

$\Lambda_0/\Lambda_0$  et des résultats publiés [26] sur la dilatation thermique du silicium. Nous avons :

$$\left. \begin{array}{l} \frac{\Lambda_0}{\Lambda_0} = \frac{V_0}{V_0} \leq 0,97 \\ \frac{a_0}{a_0} \geq 0,996 \end{array} \right\} \text{ pour } 25^\circ \text{ C} \leq \theta \leq 900^\circ \text{ C}$$

Tout calcul fait, on trouve :

$$\left| \Delta \left( \frac{V_0}{V_0} \right) \right| < 2 \cdot 10^{-6}$$

C'est cet ordre de grandeur qui représente l'erreur absolue maximum qui peut avoir lieu dans les rapports  $V_0/V_0$  par suite des causes d'erreur citées plus haut. Nous verrons qu'il existe d'autres causes d'erreur qui peuvent entraîner une incertitude nettement plus importante sur ces mesures relatives des rapports  $V_0/V_0$ .

### III. — Techniques expérimentales

**III-A. Méthode employée pour la mesure des vitesses.** — Le principe de cette méthode est celui de la méthode de comparaison de phase utilisée pour la première fois par McSkimin [27] pour les échantillons de faible épaisseur. Il en existe actuellement plusieurs variantes dont le principe reste le même.

Dans la méthode que nous avons employée (fig. 12),

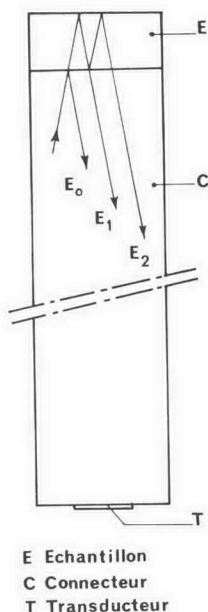


FIG. 12. — Méthode employée pour la mesure des vitesses.

on augmente la durée de l'impulsion H. F. d'excitation du transducteur émetteur-récepteur des ultrasons de manière à obtenir un recouvrement partiel des échos consécutifs : E<sub>0</sub> et E<sub>1</sub> ; E<sub>1</sub> et E<sub>2</sub> ; ... Ces échos prennent naissance par suite des réflexions successives de l'impulsion principale sur les deux faces planes parallèles de l'échantillon. A des fréquences H. F. porteuses discrètes, l'amplitude dans les zones de recouvrement devient maximale et l'interférence y est constructive. A ces fréquences, les échos sont en phase et on a la relation :

$$\frac{2l}{V_n} \cdot 2\pi f_n = 2\pi n + \gamma_n \quad (18)$$

où le membre de gauche représente le retard de phase entre deux échos consécutifs, ce retard étant dû à la propagation d'un seul aller-retour dans l'échantillon.

Dans l'équation précédente, les notations sont les suivantes :

$l$ , épaisseur de l'échantillon ;  $n$ , un entier représentant l'ordre d'interférence constructive ;  $\gamma_n$ , le déphasage dû à la réflexion sur le joint entre échantillon et connecteur ;  $f_n$ , la fréquence discrète associée à l'ordre  $n$  ;  $V_n$ , la vitesse de propagation à la fréquence  $f_n$ .

1) **Mesure des vitesses à 25° C.** — Pour déterminer la vitesse à une température donnée, on mesure quelques fréquences discrètes d'interférence constructive. Soient  $f_m$  et  $f_n$  deux de ces fréquences associées respectivement aux ordres  $m$  et  $n$ . A partir de la relation (18), on peut écrire :

$$2l \left( \frac{f_m}{V_m} - \frac{f_n}{V_n} \right) = (m - n) + \frac{1}{2\pi} (\gamma_m - \gamma_n). \quad (19)$$

Si la vitesse  $V$  et le déphasage  $\gamma$  ont les mêmes valeurs respectives à  $f_m$  et  $f_n$ , la relation précédente se réduit à :

$$\frac{2l}{V} (f_m - f_n) = m - n. \quad (20)$$

Si le milieu est dispersif, la variation de la vitesse entre  $f_m$  et  $f_n$  est, en général, d'autant plus importante que la différence  $|f_m - f_n|$  est grande. On a donc intérêt à ne pas trop s'éloigner de la fréquence porteuse à laquelle on veut déterminer la vitesse. Par contre, si le milieu n'est pas dispersif, la précision sur la vitesse peut être améliorée en mesurant les fréquences discrètes dans la bande la plus large possible, à condition, toutefois, que la variation de  $\gamma$  reste négligeable dans cette bande.

Pour examiner l'influence de  $\gamma$  sur nos mesures de vitesse, nous avons utilisé un procédé expérimental direct. Celui-ci consiste à calculer les valeurs de la vitesse données par la relation (20) en prenant des résultats expérimentaux obtenus à l'aide de joints échantillon-connecteur de nature différente. Ces joints ont été réalisés soit par adhérence optique, soit en utilisant un liant en salol (salicylate de phényl), en adhésive Eastman 910 (fabriqué par Kodak), ou en huiles ordinaires.

Les fréquences discrètes mesurées avec ces joints s'étalent sur une bande de 1,5 MHz de large, située à 30 MHz environ. Les valeurs ainsi calculées pour l'une quelconque des vitesses sont en très bon accord entre elles (dispersion  $\pm 0,15$  p. 100). En remarquant que les joints utilisés pour ces mesures ont manifestement des caractéristiques acoustiques différentes, on en déduit que l'hypothèse faite sur la vitesse  $V$  et le déphasage  $\gamma$



pour obtenir la relation (20) est justifiée dans les limites d'incertitude citées.

2) **Mesure de la variation des vitesses en fonction de la température.** — Si l'on suit la variation entre deux températures  $\theta_2$  et  $\theta_1$  d'une fréquence discrète  $f_n$  associée à un ordre d'interférence  $n$ , on peut déduire la variation correspondante de la vitesse à partir de la relation :

$$\frac{V_{\theta_2}}{V_{\theta_1}} = \frac{l_{\theta_2}}{l_{\theta_1}} \cdot \frac{f_{\theta_2}}{f_{\theta_1}} \cdot \frac{2\pi n + \gamma_{\theta_1}}{2\pi n + \gamma_{\theta_2}} \quad (21)$$

où l'indice  $n$  a été supprimé pour alléger l'écriture. Cette méthode permet d'obtenir avec une très grande précision la variation de la vitesse en fonction de la température si la dilatation thermique de l'échantillon est connue et à condition que la variation de  $\gamma$  avec la température soit négligeable ou prise en considération.

On conçoit aisément que l'influence d'une variation de  $\gamma$  avec la température est d'autant plus importante que la variation de la vitesse est plus faible et que l'échantillon est d'épaisseur plus réduite.

Nous avons vérifié expérimentalement que la variation de  $\gamma$  se situe à l'intérieur de notre marge d'erreur sur  $V_{\theta_2}/V_{\theta_1}$  qui est de  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ . En effet, dans plusieurs domaines de température où les mesures ont pu être faites à l'aide de liants de nature différente, y compris le contact optique entre monocristal et connecteur, les valeurs calculées pour  $V_{\theta_2}/V_{\theta_1}$  à partir des mesures de  $f_{\theta_2}/f_{\theta_1}$  et en négligeant la variation de  $\gamma$  avec la température, concordent parfaitement entre elles dans les limites d'erreur ci-dessus.

Il est à remarquer que dans le cas du contact optique, le déphasage  $\gamma$  ne varie pas avec la température. En effet, l'impédance acoustique du silicium reste supérieure dans toute la gamme de température à celle de la silice qui constitue nos barreaux connecteurs. Il en résulte que  $\gamma = \pi$ .

3) **Estimation de l'erreur dans les mesures des vitesses 25° C.** — D'après la relation (20), l'erreur relative dans la vitesse est donnée par :

$$\left| \frac{\delta V}{V} \right| \leq \left| \frac{\delta l}{l} \right| + \frac{|\delta f_m| + |\delta f_n|}{|f_m - f_n|}$$

Apparemment, cette erreur est d'autant plus faible, pour  $\delta f_m$  et  $\delta f_n$  fixés, que la bande  $|f_m - f_n|$  est plus large. Néanmoins, il ne faut pas trop élargir cette bande sans s'assurer que les variations éventuelles de  $V$  et de  $\gamma$  (formule (19)), dans cette bande ne viennent pas diminuer la précision cherchée. Nous avons mesuré des fréquences discrètes telles que  $f_m$  et  $f_n$  dans une bande de 1,5 MHz de large située à 30 MHz environ. Les incertitudes  $\delta f_m$  et  $\delta f_n$  sont :

$$|\delta f_m| = |\delta f_n| \simeq 0,7 \text{ kHz.}$$

L'erreur relative dans la mesure de l'épaisseur du monocristal, dont deux faces sont dressées et polies planes parallèles, est la suivante :

$$\left| \frac{\delta l}{l} \right| = \frac{10^{-3} \text{ mm}}{24 \text{ mm}} \simeq 0,04 \cdot 10^{-3}$$

D'où une erreur relative calculée :

$$\left| \frac{\delta V}{V} \right| \leq 10^{-3}$$

En réalité, et comme nous l'avons dit précédemment, la dispersion dans les résultats obtenus à l'aide de liants de nature différente est de  $\pm 1,5 \cdot 10^{-3}$  en valeur relative. En outre, si nous tenons compte des sources d'erreur examinées en détail au chapitre II, nous devons ajouter une erreur relative de  $0,2 \cdot 10^{-3}$ . Nous estimons donc que l'erreur relative globale dans la mesure de vitesse à 25° C est donnée par :

$$\left| \frac{\Delta V}{V} \right| \leq 2 \cdot 10^{-3}$$

4) **Estimation de l'erreur dans les mesures des variations des vitesses en fonction de la température.** — Nous avons vu que la variation d'une vitesse  $V$  entre deux températures  $\theta_2$  et  $\theta_1$  conduit à une variation correspondante de la fréquence discrète  $f_n$  de l'interférence constructive, d'ordre  $n$  suivant la relation (21). Si le déphasage  $\gamma$  a la même valeur à  $\theta_2$  et  $\theta_1$ , cette relation se simplifie à :

$$\frac{V_{\theta_2}}{V_{\theta_1}} = \frac{l_{\theta_2}}{l_{\theta_1}} \cdot \frac{f_{\theta_2}}{f_{\theta_1}} \quad (22)$$

Les rapports  $l_{\theta_2}/l_{\theta_1}$  ont été calculés d'après les résultats de Mauer et Bolz [26] concernant la dilatation thermique du silicium. Nous avons expliqué plus haut comment une vérification expérimentale directe nous a permis de conclure que la variation de  $\gamma$  avec la température est négligeable, compte tenu d'une marge d'incertitude sur  $V_{\theta_2}/V_{\theta_1}$  de  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ . Il est donc justifié de considérer que la relation (22) est exacte avec cette marge d'incertitude.

Examinons maintenant l'erreur possible sur la quantité :

$$x = \frac{V_{\theta}}{V_0} = \frac{l_{\theta}}{l_0} \cdot \frac{f_{\theta}}{f_0}$$

où les indices 0 et  $\theta$  indiquent respectivement les valeurs de  $V$ ,  $l$  et  $f$  à 25° C et à la température  $\theta$ . L'erreur  $\delta x$  sur  $x$  provient de trois sources indépendantes :

1) L'incertitude  $\delta \theta$  dans la mesure de température. Cette incertitude tient compte de l'erreur dans les indications des thermocouples et de l'erreur qui résulte en prenant une température moyenne unique pour les différentes régions du monocristal qui font partie du parcours des ultrasons. Des précautions particulières, aussi bien dans le dispositif de chauffage du monocristal que dans l'étalonnage et les dispositions des thermocouples employés nous ont permis d'estimer  $\delta \theta$ . Cette incertitude croît avec la température et elle est de l'ordre de 3° C à la température maximale de mesure qui est de 930° C.

2) L'incertitude  $\delta f_{\theta}$  dans la mesure de la fréquence d'interférence constructive d'ordre  $n$  à 25° C.  $\delta f_{\theta}$  est de  $\pm 0,7$  kHz environ.

3) L'incertitude  $\delta f_0$  dans la mesure de la fréquence donnant l'interférence constructive du même ordre  $n$  à la température  $\theta$ .  $\delta f_0$  est également de  $\pm 0,7$  kHz environ.

Pour simplifier le calcul, nous poserons

$$l_{\theta} = l_0(1 + \alpha \theta)$$