

Fisher et Renken [8] ont décrit un liant en verre liquide qui leur a servi à mesurer les vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales dans des monocristaux de Ti et de Zr jusqu'à 880° C [9]. D'après ces auteurs, ce liant devient très fragile à 320° C environ, température au-dessus de laquelle son emploi avec succès dépend d'une façon critique de sa composition et de l'état de surface des corps à lier. Il leur a fallu une quarantaine de montées en température pour déterminer les dix constantes élastiques de Ti et de Zr.

Chang et Himmel [10] ont utilisé une résine époxy dans leurs mesures des constantes élastiques de monocristaux de Cu, Ag et Au de 25 à 530° C.

Fisher et Dever [11] ont fait usage d'une autre résine époxy pour étudier les vitesses des ondes longitudinales et transversales de 25 à 650° C dans des monocristaux de Ru, Re, Co, Dy et Er.

Cette dernière résine a également servi à Slagle et McKinstry [12] pour déterminer les constantes élastiques jusqu'à 400° C de monocristaux de NaCl, KCl et KBr.

Ces derniers auteurs ont décrit un procédé de collage à chaud à l'aide d'une feuille d'or de 0,01 mm d'épaisseur pressée à 700° C entre des faces sur lesquelles ils avaient préalablement évaporé une couche d'or. Ce procédé leur a donné satisfaction entre 700° C et la température ambiante dans le cas de KCl. Le même procédé appliqué à NaCl ne leur a pas permis d'obtenir

une adhésion entre le monocristal et le connecteur. Cette adhésion a été, par contre, obtenue en supprimant la feuille d'or et en effectuant le collage directement entre les couches d'or évaporées. Le joint ainsi réalisé a donné des résultats satisfaisants entre 700° C et 200° C, température à laquelle il céda sous l'effet des contraintes d'origine thermique.

A la même époque, nous avons employé une méthode de collage analogue pour déterminer les constantes élastiques de la silice fondue de 25 à 900° C [13]. Le joint a été réalisé en déposant chimiquement une couche d'argent mince sur les surfaces à coller et en les pressant l'une contre l'autre.

Ultérieurement, dans nos travaux sur le silicium monocristallin [14], un contact optique entre échantillon et connecteur nous a permis de mesurer les vitesses des ondes transversales de 25 à 270° C. En limitant à 0,2° C/minute, la vitesse de montée et de descente en température au-dessus de 250° C, nous avons mesuré par ce même procédé la vitesse des ondes longitudinales jusqu'à 380° C. Il faut souligner que ce procédé de contact optique a l'avantage que la rupture éventuelle du joint a lieu par glissement relatif des faces collées sans endommagement ni du monocristal, ni du connecteur.

Par la suite, et à l'aide de deux liants différents [15], nous avons étendu nos mesures sur le silicium jusqu'à 830° C. Nous donnerons plus loin les détails de ces procédés de collage, ainsi que le mode opératoire.

II. — Vitesses de propagation et constantes élastiques

On sait que le monocristal du silicium appartient au système cubique ; ses propriétés élastiques font alors intervenir trois constantes élastiques indépendantes : C_{11} , C_{12} et C_{44} . On peut déterminer toutes ces constantes en mesurant les vitesses des ondes ultrasonores longitudinales et transversales se propageant suivant des directions convenablement choisies dans le monocristal.

Le tableau I résume les relations entre ces vitesses, les constantes élastiques et la densité ρ pour quelques directions privilégiées.

On voit que la propagation suivant un axe binaire d'une onde longitudinale et de deux ondes transversales de directions des vibrations convenables permet d'avoir

les trois constantes élastiques. C'est ainsi que nos monocristaux ont été taillés de manière que la direction nominale de propagation soit parallèle à un tel axe. Il est à remarquer, cependant, que les relations dans le tableau précédent ont été obtenues avec les hypothèses suivantes :

- 1) direction de propagation parfaitement parallèle à l'axe cristallographique désigné ;
- 2) monocristal de dimensions illimitées ;
- 3) onde ultrasonore parfaitement plane.

Nous allons examiner séparément les erreurs qui peuvent s'introduire compte tenu que dans les conditions

TABLEAU I

Direction de propagation	Vitesse	Direction des vibrations	Nature de l'onde
[100] (axe quaternaire)	$V_L = \sqrt{C_{11}/\rho}$ $V_{T_1} = V_{T_2} = \sqrt{C_{44}/\rho}$	[100] Dans le plan (100)	Longitudinale Transversale
[111] (axe ternaire)	$V_L = \sqrt{(C_{11} + 2C_{12} + 4C_{44})/3\rho}$ $V_{T_1} = V_{T_2} = \sqrt{(C_{11} - C_{12} + C_{44})/3\rho}$	[111] Dans le plan (111)	Longitudinale Transversale
[110] (axe binaire)	$V_L = \sqrt{(C_{11} + C_{12} + 2C_{44})/2\rho}$ $V_{T_1} = \sqrt{C_{44}/\rho}$ $V_{T_2} = \sqrt{(C_{11} - C_{12})/2\rho}$	[110] [001] [110]	Longitudinale Transversale Transversale

expérimentales ces hypothèses ne peuvent pas être satisfaites.

II-A. Variation des vitesses de propagation dans la direction [110] du système cubique par suite d'une petite désorientation du monocristal. —

Nous rapportons ici les résultats du calcul de Waterman [16] dans le cas où la direction nominale de propagation est suivant un axe binaire. Dans la figure 4, $Oa_1a_2a_3$ est un trièdre cristallographique dans le monocristal constitué par un axe quaternaire Oa_1 et deux axes binaires Oa_2 et Oa_3 . Si la taille du monocristal est parfaite, Oa_3 sera normal à ses deux faces planes parallèles, entre lesquelles a lieu la propagation des ultrasons. Oa_3 est donc la direction nominale de propagation. Soit, d'autre part, $Ox_1x_2x_3$ le trièdre désorienté dans lequel Ox_3 est la normale effective aux deux faces parallèles du monocristal. Ox_3 est alors la direction effective de propagation. θ est la désorientation polaire de Ox_3 dans un plan défini par Φ .

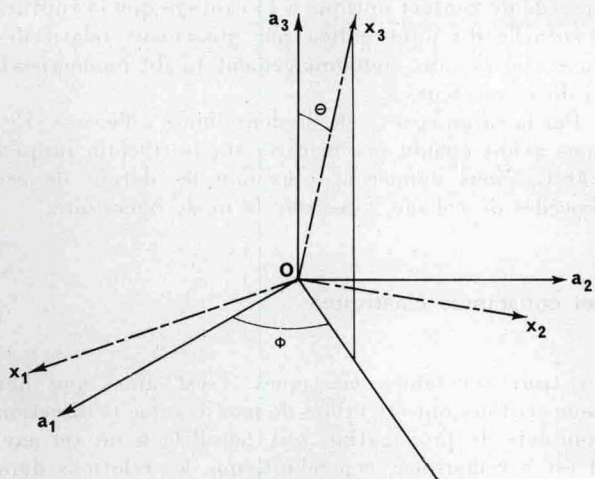


FIG. 4. — Petite désorientation θ et Φ du monocristal.

Les trois vitesses de propagation suivant Ox_3 peuvent s'écrire sous la forme :

$$(V)_{Ox_3} = (V)_{Oa_3} \left[1 + \frac{\Delta V}{(V)_{Oa_3}} \right] \quad (1)$$

où, d'après le tableau I, $(V)_{Oa_3}$ qui est la vitesse de propagation suivant Oa_3 , peut prendre les trois valeurs :

$$\begin{aligned} (V_{T_1})_{Oa_3} &= \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}}; & (V_{T_2})_{Oa_3} &= \sqrt{\frac{(C_{11} - C_{12})}{2\rho}}; \\ (V_L)_{Oa_3} &= \sqrt{\frac{(C_{11} + C_{12} + 2C_{44})}{2\rho}}. \end{aligned}$$

Les trois variations relatives des vitesses sont données par [16] :

$$\frac{\Delta V_{T_1}}{(V_{T_1})_{Oa_3}} = \frac{K_1(3-K_4)}{2C_{44}} \theta^2 \sin^2 \Phi \quad (2)$$

(1) Le problème d'une pression hydrostatique se réduit à ce cas, à condition que le principe de superposition reste valable (élasticité linéaire).

$$\frac{\Delta V_T}{(V_{T_2})_{Oa_3}} = \frac{-K_1\theta^2}{2(C_{11}-C_{12})} [2K_3 \cos^2 \Phi + 1] \quad (3)$$

$$\frac{\Delta V_L}{(V_L)_{Oa_3}} = \frac{K_1\theta^2[2K_3 + 1] \cos^2 \Phi + (2K_4 - 5) \sin^2 \Phi}{2(C_{11} + C_{12} + 2C_{44})} \quad (4)$$

où :

$$\left. \begin{aligned} K_1 &= C_{11} - C_{12} - 2C_{44} \\ K_2 &= K_1 / (C_{44} - C_{11}) + 2 \\ K_3 &= K_1 / (C_{12} + C_{44}) + 3/2 \\ K_4 &= 2K_1 / (C_{11} + C_{12}) + 3/2 \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

S'il est relativement aisé de connaître par les rayons X la valeur de θ , il n'en est pas de même pour Φ . Afin de connaître l'influence de Φ sur les vitesses, les courbes de la figure 5 ont été tracées en prenant $\theta = 1^\circ$. Dans notre cas, où $\theta \leq 1/2^\circ$, on voit que l'erreur relative maximale toucherait V_{T_2} et qu'elle serait de l'ordre de $0,7 \times 10^{-4}$.

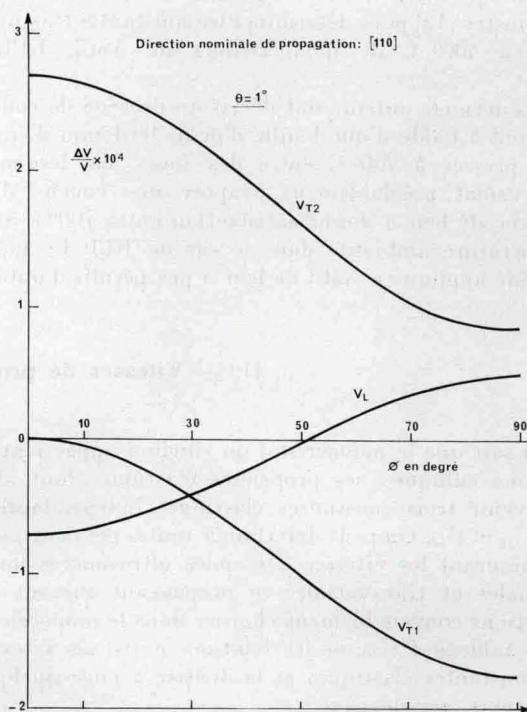


FIG. 5. — Influence de θ et Φ sur les vitesses.

II-B. Variation des vitesses de propagation due aux dimensions finies du monocristal. —

Pour simplifier le problème, nous considérons seulement l'influence des surfaces limitatives du milieu en faisant abstraction de son anisotropie. Dans un milieu isotrope illimité, on peut étudier facilement la propagation des ondes longitudinales et transversales; les vitesses correspondantes sont déterminées uniquement par les constantes élastiques et la densité du milieu.

Formellement, la présence des surfaces limitatives fait intervenir des conditions aux limites à satisfaire. Celles-ci correspondent le plus couramment à des surfaces libres sur lesquelles les contraintes s'annulent (1).