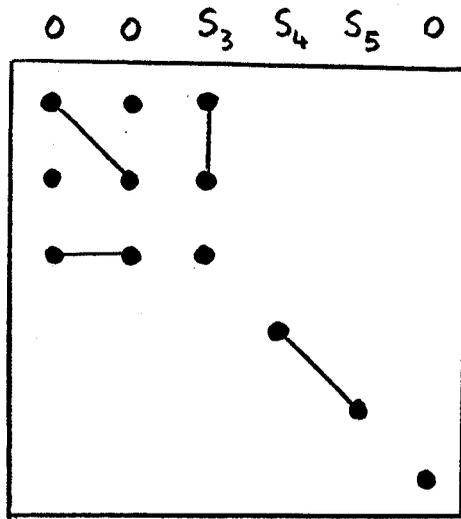
Les équations de l'élasticité sont :

$$T_1 = T_2 = C_{13} S_3 = C_{13} \frac{\partial u_3}{\partial x_3}$$

$$T_3 = C_{33} S_3 = C_{33} \frac{\partial u_3}{\partial x_3}$$

$$T_4 = C_{44} S_4 = C_{44} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad T_5 = C_{44} S_5 = C_{44} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \quad T_6 = 0$$

fig VI. 1

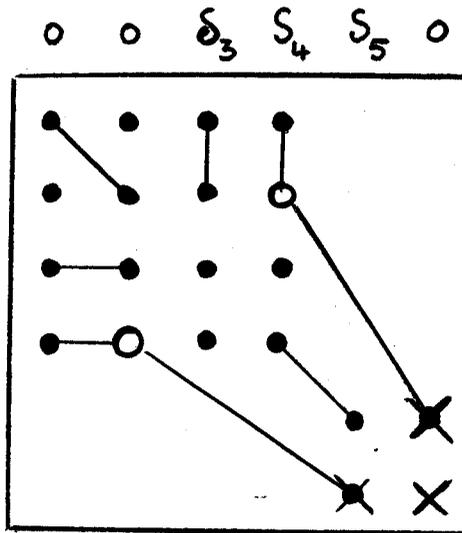


⋮ même valeur



Constantes élastiques du Rutile

fig VI.2.1



⋮ même valeur
○ changée de signe

✕ : C_{14} ici

✕ : $\frac{1}{2}(C_{11} - C_{12})$

Constantes élastiques du Corindon

d'où les équations du mouvement :

$$(37) \quad \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = \frac{\partial T_5}{\partial x_3} = C_{44} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} \quad v_{T1}^2 = \frac{C_{44}}{\rho}$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2} = \frac{\partial T_4}{\partial x_3} = C_{44} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_3^2} \quad v_{T2}^2 = \frac{C_{44}}{\rho} = v_{T1}^2$$

$$\frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = \frac{\partial T_3}{\partial x_3} = C_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} \quad v_L = \frac{C_{33}}{\rho}$$

Les deux vitesses de propagation des ondes transversales sont égales.

Déterminons la direction du vecteur de POINTING \vec{P} qui donne celle des rayons énergétiques.

$$P_i = T_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial t} \quad P_i : \text{composante suivant } x_i$$

- vibration longitudinale $U_L = U_3 \quad U_1 = 0 = U_2$

$$U_3 = U_L = A_L \exp i\omega \left(t - \frac{x_3}{v_L} \right)$$

il vient : $T_4 = 0 = T_5 = T_6$

$$(38) \quad P_1 = T_1 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_6 \frac{\partial u_2}{\partial t} + T_5 \frac{\partial u_3}{\partial t} = 0$$

$$P_2 = T_6 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_2 \frac{\partial u_2}{\partial t} + T_4 \frac{\partial u_3}{\partial t} = 0$$

$$P_3 = T_5 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_4 \frac{\partial u_2}{\partial t} + T_3 \frac{\partial u_3}{\partial t} = C_{33} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \frac{\partial u_3}{\partial t}$$

$$P_3 = C_{33} \left(-\frac{i\hat{\omega}}{v_L}\right) (+i\omega) U_L^2 = C_{33} \frac{\omega^2}{v_L} U_L^2$$

Le vecteur \vec{P} est parallèle à la direction de propagation x_3 :

- Vibration transversale $U_T = U_1 \quad U_2 = 0 = U_3$

Il vient :

$$T_1 = 0 = T_2 = T_3 = T_4 = T_6 \quad \text{seul } T_5 \neq 0$$

$$P_1 = 0 = P_2$$

$$P_3 = T_5 \frac{\partial u_1}{\partial t} = C_{44} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \cdot \frac{\partial u_1}{\partial t} = U_T^2 C_{44} \frac{\omega^2}{v_T}$$

Pour $U_T = U_2$ on trouve le même résultat : le vecteur P est parallèle à la direction de propagation x_3 .

Conclusion

Suivant x_3 le Rutile propage des modes longitudinal pur et transversal pur, la direction du rayon énergétique étant confondue avec la direction de propagation des plans d'ondes .

VI. 2 - CAS DU CORINDON

Montrons que le Corindon n'a pas les mêmes qualités. La matrice des constantes élastiques $\bar{3} \frac{2}{m}$ est donnée par la figure VI.2 - 1.

Les équations de l'élasticité sont les mêmes, sauf pour :

$$(39) \quad T_1 = C_{13} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} + C_{14} \frac{\partial u_2}{\partial x_3}$$

$$T_2 = C_{13} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} - C_{14} \frac{\partial u_2}{\partial x_3}$$

$$T_6 = C_{15} S_5 = C_{14} \frac{\partial u_1}{\partial x_3}$$

Les équations du mouvement sont les mêmes d'où :

$$v_L^2 = \frac{C_{33}}{\rho}$$

$$v_{T1}^2 = v_{T2}^2 = \frac{C_{44}}{\rho}$$

- Pour une vibration longitudinale $U_L = U_3$ $U_1 = 0 = U_2$

$$T_4 = 0 = T_5 = T_6 \text{ comme précédemment}$$

$$P_1 = 0 = P_2$$

$$P_3 = T_3 \frac{\partial u_3}{\partial t} = C_{33} \cdot \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \cdot \frac{\partial u_3}{\partial t} = U_L^2 C_{33} \frac{\omega^2}{v_L}$$

- Pour une vibration transversale $U_T = U_1$ $U_2 = 0 = U_3$

(Polarisée 100)

$$T_1 = 0 = T_2 = T_3 = T_4$$

$$P_1 = 0$$

$$P_2 = T_6 \frac{\partial u_1}{\partial t} = + C_{14} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \cdot \frac{\partial u_1}{\partial t} = U_T^2 C_{14} \frac{\omega^2}{v_T}$$

$$P_3 = T_5 \frac{\partial u_1}{\partial t} = + C_{44} \cdot \frac{\partial u_1}{\partial x_3} = U_T^2 C_{44} \frac{\omega^2}{v_T}$$

$$\text{tg } \theta = \frac{P_3}{P_2} = \frac{C_{14}}{C_{44}}$$

- Pour une vibration transversale $U_T = U_2$ $U_1 = 0 = U_3$

(Polarisée 010)

$$T_3 = 0 = T_5 = T_6$$

$$P_1 = 0$$

$$P_2 = T_2 \frac{\partial u_2}{\partial t} = -C_{14} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \cdot \frac{\partial u_2}{\partial t} = -U_T^2 C_{14} \frac{\omega^2}{v_T^2}$$

$$P_3 = T_4 \frac{\partial u_2}{\partial t} = +C_{44} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \cdot \frac{\partial u_2}{\partial t} = +U_T^2 C_{44} \frac{\omega^2}{v_T^2}$$

L'angle de P avec X_3 est tel que :

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{P_3}{P_2} = -\frac{C_{14}}{C_{44}}$$

- Pour une vibration transversale quelconque : (fig VI.2 - 2)

$$U_1 = U_T \cos \phi \quad U_2 = U_T \sin \phi \quad U_3 = 0$$

$$T_1 = C_{14} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad T_2 = -C_{14} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad T_3 = 0$$

$$T_4 = C_{44} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad T_5 = C_{44} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \quad T_6 = C_{14} \frac{\partial u_1}{\partial x_3}$$

$$P_1 = T_1 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_6 \frac{\partial u_2}{\partial t} = \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{14} (2 \cos \phi \sin \phi) U_T^2 = U_T^2 \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{14} \sin 2\phi$$

$$P_2 = T_6 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_2 \frac{\partial u_2}{\partial t} = \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{14} (\sin^2 \phi - \cos^2 \phi) U_T^2 = -U_T^2 \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{14} \cos 2\phi$$

$$P_3 = T_5 \frac{\partial u_1}{\partial t} + T_4 \frac{\partial u_2}{\partial t} = C_{44} \frac{\omega^2}{v_T^2} (\sin^2 \phi + \cos^2 \phi) U_T^2 = U_T^2 \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{44}$$

en désignant par θ angle de P avec X_3 , soit P_{12} projection de P sur $OX_1 X_2$

$$P_{12} = U_T^2 \frac{\omega^2}{v_T^2} C_{14}$$

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{P_3}{P_{12}} = \frac{C_{44}}{C_{14}} = 9^\circ$$

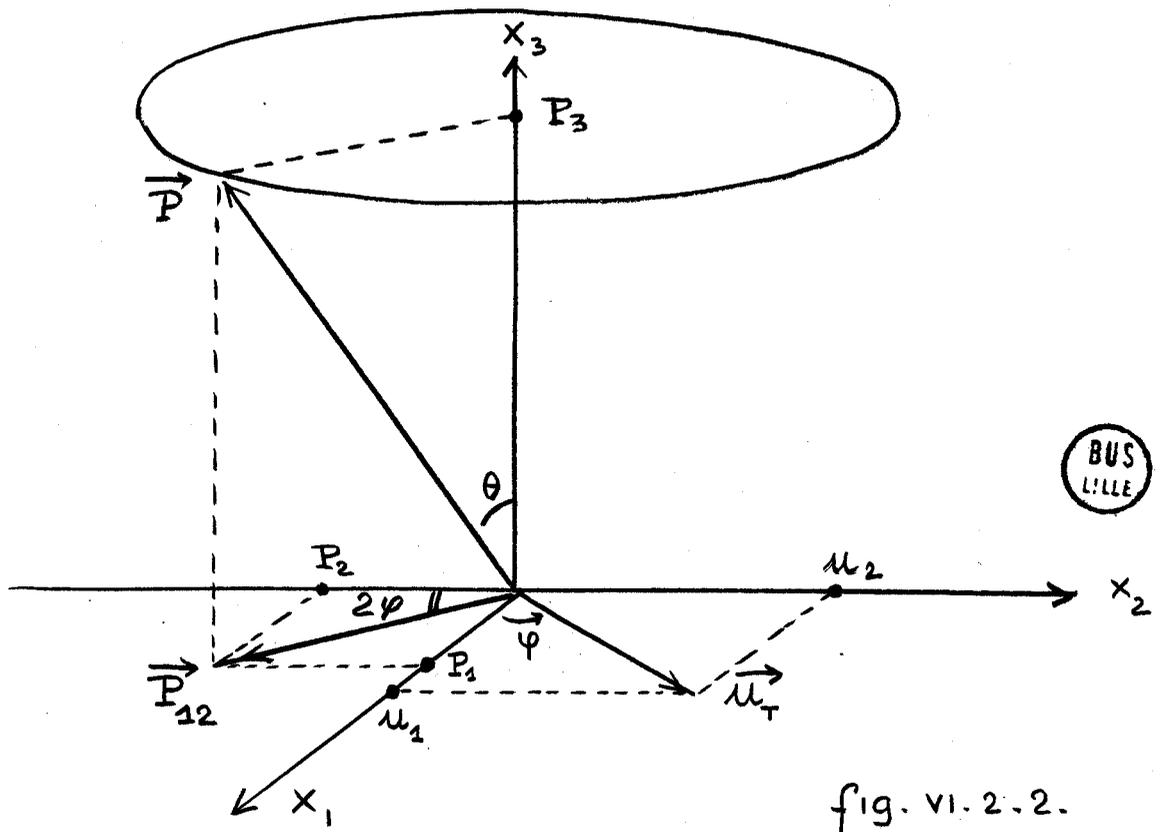


fig. VI.2.2.

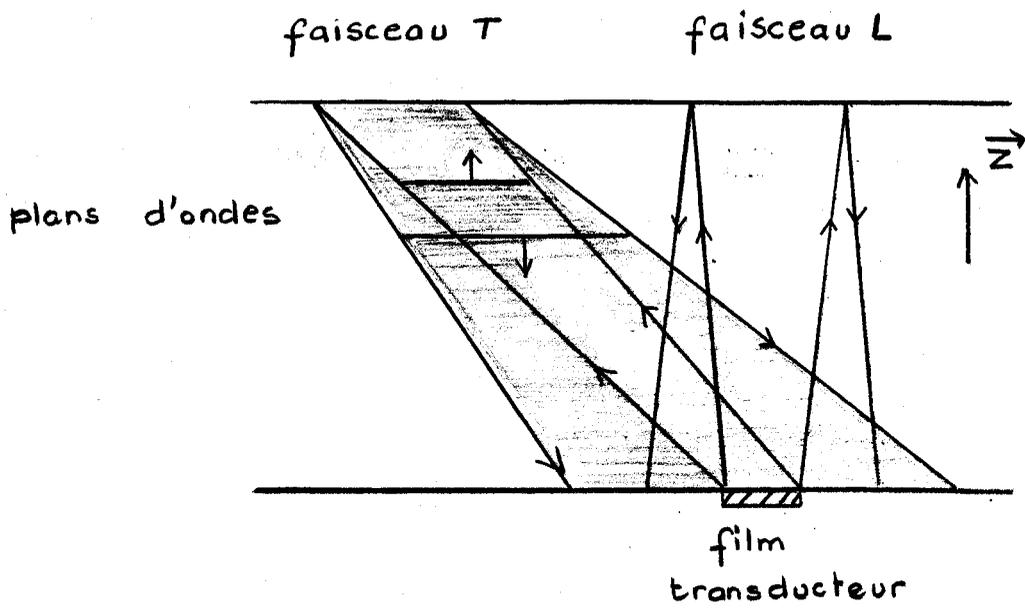


fig VI.2.3. propagation dans le corindon z

Le lieu de \vec{P} est donc un cône de révolution d'axe X_3 de demi-angle au sommet θ . C'est le cône dit de réfraction interne.

La vibration U_T se propage mais le mode n'est pas pur car $\theta \neq 0$

La figure VI.2 - 3. montre comment se propage le rayon d'énergie acoustique dans un Corindon de coupe z . Il est excité en vibrations longitudinales et transversales par une couche de CdS à axe incliné. Les plans d'ondes sont parallèles à sa surface et se propagent parallèlement à l'axe Z (ou X_3) du Corindon, comme l'indiquent les flèches (MUSGRAVE 54).

Le faisceau longitudinal est parallèle à la direction de propagation car ce mode est pur. Le faisceau transversal fait un angle θ avec la direction de propagation.

La vitesse de propagation étant celle des plans d'onde, elle reste égale au quotient de la longueur du cristal par le temps de transit, dans les deux cas et à ce stade, l'inclinaison θ du rayon n'intervient pas. Donc en ce qui concerne l'identification des vibrations émises par la couche, le fait que le Corindon Z , contrairement au Rutile Z , ne transmette pas le mode transverse de façon pure, n'est pas gênant.

Par contre, s'il s'agissait de mesurer des énergies transmises, les mesures deviendraient délicates. En effet, il faudrait s'assurer que l'énergie reçue est bien celle de tout le faisceau, et non d'une partie seulement. D'autre part, si la surface du cristal est petite par rapport à sa longueur, le faisceau oblique peut se réfléchir partiellement sur les parois latérales avant d'atteindre la surface détectrice, et ce avec conversion de modes. Pour les mesures énergétiques il convient donc de n'utiliser que le rutile Z , lequel transmet un mode de cisaillement pur.

Remarque :

Il était intéressant pour ces cas simples, de détailler les calculs concernant la propagation. Mais il existe des tables cristallographiques permettant, pour un groupe donné, de connaître les directions de propagation des modes purs. cf. BRUGGER 65.

Voici les valeurs numériques des vitesses longitudinales et transversales dans le Corindon et le Rutile, pour une propagation suivant l'axe X_3 . Lorsque les auteurs les précisent, la provenance du cristal et l'incertitude de la mesure ont été ajoutées. La fréquence des vibrations engendrées dans le cristal est également donnée dans le tableau.

CORINDON

. Référence	Provenance	Fréquence de vibration	Vitesse longitudinale	Vitesse transversale
WACHTMAN 60	Linde C°	10 MHz	$(11,00 \pm 0,17) 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$	$(5,94 \pm 0,23) 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$
SHAW 64	-	2,9 GHz	$(11,35 \pm 0,10) 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$	$(6,18 \pm 0,05) 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$
MICHELL 67	-	-	$11,235 \cdot 10^3$	-
REGGIA 68	Andersen lab.	2 GHz	$11,0 \cdot 10^3$	$6,6 \cdot 10^3$

RUTILE

. Référence	Provenance	Fréquence de vibration	Vitesse longitudinale	Vitesse transversale
VICK 60	Linde C°	10 MHz	$10,30 \cdot 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$	$5,32 \cdot 10^3 \text{ m.sec}^{-1}$
SHAW 64		2,9 GHz	-	$(5,20 \pm 0,05) 10^3$
MIDFORD 65	Young Lab.	600 MHz	$10,3 \cdot 10^3$	$5,38 \cdot 10^3$
LANGE 68		1 GHz	$10,94 \cdot 10^3$	$5,399 \cdot 10^3$

Les mesures de WACHTMAN 60, VICK 60 et LANGE 68, sont faites en excitant les cristaux par une pastille de quartz collée sur une face. Les mesures de SHAW 64 sont faites avec une couche magnétostrictive de Nickel excitée par champ électrique normal ou parallèle à la surface, en cavités hyperacoustiques ; MIDFORD 65 et REGGIA 68 utilisent des couches piézoélectriques de CdS engendrant simultanément les deux modes longitudinal et transverse; MITCHELL 67 ne précise pas les modalités de mesure.

CHAPITRE VII

RESULTATS EXPERIMENTAUX

INTRODUCTION

L'étude expérimentale des couches de Sulfure de Cadmium a porté sur trois facteurs :

- Le facteur structure :

L'étude aux rayons X montre que les couches préparées sont polycristallines, de texture hautement orientée, avec mélange des phases hexagonales et cubiques,

- le facteur génération de modes :

La mesure des vitesses de propagation des vibrations engendrées dans un cristal permet d'identifier leur nature longitudinale ou transversale.

- le facteur de conversion d'énergie électromécanique.

La mesure des pertes de conversion par la méthode des échos permet de comparer les couches entre elles et d'établir des corrélations entre leurs propriétés hypersonores et leurs conditions de préparation.

VII.1 ETUDE AUX RAYONS X

Des couches de CdS déposées soit sur Rutile, soit sur Corindon, ont été étudiées par deux méthodes, à partir d'un diffractomètre DEBYE-SCHERRER classique utilisant la raie $K \alpha$ du Cuivre :

- d'une part, par enregistrement du signal émanant du compteur GEIGER - MULLER
- d'autre part, par impression d'un film photographique.

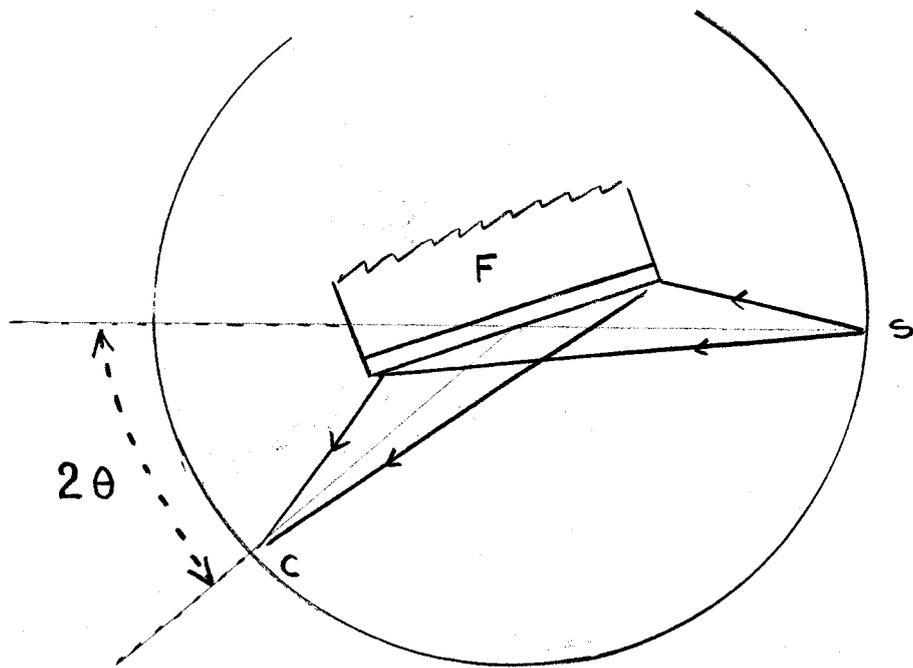
La fig VII.1 -1 rappelle le principe de l'appareil.

L'échantillon F diffracte le faisceau de faible ouverture issu de la Source S. Lorsque le cristal tourne autour d'un axe perpendiculaire au plan de figure, la déviation 2θ du faisceau diffracté peut varier de 0 à 180°. Les pics de diffractions correspondent aux angles de BRAGG θ tels que :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

λ : Longueur d'onde de la raie $K \alpha$

d : distance interréticulaire d'une famille de plans hkl.



BUS
LILLE

fig VII. 1.1

Dans la première méthode, le compteur G.M. se déplace avec C, à vitesse de rotation double de celle de l'échantillon. Dans la seconde méthode, le film est disposé le long du cylindre décrit par la fente C.

Les figures VII.1 - 2 et VII.1 - 3. représentent les diagrammes enregistrés des couches CdS 171268 sur Corindon 6 et Rutile 1. Elles ont été préparées ensemble et ne diffèrent que par la nature du substrat. Les deux cristaux sont de coupe Z.

L'intensité des raies est très élevée par rapport au bruit de fond, les raies elles-mêmes étant fines. On n'observe pas de réflexions sur des plans désorientés et seuls apparaissent les raies dûes aux plans de texture hexagonale (002), (004), (006) ou cubique (111), (222), (333) aux angles respectifs 26° , 54° et 87° .

Le diagramme VII.1 - 4. est établi dans les mêmes conditions que la figure VII.1 - 3. mais la couche a subi une rotation de 90° dans son plan ; les intensités de la raie (002) ne sont pas égales :

$$\frac{I}{I''} = \frac{280 \text{ coups. sec}^{-1}}{430 \text{ coups. sec}^{-1}} = 0,65$$

L'axe de texture n'a donc pas la symétrie de révolution (axe d'ordre infini) et la couche possède un pourcentage de texture à deux degrés, correspondant, outre le parallélisme des axes \vec{C} d'ordre 6 à un certain parallélisme des axes \vec{a} d'ordre 2.

La figure VII.1 - 5. est le diagramme DEBYE-SCHERRER par photographie de la même couche, éclairée cependant par un faisceau de rayons X de géométrie différente, plus divergent. L'intérêt est de faire apparaître sur la photographie non seulement les raies hexagonales mais aussi les raies de la phase cubique $\bar{4}3m$ de CdS. La présence d'anneaux confirme la structure polycristalline des couches.

Il est difficile de distinguer les phases cubiques et hexagonales de CdS parce que les raies principales sont confondues :

- (002) hex. avec (111) cubique.
- (004) hex. avec (222) cubique.
- (006) hex. avec (333) cubique.

Il est cependant possible d'apercevoir la raie cubique (200) à 31° , malgré sa faible intensité.

1.10²

(002)

CDS 1712
Corindon

80 70 60 50 40 30

12

15

50

65

1

15

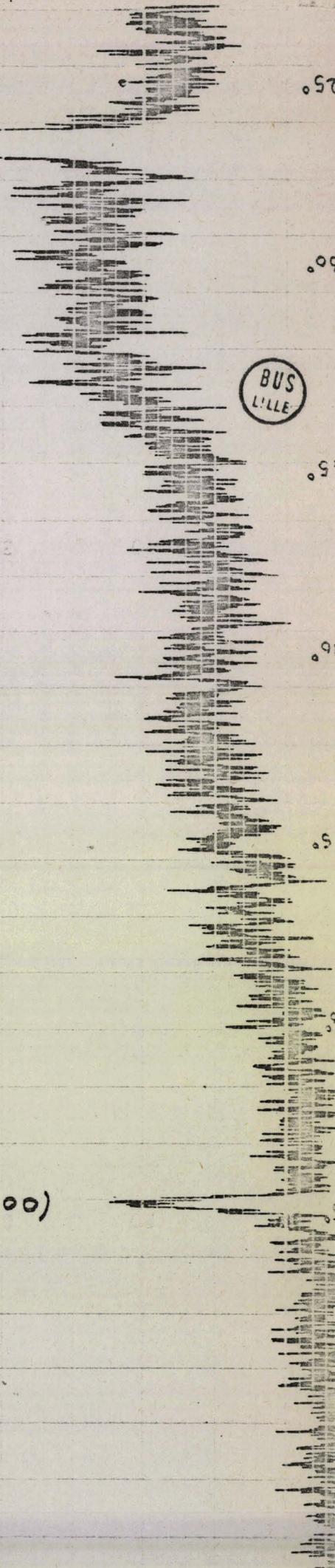
80 70 60 50 40

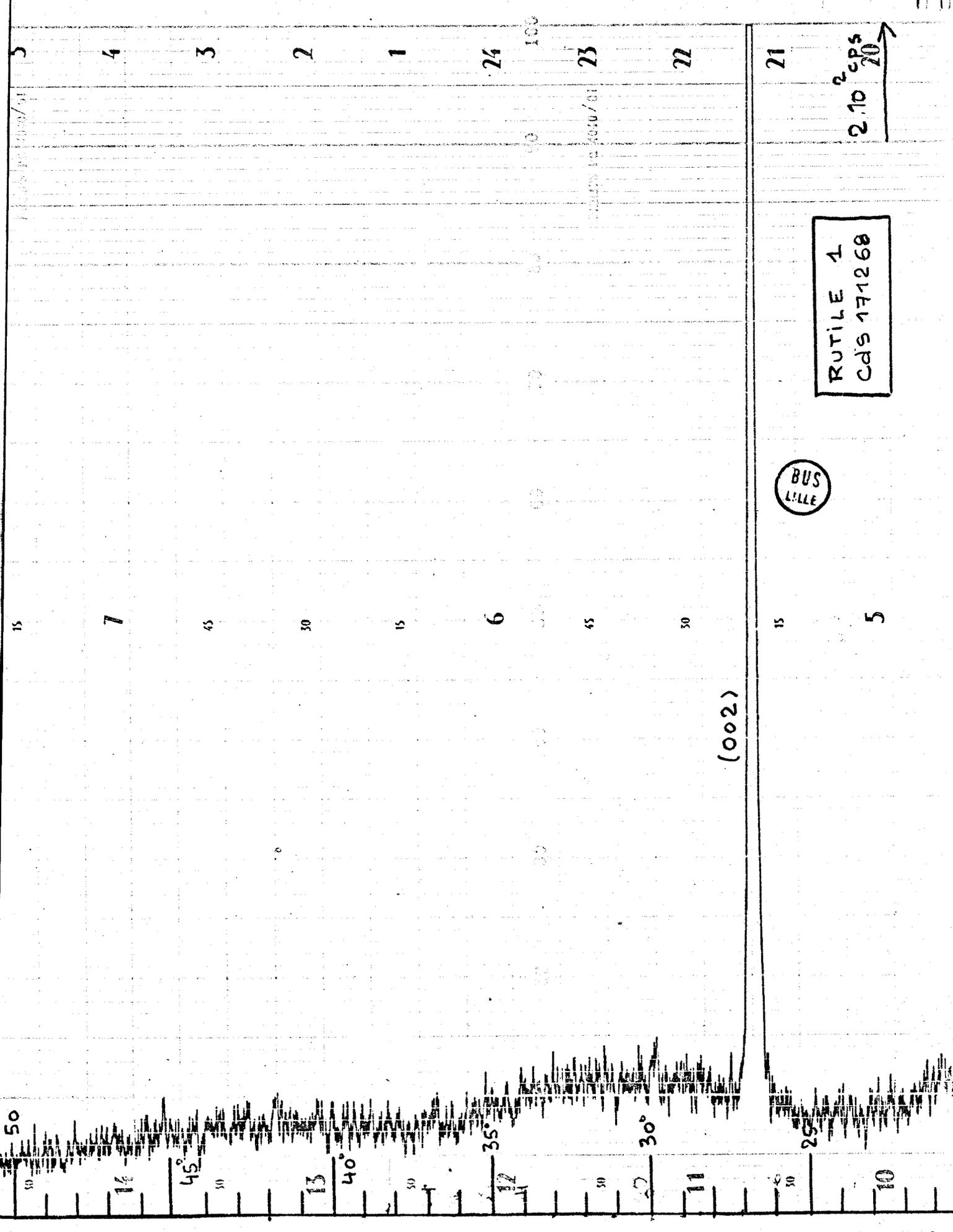
(004)

50

5

2





RUTILE 1
Cds 171268

BUS
LILLE

2.10 λ cps
20

Le diagramme enregistré VII.1 - 6. réalisé dans les mêmes conditions laisse cette fois émerger du bruit de fond la raie cubique (200). Sur le même diagramme est enregistré le pic à 21° de la raie hexagonale (002) couvrant d'ailleurs la raie cubique (111).

S'il s'agissait d'un échantillon parfaitement isotrope, comme une poudre, il serait possible, par comparaison des intensités, de déduire le pourcentage de phase cubique.

Le rapport des intensités : dans le cas de la poudre, est d'après les tables de cristallographie : (ASTM 1962)

$$\frac{I(200)}{I(111)} = 0,4$$

Le diagramme donne :

$$\frac{I_{200}}{I_{111} + I_{002}} = \frac{104 \text{ coups.sec}^{-1}}{5000 \text{ coups.sec}^{-1}}$$

d'où on déduit :

$$\frac{I_{111}}{I_{002}} = 5,5 \%$$

Donc, si le faisceau de rayons X était fin et parallèle et si l'échantillon présentait une parfaite anisotropie, il y aurait 5,5 % de phase cubique et 94,5 % de phase hexagonale. Mais dans le cas présent, la valeur adoptée pour I_{200} / I_{111} n'est pas valable étant donné la divergence du faisceau et le degré de texturation de la couche ; ce chiffre n'est qu'une indication très approximative, car la texturation peut rendre certaines raies plus intenses et d'autres moins intenses dans les diagrammes D.S. de textures, par rapport aux diagrammes de poudres. (AN DRUSHKO 62).

VII.2 MODES DE VIBRATIONS ENGENDRÉS.

Les vibrations engendrées par la couche sont identifiées par leurs vitesses de propagation dans une ligne à retard, déterminées sur oscillogramme par la méthode impulsion-échos : (cette méthode sera décrite au § VII.3)

Echantillon tournée de 90° dans son plan

2.10² cps = 1000
12
70 ←
60
50
40
30
20

(002)

Cds 171268
sur RUTILE 1

fig VII.1.4

30
35



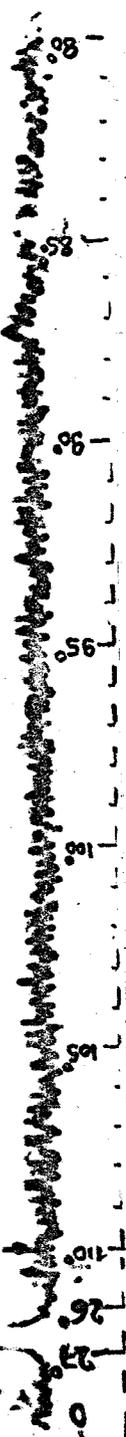
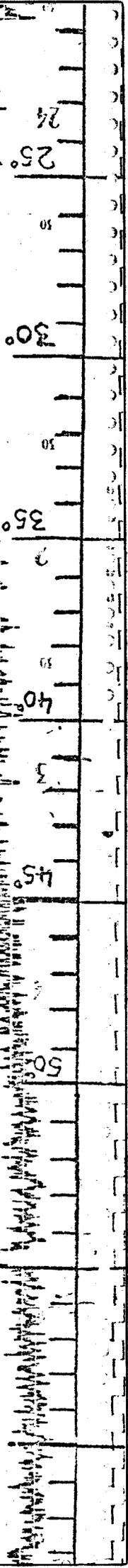
(006)

(004)

2.10² cps = 100 div
2.10³ cps = 100 div
11.5.5.6
10
20
30
40
50

(002)

60°



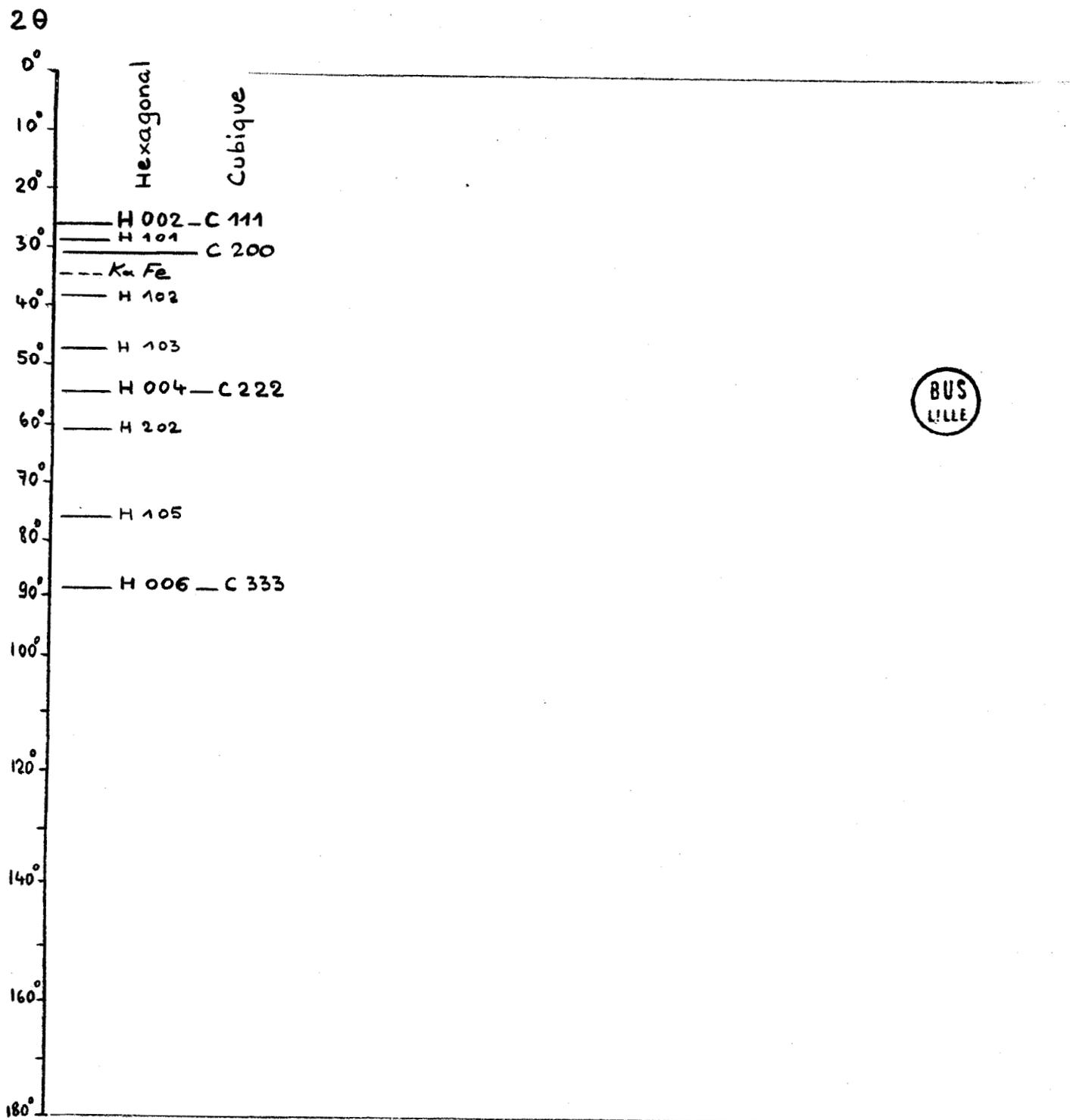
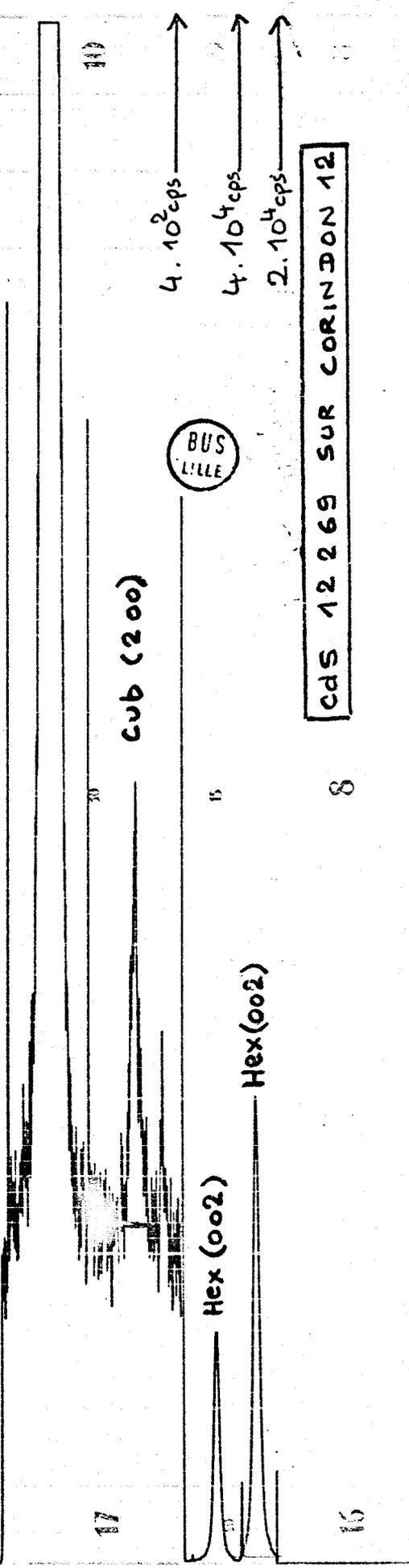
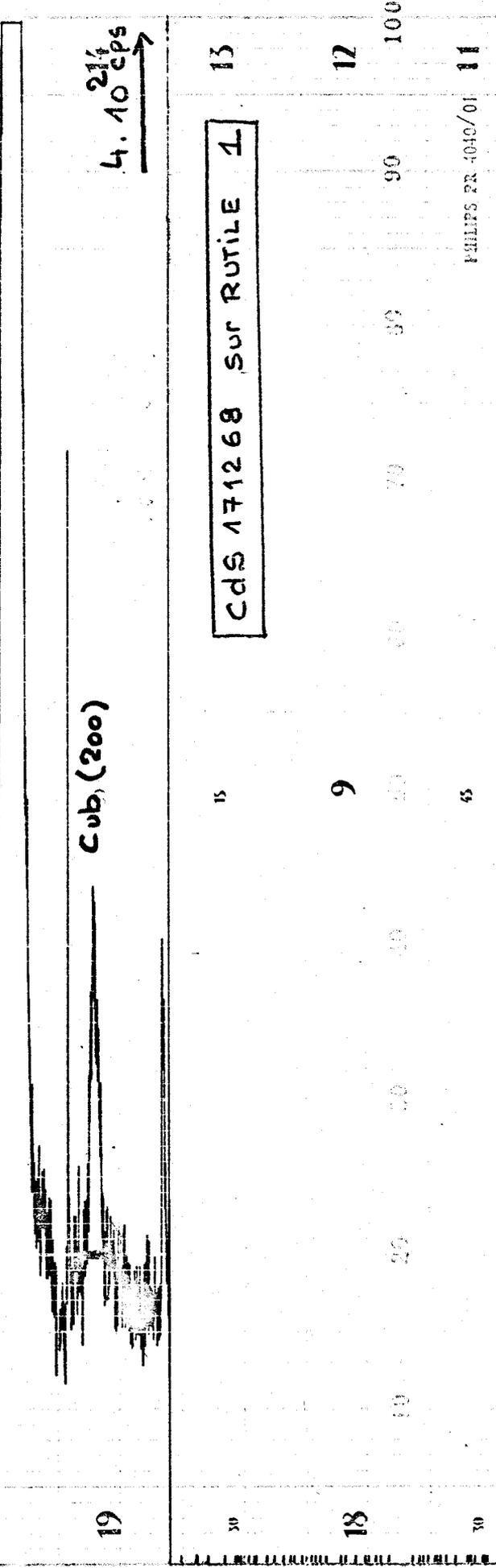
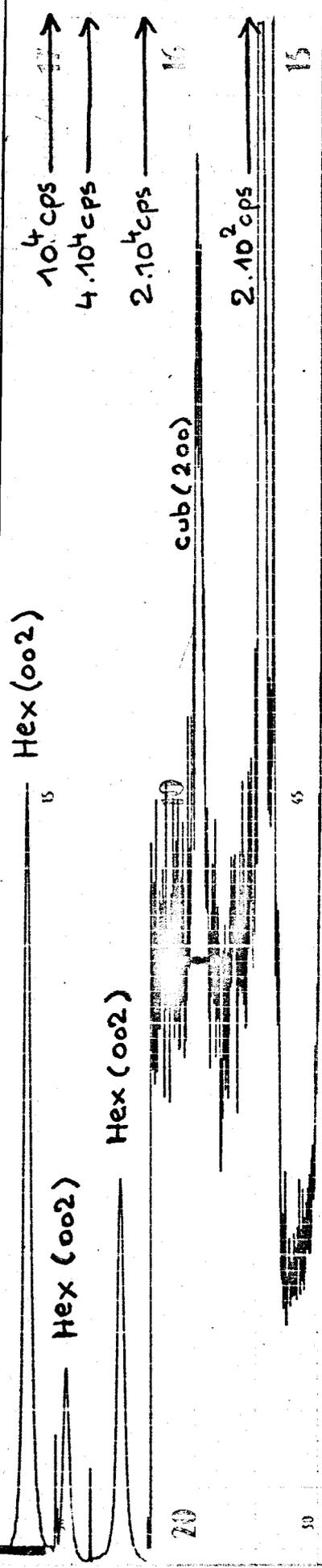


fig VII. 1.5



l étant la longueur du cristal
 t le temps séparant deux échos consécutifs.
la vitesse v est :

$$v = \frac{t}{2l}$$

Les cristaux utilisés sont des rondins de Corindon $\bar{5} \frac{2}{m}$ et Rutil $\frac{4}{m} \frac{2}{m} \frac{2}{m}$ de face ronde (001) c'est-à-dire de coupe z . Les vibrations se propagent suivant l'axe X_3 à la vitesse v_L pour les vibrations longitudinales et $v_{T1} = v_{T2}$ pour les vibrations transversales lente et rapide.

Donc, pour ces dernières, l'égalité des deux vitesses transverses selon cette direction de propagation, les rend isotropes.

Ces cristaux proviennent de DJEVAHIRDJAN, Monthey Valais (Suisse). Ils sont polis optiquement à $\lambda/10$ du sodium, les faces sont parallèles à 2 d'arc et l'axe C est normal aux faces à $\pm 1^\circ$.

VII.2 - 1. Axe normal et champ normal à la surface du film

La couche engendre un mode longitudinal pur. Les figures VII.2 - 1.1. et VII.2 - 1.2. donnent les oscillogrammes des couches ZnO 1110 68 B et CdS 171268 respectivement sur Corindon et Rutil 1. Un seul système d'échos apparaît.

La vitesse correspondant à chaque cas est :

- Corindon 1. couche ZnO 111068 B

$$11 t = 43 - 4 \mu.\text{sec.} = 39 \mu.\text{sec}$$

En adoptant 1 sec d'incertitude par lecture, compte tenu des distorsions possibles de l'oscillogramme et des incertitudes de calibrage de sa base de temps, il vient ;

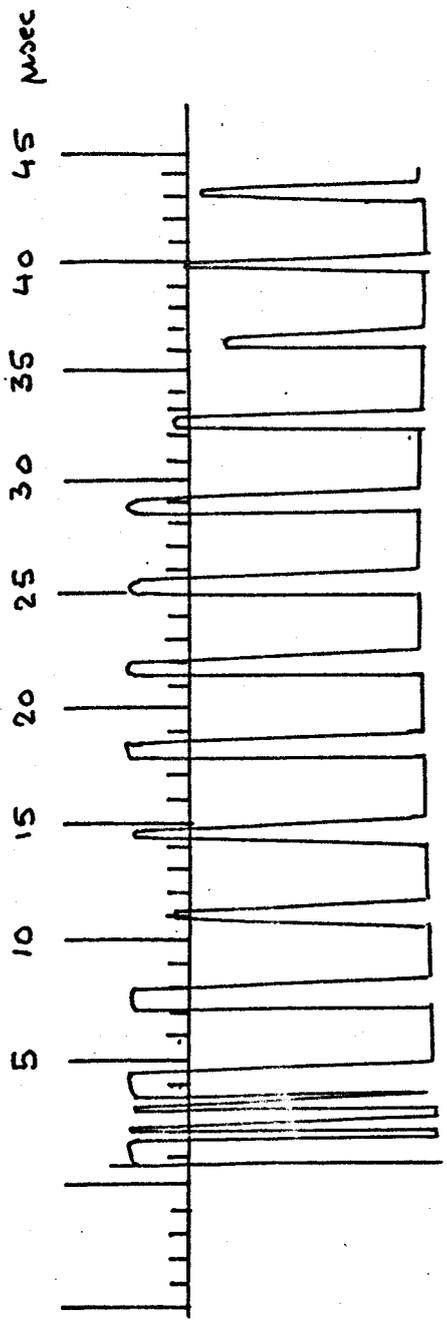
$$t = 3,55 \mu \text{ sec} \pm 0,18 \mu \text{ sec}$$

d'où pour la vitesse, sachant que $L = 20,0 \text{ mm} \pm 0,1$

$$v_L = \frac{40,0 \cdot 10^{-3} \text{ m}}{3,55 \cdot 10^{-6} \text{ sec}} = 11,0 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1} \pm 0,6 \cdot 10^3$$

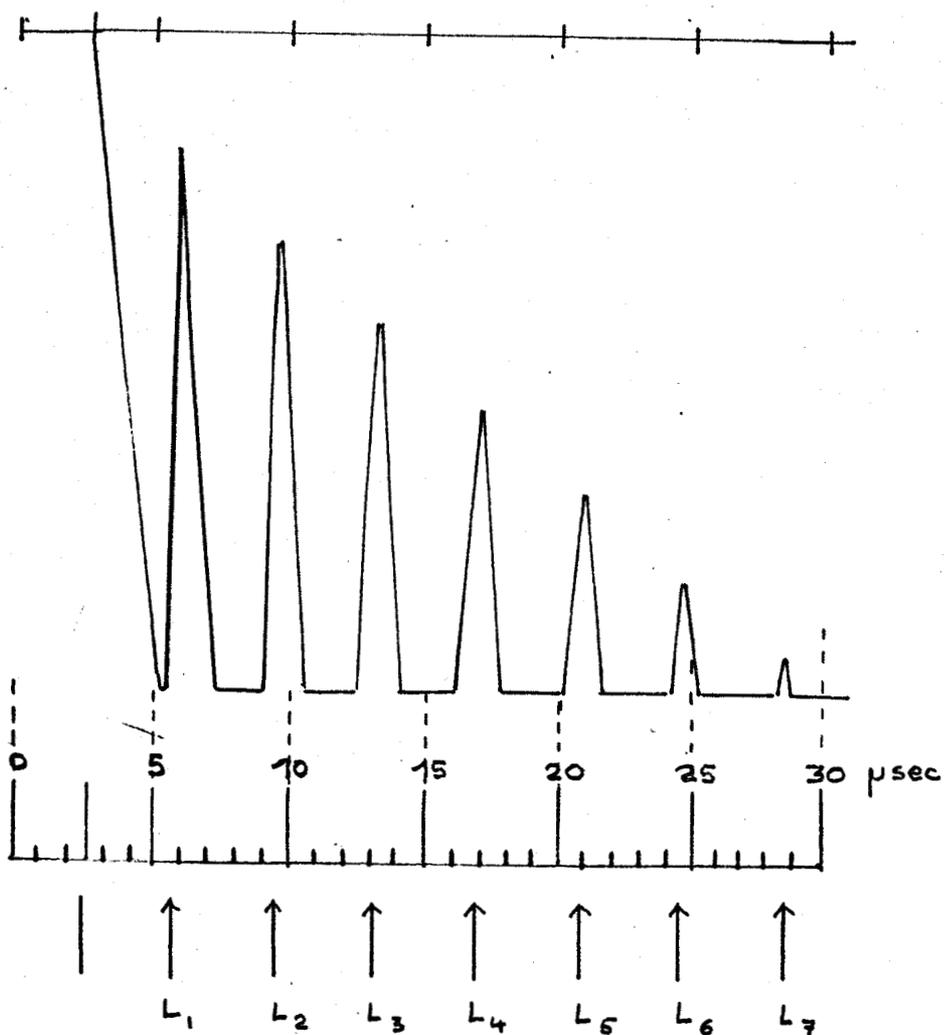
il s'agit bien d'une vibration longitudinale pure.

fig VII.2.1.1. CORINDON 1. ZnO 111068 B



cavité 336. 1000 MHz
champ normal. axe normal.
 $l = 20 \text{ mm}$





CdS 171268 sur RUTILE 1

fig VII.2.1.1.

cavité 02A. 1300 MHz

champ normal. axe normal.
 $l = 20 \text{ mm}$

- Rutile 1. couche CdS 171268

$$6 t = 29 - 6\mu \text{ sec} \quad L = 20,0 \text{ mm}$$

$$\text{ce qui donne } v_L = \frac{40}{3,84} = 10,4 \cdot 10^3 \pm 0,9 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

vibration longitudinale pure, donc.

VII.2 - 2. Axe normal et champ incliné sur la surface

La couche engendre simultanément des modes longitudinal pur et transversal pur.

- Corindon 15. Couche CdS 12669 $L = 25,0 \text{ mm}$

(Figure VII.2 - 2.1.)

$$9 t_L = 43 - 3\mu \text{ sec}$$

$$v_L = \frac{50}{4,45} = 11,2 \cdot 10^3 \pm 0,6 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

$$4 t_S = 40 - 6\mu \text{ sec}$$

$$v_S = \frac{50}{8,5} = 5,90 \cdot 10^3 \pm 0,37 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

- Rutile 1. Couche CdS 171268 $L = 20,0 \text{ mm}$

(Figure VII.2 - 2.2.)

$$10 t_L = 44 - 4 = 40\mu \text{ sec}$$

$$v_L = \frac{40}{4} = 10,0 \cdot 10^3 \pm 0,6 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

$$4 t_S = 39 - 7\mu \text{ sec}$$

$$v_S = \frac{40}{8} = 5,00 \cdot 10^3 \pm 0,34 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

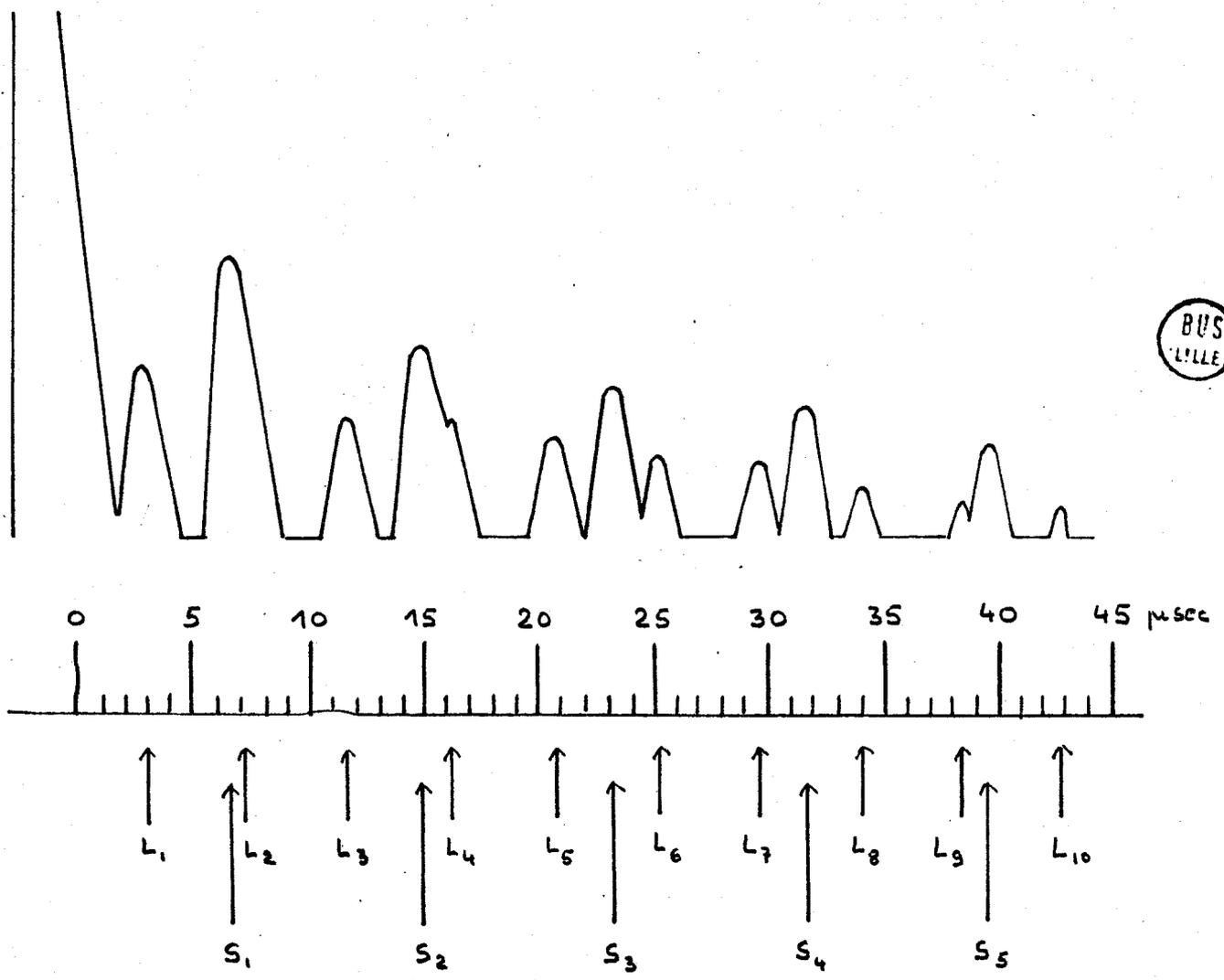
Ces vitesses identifient effectivement l'émission simultanée par la couche de vibrations longitudinales et transversales.

VII.2 - 3. Axe incliné et champ normal à la surface

La couche engendre simultanément des modes longitudinal et transversal quasi-purs.

- Corindon 3. Couche CdS 111068A $L = 20,0 \text{ mm}$

(figure VII.2 - 3.1.)



CdS 12669 sur CORINDON 15

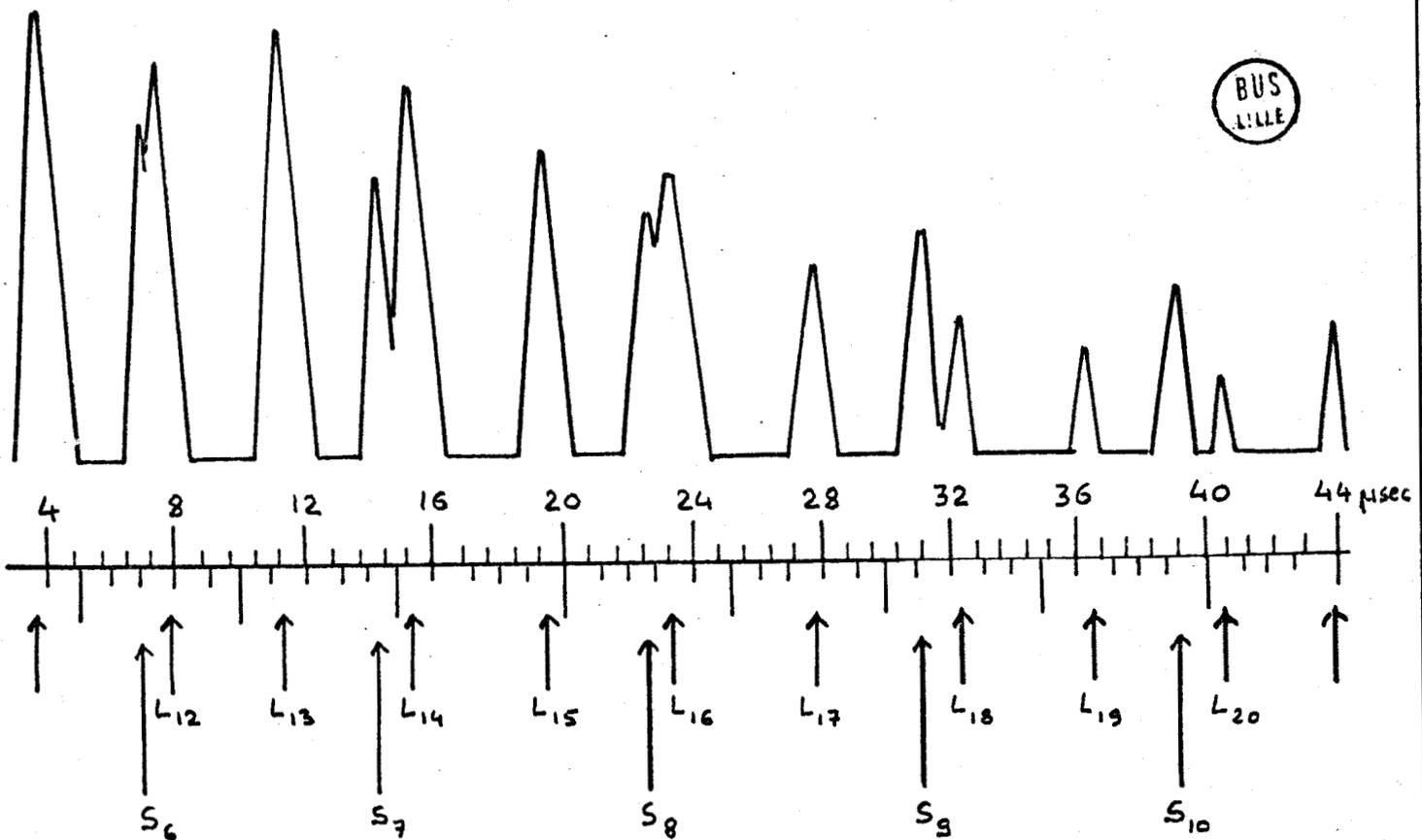
fig VII. 2.2.1

cavité 015. 1090 MHz

champ incliné . axe normal.

$l = 25\text{mm}$

BUS
LILLE



CdS 171268 sur RUTILE 1

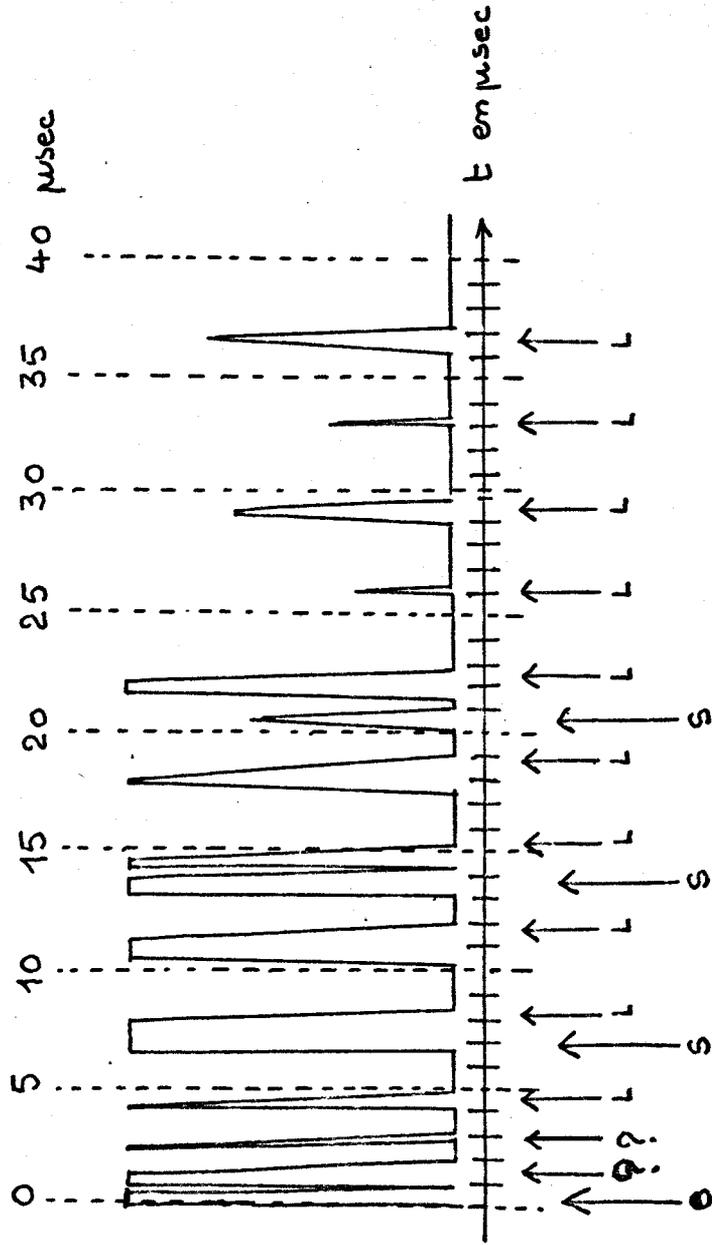
fig. VII. 2.2.2

cavité 010 . 930 MHz

champ incliné. axe normal.
 $l = 20\text{mm}$

fig VII.2.3.1

CORINDON 3 . CdS 111068A



cavité 336 . champ normal. axe incliné.

1015 MHz

$l = 20 \text{ mm}$



$$9t_L = 37 - 4,5 \mu \text{ sec}$$

$$v_L = \frac{40}{3,6} = 11,1 \cdot 10^3 \pm 0,7 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

$$2t_S = 21 - 6,5 \mu \text{ sec}$$

$$v_S = \frac{40}{6,75} = 5,95 \cdot 10^3 \pm 0,42 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

- Rutile 7. Couche CdS 13669 B L = 25,0 mm

(Figure VII.2 - 3.2.)

$$5t_L = 33 - 8 \mu \text{ sec}$$

$$v_L = \frac{50}{5} = 10,0 \cdot 10^3 \pm 0,8 \cdot 10^3 \text{ sec}$$

$$3t_S = 43 - 13 \mu \text{ sec}$$

$$v_S = \frac{50}{10} = 5,00 \pm 0,27 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

dans le cas du Rutile, la vitesse longitudinale est peu différente du double de la vitesse transversale ce qui rend la distinction difficile. La figure VII.2 - 1.2. montrait que la distinction des modes ne se fait qu'à partir du sixième écho transversal sur la figure VII.2 - 3.3., la mesure porte jusqu'au neuvième écho transversal et donne alors :
(Couche CdS 18669B sur Rutile 7)

$$v_S = 90 - 11 \mu \text{ sec} \quad v_S = \frac{50}{9,9} = 5,05 \cdot 10^3 \pm 0,25 \cdot 10^3 \text{ m sec}^{-1}$$

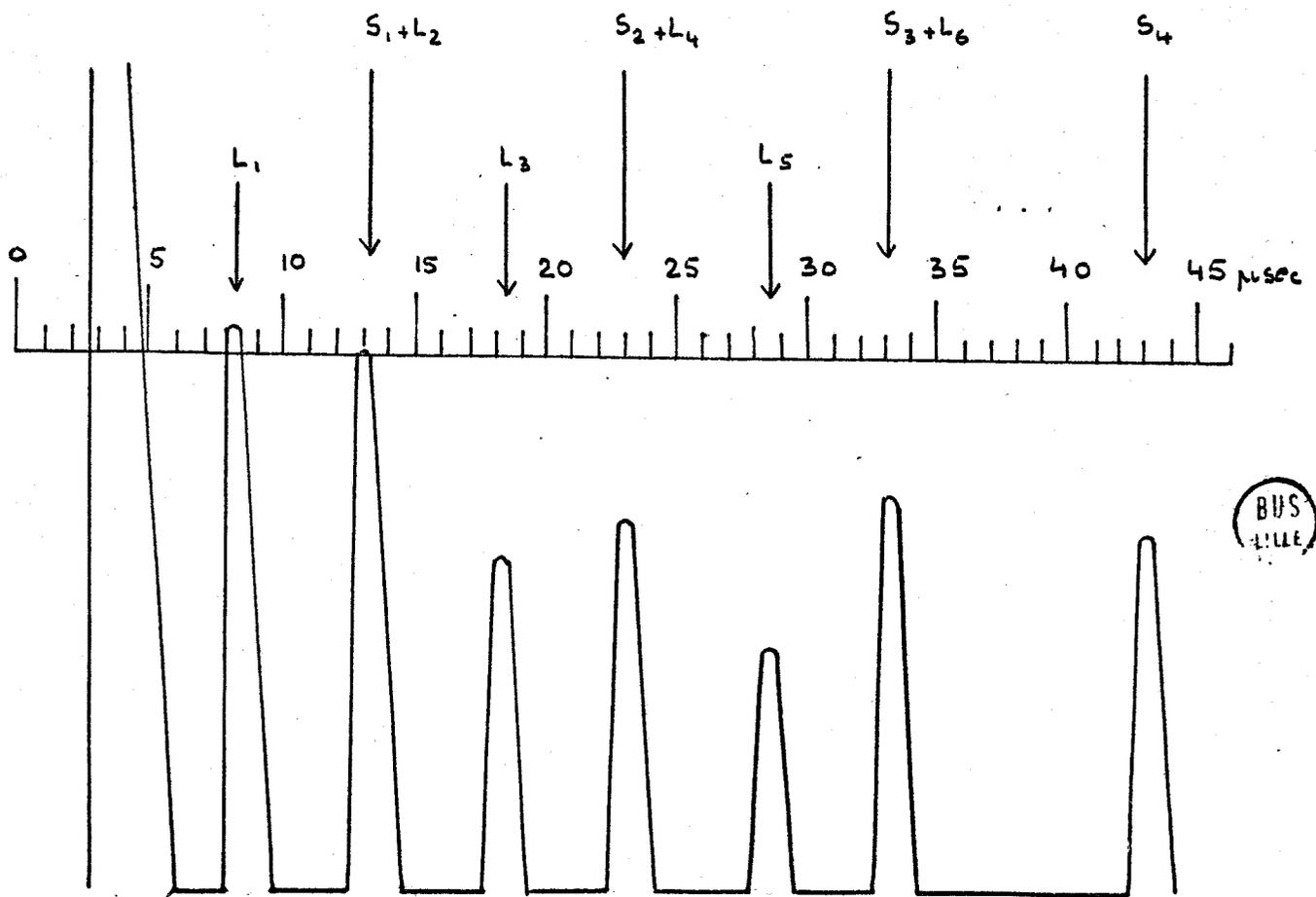
Les deux valeurs des vitesses identifient également dans ce cas les deux types de vibrations longitudinale et transversale.

La figure VII.2 - 3.4. représente les diagrammes enregistrés de deux couches de CdS déposées respectivement sur les deux faces d'un même cristal (Rutile 10) .

La couche CdS 3769 Au a son axe normal à la surface.

La couche CdS 8769 Ag a son axe incliné.

Pour passer de la première à la seconde partie de l'enregistrement, le cristal a simplement été retourné face pour face. La couche 8769 engendre des modes transverses peu atténués ; la couche 3769 engendre des modes longitudinaux atténués plus rapidement. Les temps séparant deux échos "L" est moitié de celui séparant deux échos "T" car le mode longitudinal se propage à vitesse double de celle du mode transversal.



CdS 13669 B sur RUTILE 7

fig VII. 2.3.2

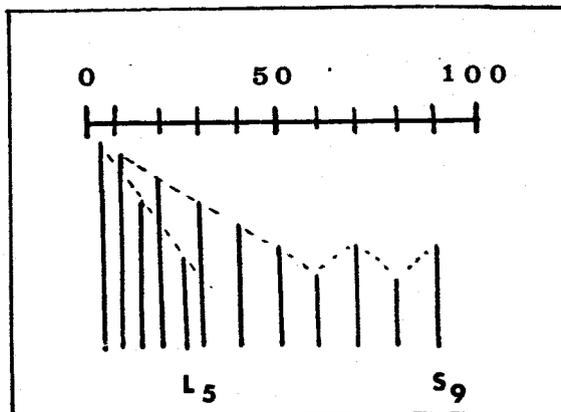
cavité 02 A 1300 MHz

champ normal . axe incliné.

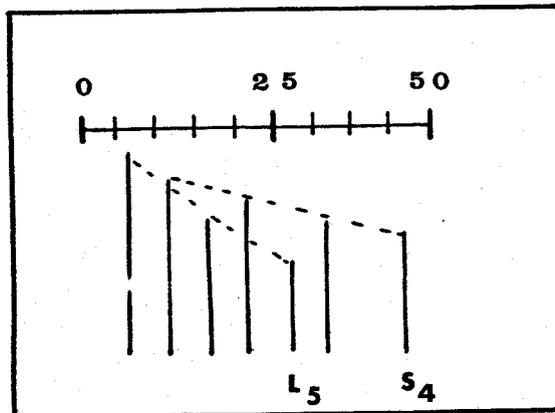
$l = 25\text{mm}$

Rutile 7

CdS 18669 B



Temps en microsecondes



Cds 8769 sur Ag

RUTILE 10

0,9 GHz

Mode T

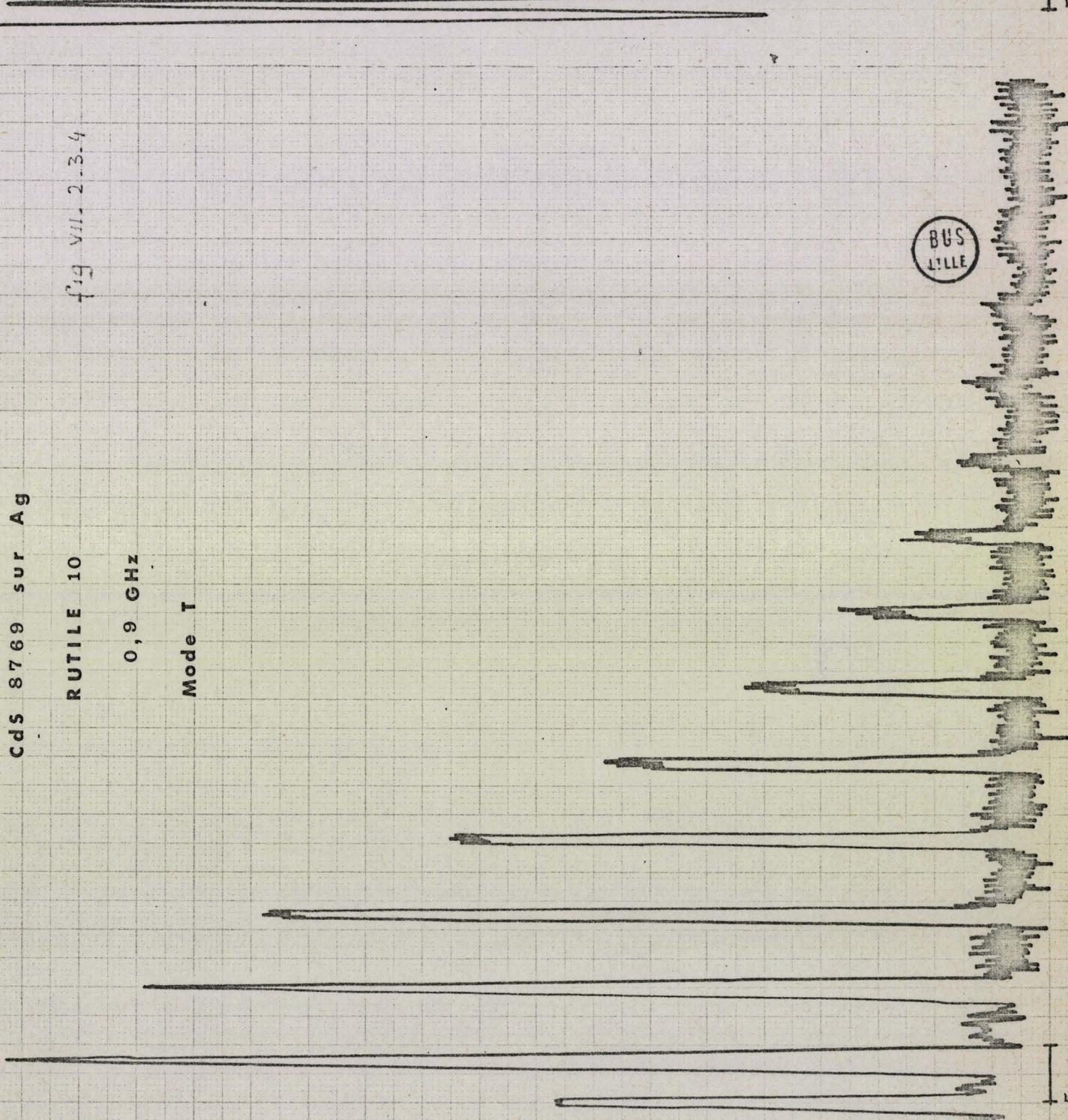
fig VII. 2.3.4

Cds 3769 sur Au

RUTILE 10

0,9 GHz

Mode L



VII.3. PERTES DE CONVERSION D'ENERGIE ELECTROMECHANIQUE.

Le montage électrique est celui de la méthode des échos (fig 3.1 - 1).

Un générateur délivre des trains d'ondes hyperfréquences dont la largeur est de l'ordre de la microseconde, la fréquence de répétition de l'ordre du kilohertz et la puissance disponible de l'ordre du Watt.

Le circulateur dirige les trains d'onde incidents vers la cavité; excitée électriquement, la couche piézoélectrique engendre dans le cristal des trains d'ondes mécaniques puis détecte leurs échos successifs après réflexions sur la face libre du cristal. Le circulateur envoie les signaux réfléchis venus de la cavité sur le récepteur superhétérodyne. Un oscilloscope visualise les échos après amplification et détection.

Des atténuateurs calibrés permettent de déterminer en décibels les différences $I - E_1$; $E_1 - E_2$; ... $E_n - E_{n+1}$ séparant les niveaux de l'impulsion initiale et des échos successifs.

E_0 niveau théorique des échos en l'absence d'atténuation se détermine par extrapolation (fig VII.3 - 1.2.) et les pertes de conversion, compte tenu de l'aller-retour (facteur 1/2), s'expriment par la relation :

$$10 \log \frac{P_0}{P_1} = 1/2 (I - E_0)$$

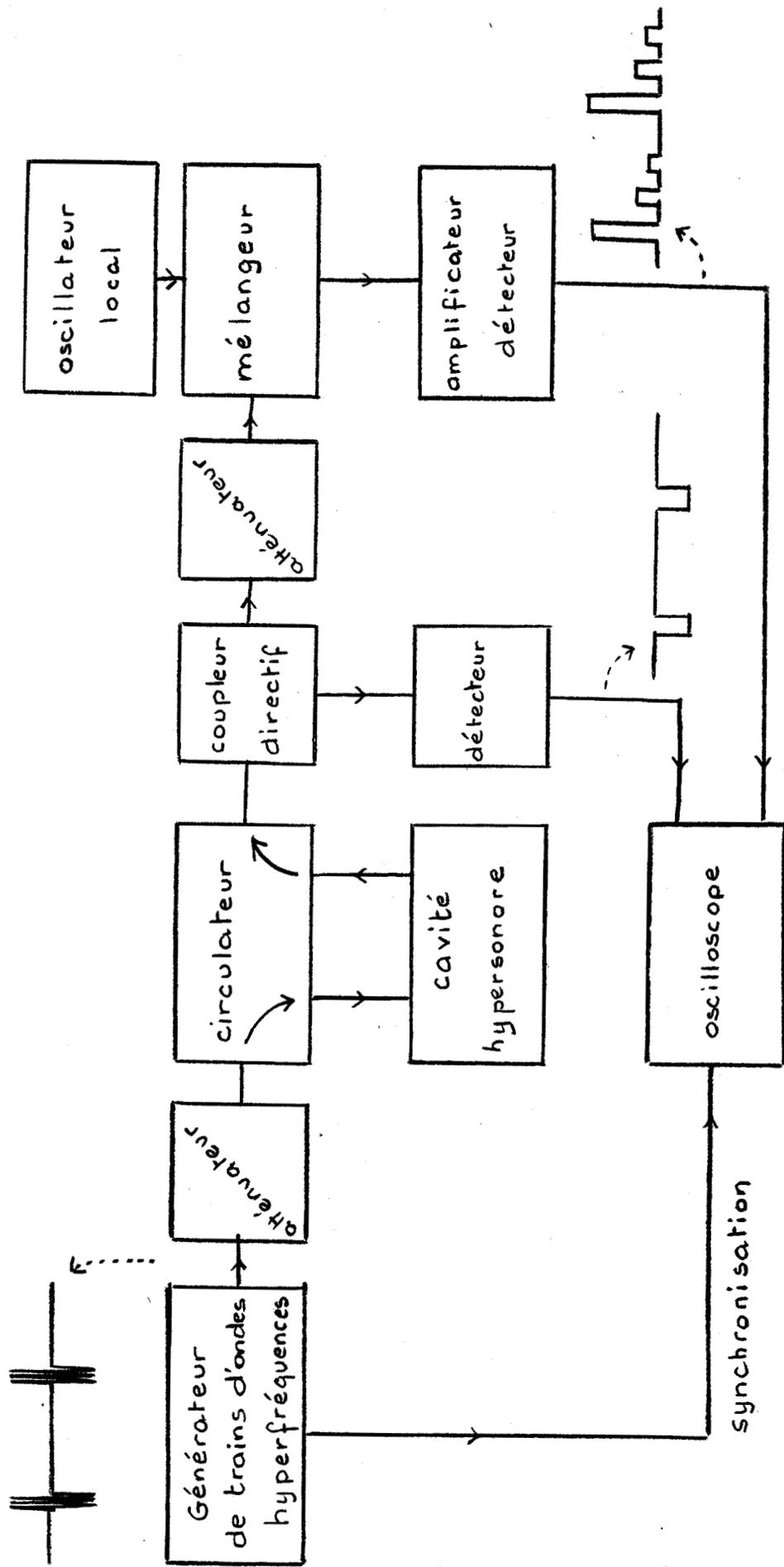
VII.3 - 1. Mesures en cavités réentrantes

VII.3 - 1.1. Couches à axe normal

Le film de CdS est déposé directement sur le cristal; la cavité réentrante y crée un champ perpendiculaire à la surface (fig VII.3 - 1.3.).

Le tableau suivant donne les principaux résultats pour ce type de couches.

Couche	cavité	fréquence	rendement	épaisseur
CdS 231068B sur Rutile 3	2 A	1,03 GP:	28 dB	
CdS 251068B sur Corindon 3	1 A	0,88	34	
CdS 111268 sur Corindon 2	2 A	0,95	26	
CdS 171268 sur Rutile 1	336	1,00	26	1,9 μ
CdS 12669 sur Corindon 15	1 ^a	0,915	33	1,2
CdS 13669A sur Rutile 5	1C	0,90	35	0,9
CdS 13669B sur Corindon 17	1B	1,08	23	1,1
CdS 17669 sur Rutile 5	Gr	0,94	28	1,3
CdS 18669A sur Corindon 16	1B	0,97	24	1,6
CdS 18669A sur Rutile 5	1B	1,00	33	1,6



BUS
LILLE

fig VII. 3. 1. 1.

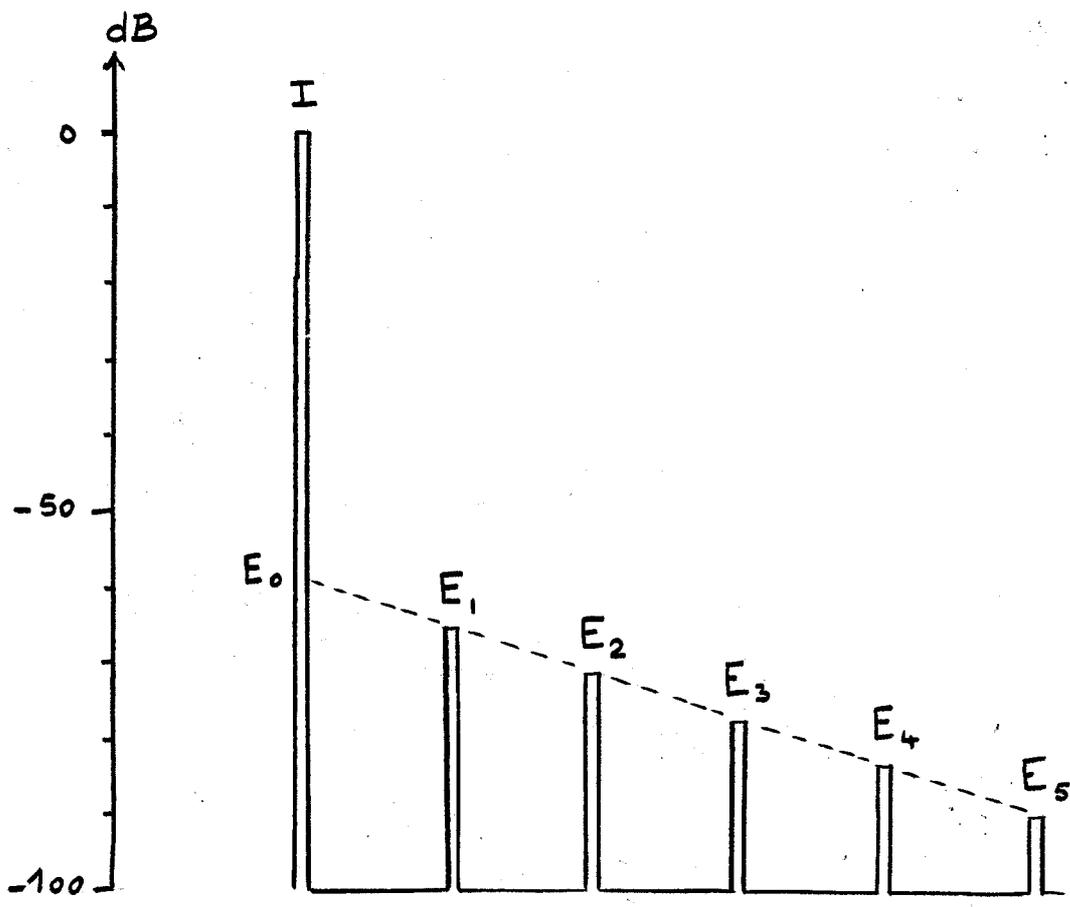


fig VII. 3. 1. 2.

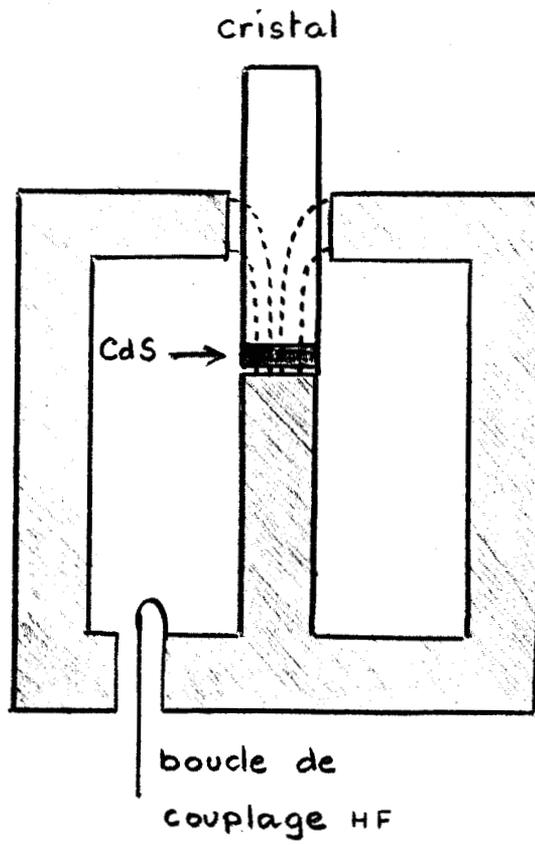
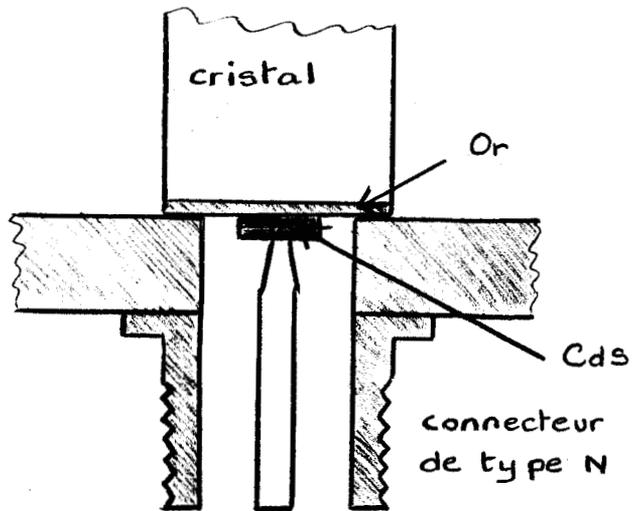


fig VII. 3.1.3. cavité réentrante

fig VII. 3.2.1 cellule coaxiale



Deux facteurs principaux influent sur le rendement :

- l'épaisseur de la couche.

Dans les cavités utilisées, dont la fréquence de résonance reste autour de 1 GHz, les épaisseurs favorables se situent entre 1 et 2 microns. En dessous et au dessus de ces valeurs, l'ensemble cavité plus couche a un rendement médiocre.

Par exemple :

Couche	épaisseur	rendement
CdS 13669A sur Rutile 6	0,55 micron	45 dB
CdS 13669A sur Corindon 16	0,67 "	40 dB à 0,88 GHz
CdS 4769 sur Corindon 19	4 "	43 dB à 1 GHz

- le traitement thermique.

Généralement, les couches ne vibrent pas avant traitement et donnent de bons résultats après.

Dans quelques cas où la couche vibrait dès avant traitement, l'amélioration a pu être mise en évidence. Par exemple :

CdS 13669B sur Corindon 17 cavité 1B
 épaisseur avant et après traitement : 1,1 micron
 rendement avant : 38 dB à 1,080 GHz
 après : 23 dB à 1,075 GHz

Le rôle de ce recuit est double : d'une part, il comble en soufre les vacances du cristal : un léger changement de couleur peut être observé sur les couches déposées sur Corindon transparent ; jaune orangé avant traitement (Cd_xS avec $x > 1$) jaune plus clair après (CdS).

D'autre part, il favorise la qualité de texture.

En modifiant la forme du central de la cavité pour le rendre conique, le champ électrique devient partiellement incliné et le mode transverse s'ajoute au mode longitudinal. Ainsi, selon la direction du champ \vec{E} , une même couche d'axe \vec{c} normal vibre sur un mode ou sur deux modes, par exemple, pour la couche CdS 171268 sur Rutile 1 :

la fig VII.2 - 1.2. correspond à une excitation par champ normal.

la fig VII.2 - 2.2. correspond à une excitation par champ incliné.

VII.3 - 1.2. Couches à axe incliné

Sur Corindon et pour de faibles inclinaisons de l'incidence de vapeur (inférieures à 10°) les deux systèmes longitudinal et transversal sont facilement mis en évidence. (fig VII.2 - 3.1.). Le mode longitudinal est prépondérant. Le chevauchement des échos proches de l'impulsion initiale indique le couplage. Pour des inclinaisons supérieures à 10° , seul fut observé le mode longitudinal, même pour différentes épaisseurs :

Couche	épaisseur	angle de vapeur	mode observé
CdS 18669B sur Corindon 3	2,3 microns	incidence de 25°	mode L seul
CdS 19660A sur Corindon 13	1,2 "	" 35°	"
CdS 19669B sur Corindon 15	1,3 "	" 15°	"

Ces Corindons étant de taille Z, l'énergie du mode transverse ne se propage pratiquement pas à cause de l'obliquité du rayon par rapport à la direction de propagation.

Le Rutile au contraire transmet des modes purs. Mais une difficulté apparaît : la vitesse de propagation longitudinale est presque double de la transversale. Les systèmes d'échos ont tendance à être confondus; toutefois, la distinction devient nette lorsque le mode transverse prédomine (fig VII.2 - 3.3.).

Lors de l'évaporation n° 18669B, le Corindon 3 et le Rutile 7 étaient dans le même support. Les deux couches avaient la même épaisseur 2,3 micron ; le Rutile a laissé apparaître les deux modes, longitudinal et transversal, le Corindon, un seul mode longitudinal.

Pour le Rutile 7, les pertes de conversion sont : (cavité Gr)

$$P_1 = 44 \text{ dB à } 1 \text{ GHz}$$

$$P_s = 42 \text{ dB à } 0,93 \text{ GHz}$$

Lorsque l'incidence de vapeur croît, l'inclinaison θ de l'axe \vec{c} sur la surface croît aussi. Quand θ tend vers 40° , la prédominance du mode T sur le mode L s'accroît. Mais la préparation de telles couches devient plus difficile.

Pour une incidence de vapeur de 35° , la couche obtenue CdS 8769 sur Rutile 13 (épaisseur 2 microns) engendre le seul mode transverse ; les pertes de conversion sont : (cavité 1A)

$$P_s = 40 \text{ dB à } 2,4 \text{ GHz}$$

VII.3 - 2. Mesures en cellules coaxiales

VII.3 - 2.1. Couches à axe normal.

Le film de CdS est déposé sur le cristal par l'intermédiaire d'une électrode métallique, préalablement évaporée sous vide. L'épaisseur de l'électrode est inférieure à 0,1 micron et le métal est choisi conducteur : Or, Aluminium, Cuivre, Argent. (fig VII.3 - 2.1.).

Cette fois, l'ensemble couche plus cellule est à large bande et vibre même sans accorder. Une courbe des pertes de conversion en fonction de la fréquence peut être tracée, permettant de caractériser la couche elle-même.

Les principaux résultats sont rassemblés dans le tableau suivant :

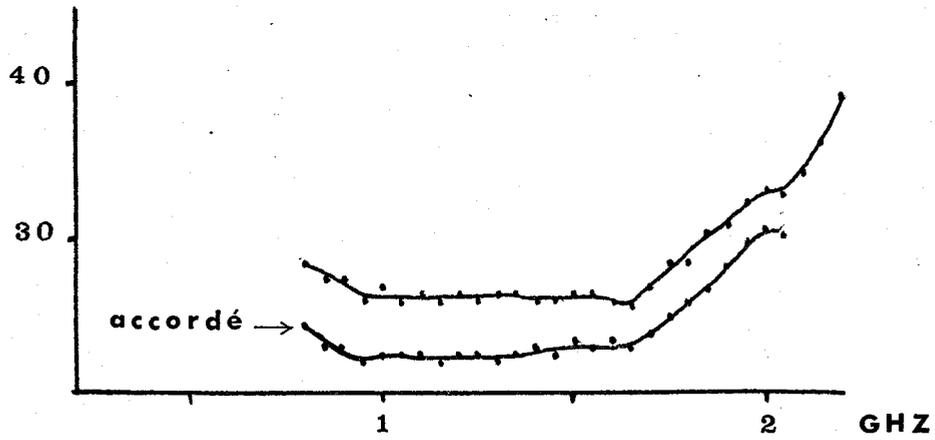
Couche	épaisseur	Fréquence de résonance	Pertes de c. sans accord	Pertes de C. avec accord
CdS 13669 sur Au et Corindon 6		1,575 GHz	25dB à 1,15 GHz	18dB à 1,15 GHz
CdS 14269 sur Al et Rutile 3		1,375 GHz	-	32 dB à 1,1 GHz
CdS 7369 sur Cu et Rutile 3		1,05 GHz	-	26dB à 0,6 GHz
CdS 25669A sur Au et Rutile 5	1,8 μ	1,3 GHz	25dB à 1,65 GHz	21dB à 1,65 GHz
CdS 25669B sur Au et Rutile 6	2,0 μ	1,3 GHz	23dB à 1,55 GHz	19dB à 1,55 GHz
CdS 27669 sur Au et Corindon 17	2,3 μ	1,225 GHz	25dB à 1,65 GHz	22dB à 0,95 GHz

La figure VII.3 - 2.2. représente les courbes de variation des pertes de conversion avec la fréquence pour les couches :

CdS 25669 sur Or et Rutile 5

CdS 27669 sur Or et Corindon 17.

dB CdS 27669A sur Au et Corindon 17



dB

CdS 25669 sur Au et Rutile 5

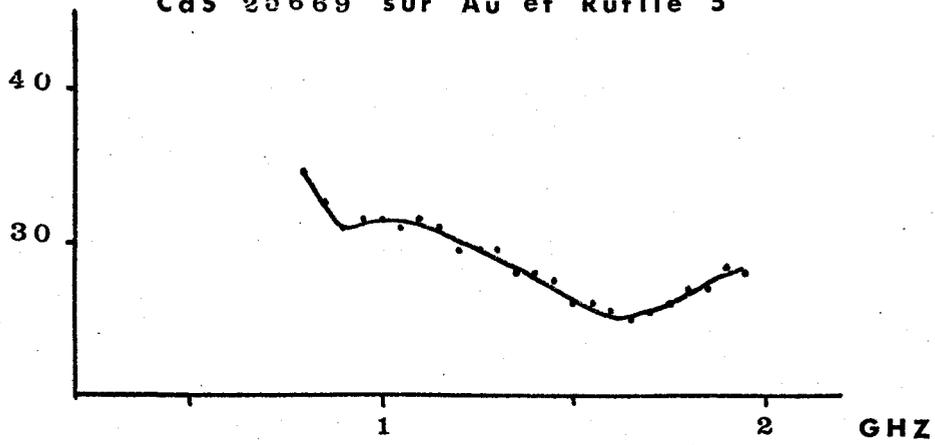


fig VII. 3.2.2

Les pertes de conversion deviennent inférieures lorsque la cellule coaxiale est accordée au moyen de "stubs".

VII.3 - 2.2. Couches à axe incliné

Elles s'obtiennent donc en inclinant la surface du substrat par rapport aux rayons moléculaires incidents lors de l'évaporation. L'angle indiqué ici est l'angle d'incidence des rayons de vapeur, et non l'angle d'inclinaison de l'axe de texture sur la surface de la couche, lequel est généralement plus petit et varie selon l'épaisseur du dépôt et la nature de la sous-couche (FOSTER 67). L'Or a tendance à orienter l'axe de texture perpendiculairement à la surface, quelle que soit l'incidence de vapeur. De fait, nos essais d'obtention d'axe incliné avec des sous-couches d'Or ont été infructueux : les couches étaient excellentes mais n'engendraient que le mode longitudinal. NAGAO 66 préconise l'Aluminium pour les couches à axe incliné. Nos essais n'ont pas été concluants car les couches étaient si peu adhérentes qu'elles se détachaient au contact de la cellule coaxiale.

FOSTER 67 signale que l'Argent donne de bons résultats mais que le recuit est susceptible de désorienter la texture. CURTIS 69 opérant ce recuit à température plus basse (350-400°) en atmosphère neutre (azote) évite pratiquement cet inconvénient.

Effectivement, l'argent donna des résultats dès les premiers essais. Le traitement thermique s'avère délicat : 2 minutes à 400° suffisent pour faire vibrer une couche qui, avant recuit, ne donnait aucun écho.

Le tableau suivant donne quelques résultats de mesure :

Couche	Epaisseur	mode L	mode S
CdS 8769 sur Ag et Rutile 10	2,0 μ	28dB à 1,55 GHz	34dB à 0,65 GHz
CdS 10769 sur Ag et Rutile 11	1,65 μ	32dB à 2GHz	36dB à 0,85 GHz

La figure VII.3 - 2.3. représente les courbes de variation de pertes de conversion en fonction de la fréquence pour la couche : CdS 8769 sur Ag et Rutile 10.

Un choix judicieux du domaine de fréquence permet de n'obtenir que l'un ou l'autre mode.

CdS 8769A sur Ag et Rutile 10

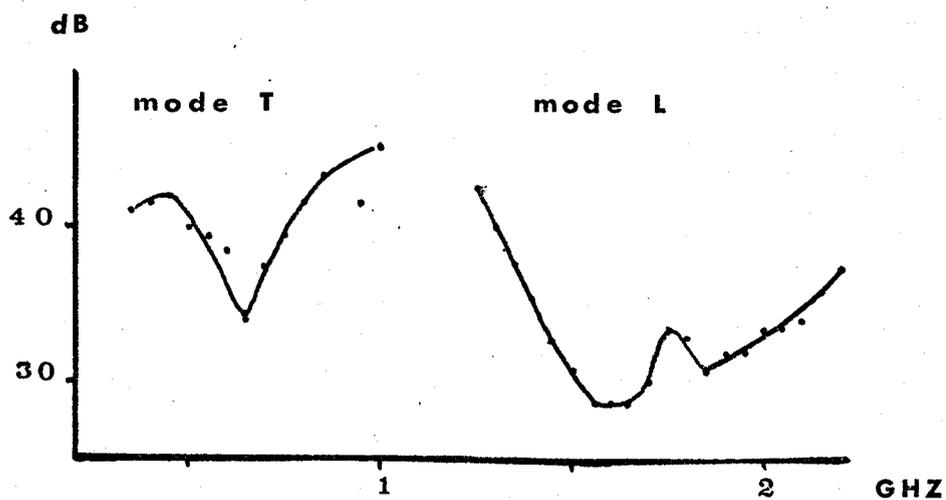


fig VII. 3. 2. 3

CONCLUSION

Une méthode de fabrication de couches de Sulfure de Cadmium utilisée par BALKANSKI 66 pour des couches photoconductives a été développée pour des couches minces piézoélectriques et a donné de bons résultats.

Elle présente trois avantages :

- sa simplicité de mise en oeuvre :

évaporation du composé pur, suivie de recuit dans la poudre du même composé, à pression atmosphérique.

Les méthodes de coévaporation utilisant simultanément plusieurs creusets ou de dopage en tube scellé, seraient de mise en oeuvre plus complexe.

- sa propreté :

Elle ne pollue pas le bâti à vide lui-même, mais seulement ses huiles ; après un nettoyage conventionnel, il peut être réutilisé pour d'autres travaux, tels des métallisations destinées aux applications en supraconductivité, qui exigent un haut degré de pureté.

Dans les méthodes de coévaporation, la nocivité du Soufre pur entraînerait des pollutions irrémédiables.

- sa validité s'étendant à tous les types de couches :

Les quatre types de couches piézoélectriques de Sulfure de Cadmium ont pu en effet être réalisées :

couches à axe normal, avec ou sans sous-couche ;

couches à axe incliné, avec ou sans sous-couche.

La méthode de coévaporation en phase vapeur (de type DE KLECK) ne permettrait que la réalisation de couches à axe normal.

Pour améliorer la reproductivité de fabrication, il serait nécessaire de pouvoir contrôler en cours d'évaporation la croissance d'épaisseur de la couche elle-même.

Actuellement, notre contrôleur à quartz reçoit, un dépôt différent de celui des cristaux, et il ne peut, par construction, être porté à la température nécessaire (+ 200°) au dépôt stoechiométrique de CdS.

Un dispositif optique tel l'interféromètre à deux ondes permettrait le contrôle de croissance de la couche en cours de formation, et donc d'en prédéterminer l'épaisseur.

Une interprétation a été proposée, basée sur l'hypothèse de texture polycristalline des couches. L'étude expérimentale de structure aux rayons X et des modes de vibration engendrés en méthode des échos en a confirmé les résultats. Dans le cas de couches de structure Wurtzite 6mm, cette théorie montre que l'effet piézoélectrique de couches polycristallines à axe de texture normal ou incliné, est identique à celui de couches monocristallines. Mais il serait intéressant d'étudier des matériaux de symétrie inférieure, pour lesquels la théorie prévoit une différence entre couche texturée et monocristal (par exemple LiNbO_3 de structure 3mm). Dans ce but, l'actuel bâti est équipable en méthode de pulvérisation radiofréquence préconisée pour leur préparation.

L'établissement des équivalences quadrupolaires électriques a permis de caractériser les couches à électrodes. L'étude des polycouches adaptatrices d'impédance pourrait constituer une autre application de ces circuits équivalents.

Les couches réalisées sont utilisables pour la fabrication de lignes à retard à large bande hyperfréquence, pour l'étude des milieux cristallins non piézoélectriques (mesure des vitesses de propagation des modes longitudinal et transverse, de l'atténuation correspondante ; étude des effets non linéaires ...) et pour la réalisation d'amplificateurs hypersonores. Ce travail a contribué à leur développement dans le cadre de notre laboratoire d'hypersons.

I. CALCUL DES CONSTANTES DANS LE CAS DE PHASE HEXAGONALE 6mm
EN TEXTURE (001) NORMALE A LA SURFACE.

I.1 Constantes élastiques

$$c'_{ghij} = a_{gk} a_{hl} a_{im} c_{klmn}$$

Les a_{gk} sont les cosinus directeurs d'une rotation autour de X_3 .

$$a_{11} = a_{22} = \cos \gamma \quad -a_{12} = a_{21} = \sin \gamma \quad a_{33} = 1$$

$$a_{i3} = a_{3i} = 0 \text{ si } i \neq 3$$

Les c_{klmn} sont les coefficients de la matrice 6mm (fig IV.1.1.1)

$$c_{11} = c_{1111} = c_{2222} \quad c_{12} = c_{1122} = c_{2211}$$

$$c_{13} = c_{1133} = c_{3311} = c_{2233} = c_{3322}$$

$$c_{33} = c_{3333}$$

$$c_{44} = c_{2323} = c_{3232} = c_{2332} = c_{3223} = c_{1313} = c_{3131} = c_{1331} = c_{3113}$$

$$c_{66} = 1/2 (c_{11} - c_{12}) = c_{1212} = c_{2121} = c_{1221} = c_{2112}$$

Vu que $a_{i3} = 0 = a_{3i}$ si $i \neq 3$, il est prévisible que les c'_{ghij} comportant un nombre impair d'indices "3" sont nuls; tels sont:

$$c'_{14} = c'_{1123} = 0 \quad c'_{24} = c'_{2223} = 0 \quad c'_{25} = c'_{2213} = 0$$

$$c'_{34} = c'_{3323} = 0 \quad c'_{35} = c'_{3313} = 0$$

$$c'_{46} = c'_{2312} = 0 \quad c'_{56} = c'_{1312} = 0$$

La symétrie de la matrice ($c_{pq} = c_{qp}$) permet de réduire les calculs à la moitié des coefficients.

$$c'_{11} = c'_{1111} = (a_{11}^4 + a_{12}^4) c_{11} + 2 a_{11}^2 a_{12}^2 c_{12} + 4 a_{11}^2 a_{12}^2 \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = (\cos^4 \gamma + \sin^4 \gamma + 2 \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma) c_{11} = c_{11}$$

$$c'_{12} = (a_{11}^2 a_{21}^2 + a_{12}^2 a_{22}^2) c_{11} + (a_{11}^2 a_{22}^2 + a_{12}^2 a_{21}^2) c_{12} + \dots$$

$$\dots + 4 a_{11} a_{12} a_{21} a_{22} \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) = \dots$$

$$\dots = (a_{11} a_{21} + a_{12} a_{22})^2 c_{11} + (a_{11} a_{22} - a_{12} a_{21})^2 c_{12} =$$

$$\dots = (\cos \gamma \sin \gamma - \cos \gamma \sin \gamma)^2 c_{11} + (\cos^2 \gamma + \sin^2 \gamma) c_{12} = c_{12}$$

$$c'_{13} = c'_{1133} = (a_{11}^2 a_{33}^2 + a_{12}^2 a_{33}^2) c_{13} = (\cos^2 \gamma + \sin^2 \gamma) c_{13} = c_{13}$$

$$c'_{16} = c'_{1112} = (a_{11}^3 a_{21} + a_{12}^3 a_{22}) c_{11} + (a_{11}^2 a_{21} a_{22} + a_{12}^2 a_{11} a_{21}) c_{12} + \dots$$

$$\dots + 2(a_{11}^2 a_{12} a_{22} + a_{11} a_{12}^2 a_{21}) \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = (\cos^3 \gamma \sin \gamma - \cos \gamma \sin^3 \gamma - \cos^3 \gamma \sin \gamma + \cos \gamma \sin^3 \gamma) c_{11} = 0$$

$$c'_{22} = c'_{2222} = (a_{21}^4 + a_{22}^4) c_{11} + 2 a_{21}^2 a_{22}^2 c_{12} + 4 a_{21}^2 a_{22}^2 \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = (\sin^4 \gamma + \cos^4 \gamma + 2 \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma) c_{11} = c_{11}$$

$$c'_{23} = c'_{2233} = (a_{12}^2 a_{33}^2 + a_{22}^2 a_{33}^2) c_{13} = (\cos^2 \gamma + \sin^2 \gamma) c_{13} = c_{13}$$

$$c'_{26} = c'_{2212} = (a_{21}^3 a_{11} + a_{22}^3 a_{12}) c_{11} + (a_{21}^2 a_{12} a_{22} + a_{22}^2 a_{11} a_{21}) c_{12} + \dots$$

$$\dots + 2(a_{21} a_{22}^2 a_{11} + a_{22} a_{21}^2 a_{12}) \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) = \dots$$

$$\dots = (\cos \gamma \sin^3 \gamma - \cos^3 \gamma \sin \gamma + \cos^3 \gamma \sin \gamma - \cos \gamma \sin^3 \gamma) (c_{11} - c_{12}) = 0$$

$$c'_{36} = c'_{3312} = (a_{33}^2 a_{11} a_{21} + a_{33}^2 a_{12} a_{22}) c_{13} =$$

$$\dots = (\cos \gamma \sin \gamma - \cos \gamma \sin \gamma) c_{13} = 0$$

$$c'_{44} = c'_{2323} = (a_{33}^2 a_{22}^2 + a_{33}^2 a_{21}^2) c_{44} = (\cos^2 \gamma + \sin^2 \gamma) c_{44} = c_{44}$$

$$c'_{45} = c'_{2313} = (a_{22} a_{33}^2 a_{12} + a_{21} a_{33}^2 a_{11}) c_{44} = 0$$

$$c'_{66} = c'_{1212} = (a_{11}^2 a_{21}^2 + a_{12}^2 a_{22}^2) c_{11} + 2 a_{11} a_{21} a_{12} a_{22} c_{12} + \dots$$

$$\dots + (a_{11}^2 a_{22}^2 + a_{12}^2 a_{21}^2 + 2 a_{11} a_{22} a_{12} a_{21}) 1/2 (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = (2 \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma + 1/2 \cos^4 \gamma + 1/2 \sin^4 \gamma - \sin^2 \gamma \cos^2 \gamma) c_{11} + \dots$$

$$\dots + (-2 \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma - 1/2 \cos^4 \gamma - 1/2 \sin^4 \gamma + \cos^2 \gamma \sin^2 \gamma) c_{12} =$$

$$\dots = 1/2 (c_{11} - c_{12}) = c_{66}$$

I.2 Constantes piézoélectriques.

$$e'_{ijk} = a_{il} a_{jm} a_{kn} e_{lmn}$$

Les coefficients e_{lmn} sont ceux de la matrice 6mm (fig IV.1.1.2)

$$e'_{15} = e'_{113} = e'_{223} = e'_{131} = e'_{232}$$

$$e'_{31} = e'_{311} = e'_{322} \qquad e'_{33} = e'_{333}$$

a_{i1} comme au § I.1 ci-avant

Les coefficients e'_{ijk} comportant un nombre pair d'indices "3" ou aucun indice "3" sont nuls; tels sont:

$$e'_{11} = e'_{111} = 0 \quad e'_{12} = e'_{122} = 0 \quad e'_{13} = e'_{133} = 0 \quad e'_{16} = e'_{112} = 0$$

$$e'_{21} = e'_{211} = 0 \quad e'_{22} = e'_{222} = 0 \quad e'_{23} = e'_{233} = 0 \quad e'_{26} = e'_{212} = 0$$

$$e'_{34} = e'_{323} = 0 \quad e'_{35} = e'_{313} = 0$$

Ici, la matrice n'est pas symétrique, et tous les autres coefficients sont à calculer.

$$e'_{14} = e'_{123} = (a_{11}a_{21}a_{33} + a_{12}a_{22}a_{33})e_{15} = (\cos\gamma \sin\gamma - \cos\gamma \sin\gamma)e_{15} = 0$$

$$e'_{15} = e'_{113} = (a_{11}^2 a_{33} + a_{12}^2 a_{33})e_{15} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma)e_{15} = e_{15}$$

$$e'_{24} = e'_{223} = (a_{12}^2 a_{33} + a_{22}^2 a_{33})e_{15} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma)e_{15} = e_{15}$$

$$e'_{25} = e'_{213} = (a_{21}a_{11}a_{33} + a_{22}a_{12}a_{33})e_{15} = 0$$

$$e'_{31} = e'_{311} = (a_{33}a_{11}^2 + a_{33}a_{12}^2)e_{31} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma)e_{31} = e_{31}$$

$$e'_{32} = e'_{322} = (a_{33}a_{21}^2 + a_{33}a_{22}^2)e_{31} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma)e_{31} = e_{31}$$

$$e'_{36} = e'_{312} = (a_{33}a_{11}a_{21} + a_{33}a_{12}a_{22})e_{31} = 0$$

I.3 Constantes diélectriques.

$$\epsilon_{kl} = a_{km} a_{ln} \epsilon_{mn}$$

$\epsilon_{11} = \epsilon_{22}$ et ϵ_{33} sont seuls différents de zéro.

Les a_{km} sont comme au § I.1 ci-avant.

$$\epsilon'_{13} = \epsilon'_{23} = 0$$

$$\epsilon'_{11} = (a_{11}^2 + a_{12}^2) \epsilon_{11} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma) \epsilon_{11} = \epsilon_{11}$$

$$\epsilon'_{22} = (a_{21}^2 + a_{22}^2) \epsilon_{11} = (\cos^2\gamma + \sin^2\gamma) \epsilon_{11} = \epsilon_{11}$$

$$\epsilon'_{33} = a_{33}^2 \epsilon_{33} = \epsilon_{33}$$

II. CALCUL DES CONSTANTES DANS LE CAS DE PHASE HEXAGONALE 6mm EN TEXTURE (001) INCLINÉE SUR LA SURFACE.

$$c'_{ghij} = a_{gk} a_{hl} a_{im} a_{jn} c_{klmn}$$

Les a_{gk} sont les cosinus directeurs d'une rotation autour de X'_2 :

$$a_{11} = a_{33} = \cos \beta \quad a_{13} = -a_{31} = \sin \beta \quad a_{22} = 1$$

$$a_{2i} = a_{i2} = 0 \quad \text{si } i \neq 2$$

Les c_{klmn} sont comme au § I.1 ci-avant.

Vu que $a_{2i} = 0 = a_{i2}$ si $i \neq 2$, il est prévisible que les c'_{ghij} comportant un nombre impair d'indices "2" sont nuls; tels sont:

$$c'_{14} = c'_{1123} = 0 \quad c'_{16} = c'_{1112} = 0$$

$$c'_{24} = c'_{2223} = 0 \quad c'_{26} = c'_{2212} = 0$$

$$c'_{34} = c'_{3323} = 0 \quad c'_{36} = c'_{3312} = 0$$

$$c'_{45} = c'_{2313} = 0 \quad c'_{56} = c'_{1312} = 0$$

pour les autres coefficients:

$$\begin{aligned} c'_{11} = c'_{1111} &= a_{14}^4 c_{11} + 2 a_{11}^2 a_{13}^2 c_{13} + a_{13}^4 c_{33} + 4 a_{11}^2 a_{13}^2 c_{44} = \\ \dots &= \cos^4 \beta c_{11} + \cos^2 \beta \sin^2 \beta (2 c_{13} + 4 c_{44}) + \sin^4 \beta c_{33} \end{aligned}$$

$$c'_{12} = c'_{1122} = a_{11}^2 a_{22}^2 c_{12} + a_{13}^2 a_{22}^2 c_{13} = \cos^2 \beta c_{12} + \sin^2 \beta c_{13}$$

$$c'_{13} = c'_{1133} = a_{11}^2 a_{31}^2 c_{11} + (a_{11}^2 a_{33}^2 + a_{13}^2 a_{31}^2) c_{13} + \dots$$

$$\dots + a_{13}^2 a_{33}^2 c_{33} + 4 a_{11} a_{13} a_{31} a_{33} c_{44} =$$

$$\dots = \cos^2 \beta \sin^2 \beta c_{11} + (\cos^4 \beta + \sin^4 \beta) c_{13} + \sin^2 \beta \cos^2 \beta c_{33} + 4 \cos^2 \beta \sin^2 \beta c_{44} =$$

$$\dots = \cos^2 \beta \sin^2 \beta (c_{11} + c_{33} + 4 c_{44}) + (\cos^4 \beta + \sin^4 \beta) c_{13}$$

$$c'_{15} = c'_{1113} = a_{11}^3 a_{31} c_{11} + (a_{11}^2 a_{13} a_{33} + a_{13} a_{11} a_{31}) c_{13} + \dots$$

$$\dots + a_{13}^3 a_{33} c_{33} + (2 a_{11}^2 a_{13} a_{33} + 2 a_{11} a_{13}^2 a_{31}) c_{44} =$$

$$c'_{15} = -\cos^3\beta \sin\beta c_{11} + (\cos^3\beta \sin\beta - \cos\beta \sin^3\beta) c_{13} + \dots$$

$$\dots + \cos\beta \sin^3\beta c_{33} + (\cos^3\beta \sin\beta - \cos\beta \sin^3\beta) 2 c_{44}$$

$$c'_{22} = c'_{2222} = a_{22}^4 c_{2222} = c_{22}$$

$$c'_{23} = c'_{2233} = a_{22}^2 a_{31}^2 c_{12} + a_{22}^2 a_{33}^2 c_{13} = \sin^2\beta c_{12} + \cos^2\beta c_{13}$$

$$c'_{25} = c'_{2213} = a_{22}^2 a_{11} a_{31} c_{12} + a_{22}^2 a_{13} a_{33} c_{13} =$$

$$\dots = -\cos\beta \sin\beta c_{12} + \cos\beta \sin\beta c_{13}$$

$$c'_{33} = c'_{3333} = a_{31}^4 c_{11} + 2 a_{31}^2 a_{33}^2 c_{13} + a_{33}^4 c_{33} + 4 a_{31}^2 a_{33}^2 c_{44} =$$

$$\dots = \sin^4\beta c_{11} + 2 \cos^2\beta \sin^2\beta c_{13} + \cos^4\beta c_{33} + 4 \cos^2\beta \sin^2\beta c_{44}$$

$$c'_{35} = c'_{3313} = a_{33}^3 a_{11} c_{11} + (a_{31}^2 a_{13} a_{33} + a_{33}^2 a_{11} a_{31}) c_{13} + \dots$$

$$\dots + 2 (a_{31} a_{33}^2 a_{11} + a_{33} a_{31}^2 a_{13}) c_{44} + a_{33}^3 a_{13} c_{33} =$$

$$\dots = -\sin^3\beta \cos\beta c_{11} + (\cos\beta \sin^3\beta - \cos^3\beta \sin\beta) c_{13} + \dots$$

$$\dots + 2 (\cos\beta \sin^3\beta - \cos^3\beta \sin\beta) c_{44} + \cos^3\beta \sin\beta c_{33}$$

$$c'_{44} = c'_{2323} = a_{22}^2 a_{33}^2 c_{44} + a_{22}^2 a_{31}^2 \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = \cos^2\beta c_{44} + \sin^2\beta \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12})$$

$$c'_{46} = c'_{2312} = a_{22}^2 a_{33} a_{13} c_{44} + a_{22}^2 a_{31} a_{11} \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = \cos\beta \sin\beta c_{44} - \cos\beta \sin\beta \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12})$$

$$c'_{55} = c'_{1313} = a_{11}^2 a_{31}^2 c_{11} + 2 a_{11} a_{31} a_{13} a_{33} c_{13} + a_{13}^2 a_{33}^2 c_{33} +$$

$$\dots + (a_{11}^2 a_{33}^2 + a_{13}^2 a_{31}^2 + 2 a_{11} a_{33} a_{13} a_{31}) c_{44} =$$

$$\dots = \cos^2\beta \sin^2\beta (c_{11} - 2 c_{13} + c_{33}) + (\cos^2\beta - \sin^2\beta)^2 c_{44}$$

$$c'_{66} = c'_{1212} = a_{13}^2 a_{22}^2 c_{44} + a_{11}^2 a_{22}^2 \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12}) =$$

$$\dots = \sin^2 \beta c_{44} + \cos^2 \beta \cdot 1/2 (c_{11} - c_{12})$$

II.2 Constantes piézoélectriques

$$e'_{ijk} = a_{il} a_{jm} a_{kn} e_{lmn}$$

a_{il} comme au § II.1 et e_{lmn} comme au § I,2

Les coefficients e'_{ijk} comportant un nombre impair d'indices "2" sont nuls; tels sont:

$$e'_{14} = e'_{123} = 0 \qquad e'_{16} = e'_{112} = 0$$

$$e'_{21} = e'_{211} = 0 \quad e'_{22} = e'_{222} = 0 \quad e'_{23} = e'_{233} = 0 \quad e'_{25} = e'_{213} = 0$$

$$e'_{34} = e'_{323} = 0 \qquad e'_{36} = e'_{312} = 0$$

Pour les autres coefficients:

$$e'_{11} = e'_{111} = 2 a_{13}^2 a_{11}^2 e_{15} + a_{13}^2 a_{11}^2 e_{31} + a_{13}^3 e_{33} =$$

$$\dots = \cos^2 \beta \sin \beta (2 e_{15} + e_{31}) + \sin^3 \beta e_{33}$$

$$e'_{12} = e'_{122} = a_{13}^2 a_{22}^2 e_{31} = \sin \beta e_{31}$$

$$e'_{13} = e'_{133} = 2 a_{11} a_{31} a_{33} e_{15} + a_{13}^2 a_{31}^2 e_{31} + a_{13}^2 a_{33}^2 e_{33} =$$

$$\dots = -2 \cos^2 \beta \sin \beta e_{15} + \sin^3 \beta e_{31} + \cos^2 \beta \sin \beta e_{33}$$

$$e'_{15} = e'_{113} = (a_{11}^2 a_{33} + a_{11} a_{13} a_{31}) e_{15} + a_{13} a_{11} a_{31} e_{31} + a_{13}^2 a_{33} e_{33} =$$

$$\dots = (\cos^3 \beta - \cos \beta \sin^2 \beta) e_{15} - \cos \beta \sin^2 \beta e_{31} + \cos \beta \sin^2 \beta e_{33}$$

$$e'_{24} = e'_{223} = a_{22}^2 a_{33} e_{15} = \cos \beta e_{15}$$

$$\epsilon'_{26} = \epsilon'_{212} = a_{22}^2 a_{13} \epsilon_{15} = \sin \beta \epsilon_{15}$$

$$\epsilon'_{31} = \epsilon'_{311} = 2 a_{31} a_{11} a_{13} \epsilon_{15} + a_{33} a_{11}^2 \epsilon_{31} + a_{33} a_{13}^2 \epsilon_{33} =$$

$$\dots = -2 \cos \beta \sin^2 \beta \epsilon_{15} + \cos^3 \beta \epsilon_{31} + \cos \beta \sin^2 \beta \epsilon_{33}$$

$$\epsilon'_{32} = \epsilon'_{322} = a_{33} a_{22}^2 \epsilon_{31} = \cos \beta \epsilon_{31}$$

$$\epsilon'_{33} = \epsilon'_{333} = 2 a_{31}^2 a_{33} \epsilon_{15} + a_{33} a_{31}^2 \epsilon_{31} + a_{33}^3 \epsilon_{33} =$$

$$\dots = 2 \cos \beta \sin^2 \beta \epsilon_{15} + \cos \beta \sin^2 \beta \epsilon_{31} + \cos^3 \beta \epsilon_{33}$$

$$\epsilon'_{35} = \epsilon'_{313} = (a_{31} a_{11} a_{33} + a_{31}^2 a_{13}) \epsilon_{15} + a_{33} a_{11} a_{31} \epsilon_{31} + a_{33}^2 a_{13} \epsilon_{33} =$$

$$\dots = (-\cos^2 \beta \sin \beta + \sin^3 \beta) \epsilon_{15} - \cos^2 \beta \sin \beta \epsilon_{31} + \cos^2 \beta \sin \beta \epsilon_{33}$$

II.3 Constantes diélectriques

$$\epsilon'_{kl} = a_{km} a_{ln} \epsilon_{mn}$$

Les a_{km} comme au § II.1 et les ϵ_{mn} comme au § I.3

Les coefficients ϵ'_{kl} comportant un nombre impair d'indices "2" sont nuls; tels sont:

$$\epsilon'_{12} = 0 \quad \text{et} \quad \epsilon'_{23} = 0$$

pour les autres coefficients:

$$\epsilon'_{11} = a_{11}^2 \epsilon_{11} + a_{13}^2 \epsilon_{33} = \cos^2 \beta \epsilon_{11} + \sin^2 \beta \epsilon_{33}$$

$$\epsilon'_{13} = a_{11} a_{31} \epsilon_{11} + a_{13} a_{33} \epsilon_{33} = \cos \beta \sin \beta (-\epsilon_{11} + \epsilon_{33})$$

$$\epsilon'_{22} = a_{22}^2 \epsilon_{11} = \epsilon_{11}$$

$$\epsilon'_{33} = a_{31}^2 \epsilon_{11} + a_{33}^2 \epsilon_{33} = \sin^2 \beta \epsilon_{11} + \cos^2 \beta \epsilon_{33}$$

III. CALCUL DES CONSTANTES DANS LE CAS DE PHASE CUBIQUE $\bar{4} 3 m$
EN TEXTURE (111) NORMALE A LA SURFACE.

III.1 Constantes électriques

$$c'_{ghij} = a_{gk} a_{hl} a_{im} a_{jn} c_{klmn}$$

Les a_{gk} sont ceux du § I.1

Les coefficients c_{klmn} sont ceux de la figure IV.3.1.1 :

$$c_{11} = c_{1111} = c_{2222} \qquad c_{12} = c_{1122} = c_{2211}$$

$$c_{13} = c_{1133} = c_{3311} = c_{2233} = c_{3322}$$

$$c_{14} = c_{1213} = c_{2113} = c_{1231} = c_{2131} = c_{1312} = c_{1321} = c_{3112} = c_{3121} =$$

$$\dots = c_{1123} = c_{1132} = -c_{2223} = -c_{2232} = c_{2311} = c_{3211} = -c_{2322} = -c_{3222}$$

$$c_{33} = c_{3333}$$

$$c_{44} = c_{2323} = c_{3232} = c_{2332} = c_{3223} = c_{1313} = c_{3131} = c_{1331} = c_{3113}$$

$$c_{66} = 1/2 (c_{11} - c_{12}) = c_{1212} = c_{2121} = c_{1221} = c_{2112}$$

Les coefficients de cette matrice ne diffèrent de ceux de la matrice 6mm (§ IV.1.1.1) que par $c_{14} \neq 0$.

A c_{14} correspondent les c_{klmn} qui ne contiennent qu'une fois l'indice "3" ; vu que $a_{i3} = 0 = a_{3i}$ si $i \neq 3$, seuls font intervenir c_{14} les c'_{ghij} qui ne contiennent eux aussi qu'une fois l'indice "3".

tels sont:

$$c'_{14} = c'_{1123} = (a_{11}^2 a_{22} a_{33} - a_{12}^2 a_{22} a_{33} + 2 a_{11} a_{12} a_{21} a_{33}) c_{14} =$$

$$\dots = (\cos^3 \gamma - 3 \cos \gamma \sin^2 \gamma) c_{14}$$

$$c'_{15} = c'_{1113} = (a_{11}^2 a_{12} a_{33} - a_{12}^3 a_{33} + 2 a_{11} a_{12}^2 a_{33}) c_{14} =$$

$$\dots = (-\cos^2 \gamma \sin \gamma + \sin^3 \gamma + 2 \cos \gamma \sin^2 \gamma) c_{14}$$

$$c'_{24} = c'_{2223} = (a_{21}^2 a_{22} a_{33} - a_{22}^3 a_{33} + 2 a_{21} a_{22}^2 a_{33}) c_{14} =$$

$$\dots = (\sin^2 \gamma \cos \gamma - \cos^3 \gamma + 2 \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14}$$

$$c'_{25} = c'_{2213} = (a_{21}^2 a_{12} a_{33} - a_{22}^2 a_{12} a_{33} + 2 a_{21} a_{22} a_{12} a_{33}) c_{14} =$$

$$\dots = (- \sin^3 \gamma + \cos^2 \gamma \sin \gamma - 2 \cos \gamma \sin^2 \gamma) c_{14}$$

$$c'_{46} = c'_{2312} = (a_{22} a_{33} a_{11} a_{12} - a_{22} a_{33} a_{12} a_{22} + a_{22}^2 a_{33} a_{11} + a_{22} a_{33} a_{12} a_{21}) c_{14}$$

$$\dots = (- \cos^2 \gamma \sin \gamma + \cos^2 \gamma \sin \gamma + \cos^3 \gamma - \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14} =$$

$$\dots = (\cos^3 \gamma - \cos^2 \gamma \sin \gamma) c_{14}$$

$$c'_{56} = (a_{12} a_{33} a_{11} a_{22} + a_{12} a_{33} a_{12} a_{21}) c_{14} = (- \cos^2 \gamma \sin \gamma + \sin^3 \gamma) c_{14}$$

III.2 Constantes piézoélectriques

$$e'_{ijk} = a_{il} a_{jm} a_{kn} e_{lmn}$$

Les a_{il} sont comme au § I.1

Les coefficients e_{lmn} sont ceux de la fig IV.3.2.1

$$e_{15} = e_{113} = e_{223} = e_{131} = e_{232}$$

$$e_{22} = - e_{112} = - e_{121} = - e_{211} = e_{222}$$

$$e_{31} = e_{311} = e_{322}$$

$$e_{33} = e_{333}$$

Les coefficients de cette matrice ne diffèrent de ceux de la matrice 6mm (§ IV.1.1.2) que par $e_{22} \neq 0$

A e_{22} correspondent les e_{lmn} qui ne contiennent pas l'indice "3";
Donc, seuls font intervenir e_{22} les e'_{ijk} qui eux aussi ne contiennent pas l'indice "3"; tels sont:

$$e'_{11} = e'_{111} = (- 3 a_{12}^2 a_{11}^2 + a_{12}^3) e_{22} = (3 \cos^2 \gamma \sin \gamma - \sin^3 \gamma) e_{22}$$

$$e'_{12} = e'_{122} = (- a_{12}^2 a_{21}^2 - 2 a_{11} a_{21} a_{22} + a_{12}^2 a_{22}^2) e_{22} =$$

$$\dots = (\sin^3 \gamma - 3 \cos^2 \gamma \sin \gamma) e_{22}$$

$$e'_{16} = e'_{112} = (- a_{12}^2 a_{11} a_{21} + a_{12}^2 a_{22}^2 - a_{11}^2 a_{22} - a_{11} a_{12} a_{21}) e_{22} =$$

$$\dots = (3 \cos \gamma \sin^2 \gamma - \cos^3 \gamma) e_{22}$$

$$e'_{21} = e'_{211} = (- a_{22}^2 a_{11}^2 + a_{22}^2 a_{12}^2 - 2 a_{21} a_{11} a_{12}) e_{22} =$$

$$\dots = (- \cos^3 \gamma + 3 \cos \gamma \sin^2 \gamma) e_{22}$$

$$e'_{22} = e'_{222} = (- a_{22}^2 a_{21}^2 + a_{22}^3 - 2 a_{21}^2 a_{22}) e_{22} =$$

$$\dots = (+ \cos^3 \gamma - 3 \cos \gamma \sin^2 \gamma) e_{22}$$

$$e'_{26} = e'_{212} = (- a_{22}^2 a_{11} a_{21} + a_{22}^2 a_{21}^2 - a_{21} a_{11} a_{22} - a_{21}^2 a_{12}) e_{22} =$$

$$\dots = (- \cos^2 \gamma \sin \gamma + \sin^3 \gamma) e_{22}$$

III.3 Constantes diélectriques

$$\epsilon'_{kl} = a_{km} a_{ln} \epsilon_{mn}$$

Les a_{km} sont comme au § I.1

Les coefficients ϵ_{mn} sont les mêmes que ceux de la matrice 6mm (IV.113)

avec simplement une symétrie plus grande puisque $\epsilon_{11} = \epsilon_{22} = \epsilon_{33}$

La matrice de texture est donc identique à celle d'un monocristal constituant.

B I B L I O G R A P H I E

ADDISS R.R.

Trans 10th nat. vac. symp. Amer. vac. soc. Boston Mars 1963. 354-363.

ANDERSON G.S. - MAYER W.N. - WEHNER G.K.

J. Appl. phys. 1962. 33 . 10 . 2991-2992.

ANDRUSHKO A.F.

Sov. phys. cryst. 1962 . 7 . 2 . 172-174.

ANGOT A.

compléments de mathématiques. C.N.E.T. Revue d'Optique 1965 . (5e édition).

ASTM

Publication 48 L. Pittsburg 1962 . X Ray powder data file.

AUTIN B. - CAHEN O. - DIEULESAINT E.

Le vide 1967 . 127 . 13-17.

BAHR A.J. - COURT I.N.

J. Appl. phys. 1968 . 39 . 6 . 2863-2868.

BALKANSKI M. - CHAVES R.

J. phys. 1966 . 27 . 34 . 173-182.

BARANSKI

Sov. phys. Acoust. 1957 . 2 . 237 - 238.

BERGER H.

Phys. stat.sol. 1968 . 28 . k97-k99

BENNET H.E. - BENNET J.M.

Dans HASS et THUN Physics of thin films. Acad. Press. 1967 . Vol. 4

BERLINCOURT D.A. - JAFFE H. - SHIOZAWA L.R.

Phys. rev. 1963 . 129 . 1009-1017.

BERLINCOURT D.A. - CURRAN D.R. - JAFFE H.

Physical acoustics Mason. Acad. Press 1964 . p. 228 s.

BRUGGER K.

J. of appl. phys. 1965 . 36 . 3 . 759-768.

BUJATTI

Brit. J. appl. phys. 1968 . 2 . 1 . 983-986.

BUTLER H.S. - KINO G.S.

Phys. of fluids . 1963 . 6 . 9 . 1346-1355

CASSEDY E.S. - CHIOU C.H. - FREEDMAN S.J.

J. Serv. techn. adv. commit progr. repr. 1965 . 28 . 109-112

CASWELL H.L.

trans 10th nat. vac. symp. Amer. Vac. Soc. Boston 1963.

CURTIS B.J.

J. Appl. phys. 1969 . 40 . 1 . 433-434.

DAVIDSE P.D. - MAISSEL L.I.

J. appl. phys. 1966 . 37 . 2 . 574-579.

DE KLERK J. - KELLY E.F.

Appl. phys. letters 1964 . 5 . 1 . 2-3.

DE KLERK J.

Dans Physical Acoustics Vol. IV p 195 et s. Mason Acad. Press 1964.

DE KLERK J.

Appl. phys. letters. 1968 . 13 . 3 . 102-104.

ESCOFFERY C.A.

J. appl. phys. 1964 . 68 . 2273-2274.

FOSTER N.F.

I.E.E.E trans ultrason. eng. SU-11 . 1964 . 63-68.

FOSTER N.F.

Proc. I.E.E.E. 1965 . 53 . 10 . 1400-1405.

FOSTER N.F. - ROZGONYI G.A.

Appl. phys. letters . 1966 . 8 . 9 . 221-223.

FOSTER N.F.

J. of appl. phys. 1967 . 38 . 1 . 149-159.

FOSTER N.F.

J. appl. phys. 1968 . 39 . 9 . 4460-4461.

FOSTER N.F. - COQUIN G.A. - ROZGONYI G.A. - VANNATTA F.A.

I.E.E.E. trans. son. ultrason. 1968 . 15 . 28-41.

FOSTER N.F.

J. of appl. phys. 1969 . 40 . 1 . 420-421.

GIBSON R.W.

Electr. letters 1966 . 2 . 6 . 213.

GROH G.

J. appl. phys. 1968 . 39 . 12 . 5804-5805.

HEAVENS O.S.

Optical properties of thin films . London Butterworths 1955.

HOLLOWAY H. - WILKES E.

J. of appl. phys. 1968 . 5807-5809.

IRE standards on piezoelectric crystals : piezoelectric vibrator

Proc. I.E.E.E. 1957 . 45 . 353-358.

IRE standards on piezoelectric crystals : constants. coupling factor.

Proc. I.E.E.E. 1958 . 46 . 764-778.

IRE standards on piezoelectric crystals : measurements.

Proc. I.E.E.E. 1961 . 49 . 1161-1169.

LANGE J.N.

Phys. rev. 176 . 3 . 1030-1035.

LEFEVERE MR

Rapport de D.E.A. LILLE Juillet 1967.

LOVELL S.

Nature 1968 . 218 . 1179-1180

MALBON R.M. - WALSH D.J. - WINSLOW D.K.

Appl. phys. letters, 1967 . 10 . 1 . 9-10.

MARTIN M. - THERY P. - MORIAEZ C. - LEFEVERE MR.

C. Rend. Acad. Sc. 1969 . 268 . 1164-1166.

MEYER J.O. - SOONPAA T.O.

Sol. st. comm. 1968 . 6 . 8 . 527-531.

MICKELSEN R.A. - KINGERY W.D.

J. appl. phys. 1966 . 37 . 9 . 3541-3544.

MIDFORD T.A. - WANUGA S.

J. appl. phys. 1965 . 10 . 3362-3363.

MITCHELL R.F.

Ultrasonics 1968 . 6 . 2 . 112-116.

MORRIS D.E. - TINKHAM M.

Phys. rev. 1964 . 134 SA . 1156-1157.

MUSGRAVE M.J.P.

Proc. roy. soc. A. 1954 . 226 . 339-355.

NAGAO M.

J. of appl. phys. 1966 . 37 . 12 . 4591-4592.

NOMARSKI G. - WEILL A.R.

Rev. mett. 1955 . 52 . 2 . 121-134.

PIZZARELLO F.A.

J. appl. phys. 1964 . 39 . 9 . 2730-2732.

REEDER T.M.

Proc. I.E.E.E. 1967 . 1099-1101.

REGGIA F.

Microwave 1968 . 55-63.

RICHARDS J.L. - HART P.B. - GALLONE L.M.

J. appl. phys. 1963 . 37 . 3418-3420.

ROUAULT M.

Electricité - Masson PARIS 1965.

ROZGONYI G.A. - POLITO W.J.

Appl. phys. letters 1966 . 8 . 9 . 220-221.

ROZGONYI G.A. - FOSTER N.F.

J. appl. phys. 1967 . 38 . 13 . 5172-5176.

SEAVEY M.H.

I.E.E.E. trans. ultrason. eng. U.S.A. 1963 . 10 . 1 . 49-57.

SECCO E.A.

Can. J. chem. 1960 . 38 . 596-601.

SEMELITOV S.A. - MAGOMEDOV Z.A.

Sov. phys. cryst. 1967 . 12 . 2 . 326-328.

(A) SHALIMOVA K.V. --ANDRUSHKO A.F. - DMITRIEV V.A. - PAVLOV L.P.
Sov. phys. cryst. 1964 . 8 . 5 . 618-620.

(B) SHALIMOVA K.V. - ANDRUSHKO A.K. - DMITRIEV V.A. - PAVLOV L.P.
Sov. phys. cryst. 1964 . 9 . 3 . 340-342.

SHALIMOVA K.V. - BOTNEV A.F. - DMITRIEV V.A. - SATYBAEV N.M.
Sov. phys. cryst. 1969 . 13 . 4 . 576-579.

SHALLCROSS F.V.

RCA rev. U.S.A. 1967 . 28 . 4 . 569-584.

SHAW H.J. - WINSLOW D.K. - KARP A. WILSON R.A.
Appl. phys. letters 1964 . 4 . 2 . 28-30.

SITTIG E.K.

I.E.E.E. trans. son. ultras. 1969 . SU-16 . 1 . 2-10.

SLIKER T.R. - ROBERTS D.A.

J. appl. phys. 1967 . 38 . 5 . 2350-2358.

SLIKER T.R. - KONEVAL D.J. - HORA C.J.

I.E.E.E. trans. son. ultrason. 1969 . 16 . 15-18.

SORBIER J.P. - LEGRE J.P. - MARTINUZZI S.

Le vide 1968 . 133 . 32-39.

TROTEL J.

Rev. techn. Thomson 1967 . 44 . 29-33.

TOLANSKY

Multiple Beam Interferometry Oxford 1948.

VASICEK A.

optics of thin films. North Holland C° Amsterdam 1960.

VICK G.L. - HOLLANDER E.H.

J. acoust. soc. amer. 1960 . 32 . 8 . 947-949.

VOSSEN J.L. - O'NEILL J.J.

RCA rev. 1968 . 29 . 2 . 149-180.

WACHTMAN J.B. - TEFFT W.F. - LAM D.G. - STINCHFIELD D.R.P.

J. res. nat. bur. stand. phys. chem. 1960 . 64A . 3 . 213-228.

WARNER A.N. - MEITZLER A.H.

Proc. I.E.E.E. 1968 . 1376-1377.

WATERMAN P.C.

Phys. rev. 1959 . 113 . 5 . 1240-1253.

WAUK M.T. - WINSLOW D.K.

Appl. phys. letters 1968 . 13 . 8 . 286-288.

WEBER R.

Proc. I.E.E.E. 1966 . 54 . 333-334.

WINSLOW D.K. - SHAW H.J.

I.E.E.E. intern. convention record. part.5 Vol.5 . 1966 . 26-31.

E R R A T A

page ligne

- 1 9 lire WARNER 68
 5 24 lire: DE KLERK 64
 26 lire: SLIKER 67
 17 5 lire: Les deux premières et la quatrième séries
 21 21 lire: ont été signalées au § II.1
 26 1 lire: un dépôt Δm
 26bis lire: fig III.1.2.
 27 9 lire: fig III.4.1
 29 2 lire: fig III.4.5
 5 lire: Les franges accusent tous les...
 14 lire: fig III.4.6
 31 1 lire: Les irrégularités... sont également mises en évidence
 33 9 lire: DE KLERK 68

36 14 $\dots + a_{12}^2 a_{22}^2 a_{11}^2 a_{21}^2 c_{2211} + \text{etc.}$

43 équation (27) $\dots + (c'_{55} + \frac{e'_{35}}{\epsilon'_{33}}) \frac{\partial u_1}{\partial x_3} - \dots$

44 équation (34) $\dots + \frac{1}{\rho} \left(\frac{\bar{c}_{33} - \bar{c}_{55}}{4} + \bar{c}_{35} \right) 1/2$

45 10 $c'_{35} = (-c_{13} + c_{33} - 2c_{44}) \cos^3 \beta \sin \beta + (c_{11} + 2c_{44} + c_{13}) \cos \beta \sin^3 \beta$

équation (36)

$$- \operatorname{tg}^2 \beta_p = \frac{c_{33} - 2c_{44} - c_{13}}{2c_{44} + c_{13} - c_{11}} \quad \text{et} \quad - \operatorname{tg}^2 \beta_r = \frac{e_{33}}{e_{31} + 2e_{15}}$$

16 ce qui donne, dans le cas de CdS...

46 2 lire: $\operatorname{tg}^2 \beta_r = + 0,666$

9 $\sin^4 \beta = 0,1600$

48 $e'_{12} = (\sin^3 \gamma - 3 \cos^2 \gamma \sin \gamma) e_{22}$

55 2 $U_3 = - \frac{U_1 + U_2}{2i\omega \sin \alpha} \sin \frac{\omega x_3}{v_L} + \frac{U_1 - U_2}{2i\omega \cos \alpha} \cos \frac{\omega x_3}{v_L}$

$$F_1 = \frac{\bar{c}_{33}}{v} \cdot \frac{\sigma}{2i} \left| (-\operatorname{tg} \alpha + \cot \alpha) U_1 + (-\operatorname{tg} \alpha + \cot \alpha) U_2 \right| + \dots$$

$$F_2 = \frac{\bar{c}_{33}}{v} \cdot \frac{\sigma}{2i} \left| (\operatorname{tg} \alpha + \cot \alpha) U_1 + (-\operatorname{tg} \alpha + \cot \alpha) U_2 \right| + \dots$$

.../...