

numéro d'ordre:

TO198
1971/DI
THÈSE

1971-4
(043)D.I.

présentée à la

*FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ
SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE.*

pour obtenir le grade de
DOCTEUR-INGÉNIEUR.

par

Jean PAUREAU.

**Etude de la transposition aux couches minces,
du procédé de fusion de zone utilisant
un faisceau d'électrons.**

**Application: raffinage de couches d'étain
contenant du plomb.**

Soutenue le 24 novembre 1971, devant la Commission d'Examen.

MM. L. Néel — Président.

E. Bonnier
B. Schaub
B.K. Chakraverty

} Examineurs.

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF

Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	AUBERT Guy	Physique
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrometallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique

MM.	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Melle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
MM.	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures

MM.	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	RADHAKRISHNA Pidatala	Thermodynamique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques Appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie

MM.	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction Mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Melle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
Melle	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides
	BRIERE Georges	Physique expérimentale
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique

MM.	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Melle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire

MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VOUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORYN François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

TABLE DES MATIERES

<u>CHAPITRE I : INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE II : ANALYSE FONDAMENTALE DU PROCEDE DE FUSION DE ZONE APPLIQUE AUX COUCHES MINCES</u>	3
<u>PREMIERE PARTIE : RAPPELS</u>	3
2.1. Principe du raffinage par fusion de zone	3
2.2. Redistribution du soluté pendant la solidification	5
2.2.1. Coefficient de distribution d'équilibre	6
2.2.2. Coefficient de distribution effectif	7
2.2.3. Coefficient de distribution à l'interface	9
2.2.4. Ségrégation aux joints de grain	9
2.2.5. Distribution du soluté après une passe	11
2.2.6. Distribution du soluté à la n ^{ième} passe	14
2.3. Surfusion constitutionnelle et stabilité de l'interface	16
<u>DEUXIEME PARTIE : ETUDE DU CAS DES COUCHES MINCES</u>	18
2.4. Mouvements convectifs dans les zones formées sur les couches minces	19
2.5. Contamination à la n ^{ième} passe	23
2.6. Eléments déterminant le choix de l'alliage	25
<u>CHAPITRE III : APPAREILLAGE EXPERIMENTAL</u>	29
3.1. Source d'énergie	29
3.2. Appareil à faisceau d'électrons	32

.../...

3.3. Mesure des paramètres du faisceau	39
<u>CHAPITRE IV : EVAPORATION DES ALLIAGES D'ETAIN PLOMB</u>	44
4.1. Techniques d'évaporation	44
4.2. Description de l'installation	45
4.2.1. Système de creusets	45
4.2.2. Etalonnage de l'évaporateur à deux sources	48
4.2.3. Uniformité de la concentration	52
4.2.3.1. Répartition de l'étain	52
4.2.3.2. Répartition du plomb	52
<u>CHAPITRE V : RESULTATS EXPERIMENTAUX</u>	56
5.1. Recherche des conditions expérimentales	56
5.1.1. Stabilité de l'appareil	56
5.1.2. Gradient de température dans le substrat	58
5.2. Faits expérimentaux	59
5.3. Recristallisation des couches d'étain pur	60
5.4. Recristallisation des couches d'étain pur sous couche contentive	64
5.5. Essais de recristallisation de couches d'étain - plomb	65
5.6. Contraintes mécaniques dans les pellicules contentives	68
5.6.1. Contraintes thermiques	70
5.6.2. Contraintes intervenant à la fusion	71
5.6.3. Superposition des contraintes	73
5.6.4. Comportement des couches contentives après formation de la zone	74
5.7. Distribution du plomb dans une couche d'étain - plomb après une passe	75
5.7.1. Aspect du domaine recristallisé	75

.../...

5.7.2. Résultats d'analyse à la sonde de Castaing	76
<u>CHAPITRE VI : DISCUSSION ET CONCLUSION</u>	80
<u>ANNEXE I : CONTAMINATION INTRODUITE DANS UNE COUCHE MINCE PAR LE SUPPORT</u>	82
I.1. Equation différentielle de la fusion de zone avec contamination par le support	82
I.1.1. Hypothèses	82
I.1.2. Mise en équation	83
I.2. Résolution de l'équation	84
I.3. Représentation graphique	89
I.4. Valeurs admissibles de h	89
<u>ANNEXE II : ETUDE THERMIQUE DU PROCEDE DE FUSION DE ZONE APPLIQUE AUX COUCHES MINCES</u>	
II.1. Introduction	91
II.2. Description du système	91
II.3. Mouvements du faisceau	91
II.4. Interaction des électrons avec l'échantillon	93
II.5. Hypothèses du modèle	95
II.6. Mise en équation	98
II.7. Calcul de $v(\eta)$	104
II.8. Calcul de $v(\xi, \eta, \theta)$ dans l'approximation du faisceau ponctuel	107
II.9. Calcul de $\int_{-\infty}^{\theta} I \pm n d\theta'$	109
II.10. Relation entre la vitesse de recristallisation et la fréquence de balayage	112
II.11. Choix de la valeur optimale de k	114

.../...

II.12. Discussion	115
II.13. Vérification expérimentale	117
<u>ANNEXE III : ETUDE DE LA STABILITE DES ZONES</u>	119
III.1. Existence d'une pression électronique	119
III.2. Equilibre de la surface libre	122
III.2.1. Mise en équation	122
III.2.2. Résolution de l'équation	124
III.3. Solution semi-empirique	128
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	131

J'exprime ma respectueuse reconnaissance à Monsieur le Professeur L. NEEL, Membre de l'Institut, qui a bien voulu m'accueillir et me faire l'honneur de présider le Jury.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur le Doyen E. BONNIER et à Monsieur B. SCHAUB qui ont bien voulu accepter de siéger comme examinateurs.

Je remercie Monsieur B.K. CHAKRAVERTY, Maître de Recherche au C.N.R.S., de m'avoir témoigné sa confiance en me proposant cette étude.

Les moyens matériels que Monsieur B.K. CHAKRAVERTY a bien voulu mettre à ma disposition, les nombreuses discussions, toujours fructueuses et enrichissantes que j'ai eues avec lui, ont été pour moi le témoignage de l'intérêt le plus vif qu'il a toujours porté à mon travail.

Que Monsieur B.K. CHAKRAVERTY veuille bien trouver ici l'expression de ma très vive et très profonde reconnaissance.

Monsieur J. MORLEVAT, Ingénieur au C.E.N.G., m'a apporté sa précieuse collaboration pour les analyses à la sonde de CASTAING. Qu'il veuille bien trouver ici le témoignage de toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur R. BILLAT qui m'a prêté son concours technique, Monsieur B. WAKSMANN pour ses remarques pertinentes quant à la forme et Mademoiselle N. HUET pour tout le soin apporté à la dactylographie de ce mémoire.

C H A P I T R E I

INTRODUCTION

De nombreux travaux ont été consacrés à la production, par épitaxie, de films semi-conducteurs monocristallins. Pour s'affranchir des sujétions imposées par le substrat, un certain nombre d'auteurs (2-14) ont cherché à mettre au point, depuis une dizaine d'années, différentes techniques permettant d'obtenir des films monocristallins sur substrat amorphe ou polycristallin.

La technique dite "par fusion de zone" semble la plus prometteuse : Le film est chauffé, jusqu'à son point de fusion, suivant une zone rectiligne, allongée suivant une direction, que l'on déplace, à faible vitesse, dans la direction perpendiculaire.

La source d'énergie, presque toujours utilisée, est le faisceau d'électrons dont le mouvement alternatif, à fréquence suffisamment élevée, produit un chauffage uniforme.

Cette méthode n'est, en fait, que la transposition aux couches minces de la technique proposée par Pfann en 1952, pour le raffinage des matériaux massifs. Pour un film d'alliage, il faut s'attendre, en plus du processus de recristallisation, à une redistribution des constituants.

Cette propriété a été mise à profit, récemment, par Williamson (28), pour rectifier les écarts à la stoechiométrie introduite dans les films d'antimoniure d'indium, au cours de leur élaboration.

Les études présentées indiquent, toutes, les difficultés expérimentales dues à l'instabilité de la zone, mais aucune analyse précise concernant ce problème n'est faite.

.../...

La limitation due à la contamination par le support est souvent évoquée, mais il n'existe aucun résultat à ce sujet.

Enfin, l'analyse thermique du problème, d'où découle le choix des conditions expérimentales (fréquence de balayage, vitesse d'avance de la zone) n'a pas été explicitée.

Le but de ce travail est de préciser quantitativement ces trois points, et d'analyser le processus de raffinage par fusion de zone.

oOo

CHAPITRE II

ANALYSE FONDAMENTALE DU PROCEDE DE FUSION DE ZONE

APPLIQUE AUX COUCHES MINCES

PREMIERE PARTIE : RAPPELS

Dans la première partie de ce chapitre, nous exposerons différents résultats essentiels se rapportant à la solidification et à la fusion de zone. Dans la seconde partie, nous les utiliserons pour aborder l'étude du cas particulier des couches minces.

2.1. Principe du raffinage par fusion de zone.

Considérons un alliage binaire A (solvant), B (soluté), et supposons que le diagramme d'équilibre des phases au voisinage du point de fusion du constituant A soit représenté par la figure 2.1 (p.4).

Si l'on refroidit lentement depuis la phase liquide une solution de concentration C_L , il apparaît, à la température T , un cristal de concentration C_S . Le rapport $\frac{C_S}{C_L} = k_0$ est le coefficient de distribution d'équilibre.

Pour un alliage dont le diagramme d'équilibre est du type de celui de la figure 2.1 (p.4), k_0 est inférieur à l'unité. Pour un alliage dont le diagramme d'équilibre est du type de celui de la figure 2.2 (p. 4), k_0 est supérieur à l'unité.

Nous ne considérerons dans ce qui suit, sauf mention particulière, que les alliages présentant des coefficients k_0 inférieurs à l'unité.

Considérons un lingot de l'alliage A.B précédemment décrit, dans lequel est translaté, à vitesse constante suffisamment faible, une zone fondue de longueur ℓ constante (fig. 2.3a, p.4).

.../...

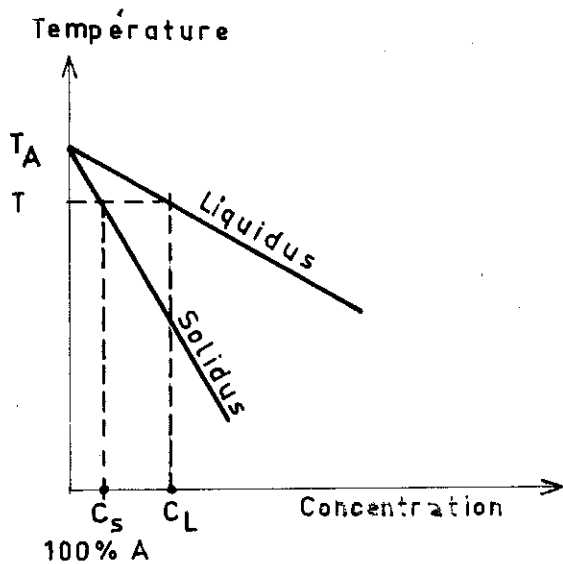


fig 2.1

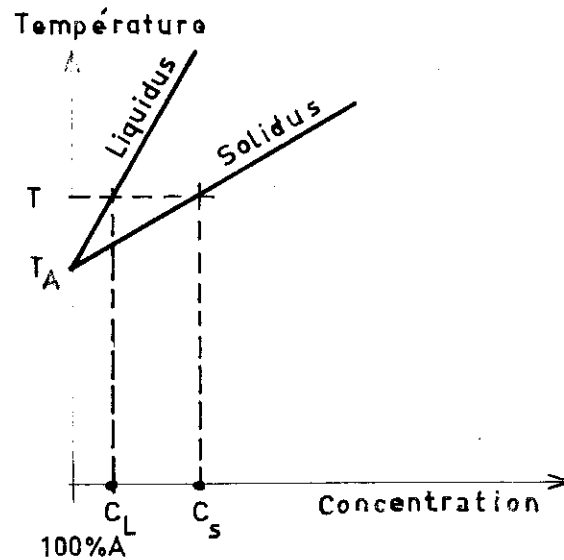


fig 2.2

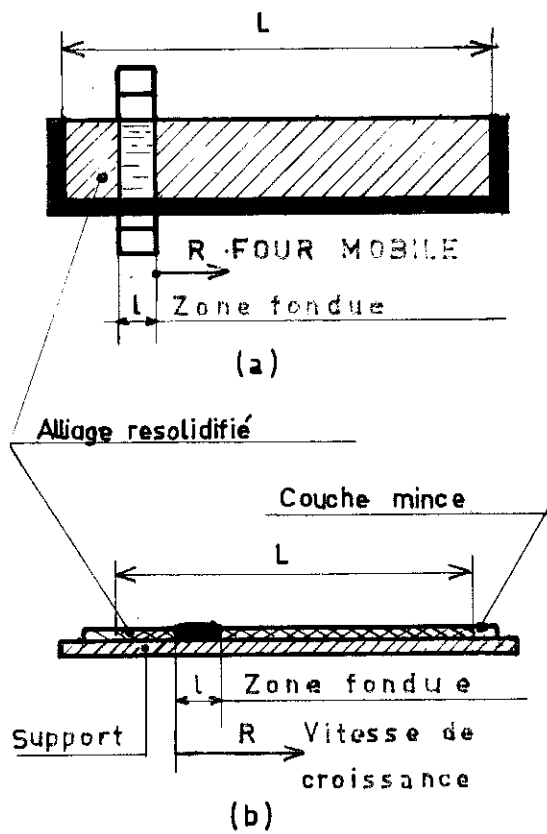


fig 2.3

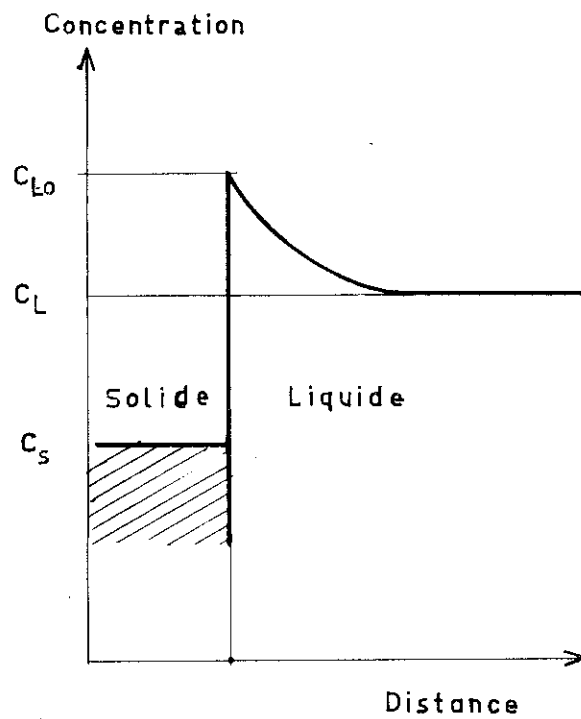


fig 2.4

Si la concentration en soluté B dans la zone fondue est supposée uniforme, de valeur C_L , l'alliage se solidifiant, présente au voisinage de l'interface liquide-solide, la concentration $k_0 C_L$, en supposant que la solidification se fasse dans des conditions très proches de l'équilibre.

Pour les alliages où k_0 est inférieur à l'unité, il y a rejet du soluté dans la zone. Pour les alliages où k_0 est supérieur à l'unité, il y a appauvrissement de la zone en soluté.

En répétant plusieurs fois l'opération, il est possible de séparer les constituants composant l'alliage (15a). C'est le principe du raffinage par fusion de zone.

2.2. Redistribution du soluté pendant la solidification

La concentration, en pratique, n'est jamais uniforme dans la zone. Pendant la progression de l'interface liquide-solide, le soluté rejeté dans le liquide tend à s'accumuler au voisinage de l'interface. Si la zone n'est soumise à aucune agitation, le transport du soluté dans la masse liquide se fait par diffusion. En pratique, le liquide est rarement immobile. L'agitation dont il est le siège peut résulter de mouvements de convection. Elle peut être volontairement introduite pour homogénéiser la concentration, comme cela se fait souvent dans le procédé par fusion de zone, ou dans le tirage des cristaux. Par suite de la viscosité, les mouvements du liquide s'annulent dans les couches voisines de l'interface et le transport du soluté y est dû à la diffusion. Loin de l'interface, pour une zone suffisamment longue, la concentration est uniformisée par l'agitation et prend la valeur C_L (fig. 2.4, p. 4).

On est amené à définir trois coefficients de distribution :

- Coefficient de distribution d'équilibre

$$k_0 = \frac{C_S}{C_L}, \quad R = 0$$

.../...

- Coefficient de distribution effectif

$$k_{\text{eff}} = \frac{C_S}{C_L} \quad , \quad R \neq 0$$

- Coefficient de distribution à l'interface

$$k^* = \frac{C_S}{C_{L_0}} \quad , \quad R \neq 0$$

C_L , C_{L_0} , C_S et R sont, respectivement, la concentration dans la zone liquide, à une distance de l'interface où elle est uniforme, la concentration dans le liquide à l'interface, la concentration dans le solide à l'interface, la vitesse de progression de l'interface (fig. 2.4, p. 4).

2.2.1. Coefficient de distribution d'équilibre

Il peut être obtenu à partir de diagramme d'équilibre de l'alliage.

Pour les solutions diluées, l'équation de Van't Hoff fournit une relation entre la pente du liquidus $1/dC_L/dT_L$, la pente du solidus $1/dC_S/dT_S$, la chaleur latente du solvant L , sa température de fusion T_E et la constante des gaz parfaits R (16a) :

$$\frac{dC_L}{dT_L} - \frac{dC_S}{dT_S} = \frac{L}{RT_E^2}$$

Cette solution permet de déterminer la pente du solidus connaissant celle du liquidus, plus accessible généralement.

Thurmond et Struthers (17) ont donné une expression théorique de k_0 , près du point de fusion du solvant.

$$\text{Log } k_0 = \frac{\Delta H'_F - \Delta H'_M}{RT} - \frac{\Delta H'_F}{RT'_m}$$

où $\Delta H'_F$ et $\Delta H'_M$ sont respectivement les enthalpies de fusion et de mélange du soluté dont le point de fusion est T'_m °K.

.../...

2.2.2. Coefficient de distribution effectif

Burton, Prim et Slichter ont donné l'expression du coefficient de distribution effectif dans le cas particulier de la croissance, en régime permanent, d'un cristal tournant, tiré d'un bain de fusion. S'inspirant du modèle de Nerst pour la dissolution des solides, ils supposent que le transport du soluté est uniquement dû à la diffusion dans une couche d'épaisseur δ , fonction du degré d'agitation du liquide. Au-delà de la couche d'épaisseur δ_s , la concentration dans le liquide est supposée constante et égale à C_L (18).

L'expression trouvée est la suivante :

$$k_{\text{eff}} = \frac{k^*}{k^* - (1-k^*)e^{-\Delta}}$$

où $\Delta = \frac{R\delta_s}{D}$, D est le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide, R est la vitesse de progression de l'interface, k^* est le coefficient de distribution à l'interface, dépendant certainement de la vitesse de croissance R .

Lorsque R tend vers 0, k^* tend vers k_0 . Les coefficients de distribution effectifs ont été mesurés, pour quelques éléments, dans le Germanium. Aux faibles vitesses de croissance, la théorie ci-dessus n'a pas été contredite par ces expériences (19).

Pour les grandes vitesses de croissance, cette théorie conduit à un coefficient k_{eff} voisin de l'unité, ce qui est en contradiction avec certains résultats comme il sera vu plus loin.

Wagner (20) a donné une solution au problème lorsque les courants de convection sont dus à des changements de densité avec la concentration. Le coefficient de distribution effectif est donné en fonction d'un terme sans dimension, dans lequel intervient la vitesse de croissance.

.../...

Les calculs montrent que la convection ne joue un rôle important qu'aux faibles vitesses, alors qu'aux vitesses élevées, le coefficient de distribution tend vers l'unité.

Les effets de la convection thermique ont été étudiés par Hurle, Wilcox et Fulmer (32), Cole et Winegard (29) (30), et d'autres. Ils ont mis en évidence le fait que les fluctuations de température dans le liquide sont liées au gradient de température horizontal. Cole et Winegard (30) ont montré, pour un cas particulier de l'alliage étain - plomb, que la convection thermique est prépondérante. Toutefois, il n'est pas permis de généraliser cette conclusion. Ils ont également exprimé le coefficient de distribution effectif, k_{eff} , en fonction de R , k_o , du coefficient de diffusion D et de la quantité ∂_s définie plus haut. Ils ont obtenu l'expression :

$$k_{eff} = \frac{k_o}{1 - \frac{\partial_s R}{2D} (1 - k_o)}$$

∂_s est solution d'une équation du 5e degré où interviennent :

- 1- la hauteur de l'interface,
- 2- la vitesse de croissance R ,
- 3- l'épaisseur de la couche limite thermique ∂_T ,
- 4- la vitesse maximale V_m du liquide dans son écoulement parallèlement à l'interface.

Ces deux dernières quantités se calculent d'après les données physiques du système.

Lorsque R tend vers l'infini, les calculs montrent que $\frac{\partial_s R}{2D}$ tend vers l'unité et k_{eff} tend vers l'unité.

Les théories précédentes n'expliquent pas le changement de k_{eff} avec l'orientation (21), (22), ou de changement de signe de $(1 - k_{eff})$ aux vitesses élevées, pour différentes concentrations d'impuretés dans le Germanium (23), (24).

.../...

2.2.3. Coefficient de distribution à l'interface

L'explication a d'abord été tentée par Hall (21). Il suppose que la variation de k^* avec la vitesse est due à l'existence, à l'interface liquide - solide, d'une couche adsorbée qui, incorporée au solide, verrait sa concentration décroître de la valeur $k_s C_L$ vers la valeur d'équilibre $k_o C_L$, jusqu'à ce qu'elle soit recouverte par une nouvelle couche. Le modèle conduit à l'expression :

$$k^* = k_o + (k_s - k_o) e^{-\frac{D_s}{\lambda \cdot R}}$$

D_s est le coefficient de diffusion du soluté dans le solide à l'interface,
 λ est la distance interatomique,
 R la vitesse de croissance.

Un modèle plus élaboré est dû à Trainor et Bartlett (25). Ces auteurs supposent l'existence d'une couche adsorbée à l'interface. Ils supposent que la croissance cristalline se fait par l'avance, à la vitesse V_y , d'une marche, parallèlement au plan de plus grande densité atomique.

Résolvant l'équation de diffusion pour la marche, ils trouvent, pour k^* , une variation avec la vitesse, représentée pour certaines valeurs particulières, par la figure 2.5 (p. 10), où τ_s et τ_i sont les temps de collage à l'interface, respectivement, d'un atome de soluté et d'un atome d'impureté.

Leur théorie explique également l'influence de la concentration sur k^* comme l'indique la figure 2.6 (p. 10). Pour les faibles vitesses de recristallisation, comme c'est généralement le cas dans l'étude que nous entreprenons, la solidification se fait dans des conditions voisines de l'équilibre, et le coefficient de distribution à l'interface diffère très peu de k_o .

2.2.4. Segrégation aux joints de grain

Ce qui précède suppose implicitement que la phase resolidifiée est monocristalline.

.../...

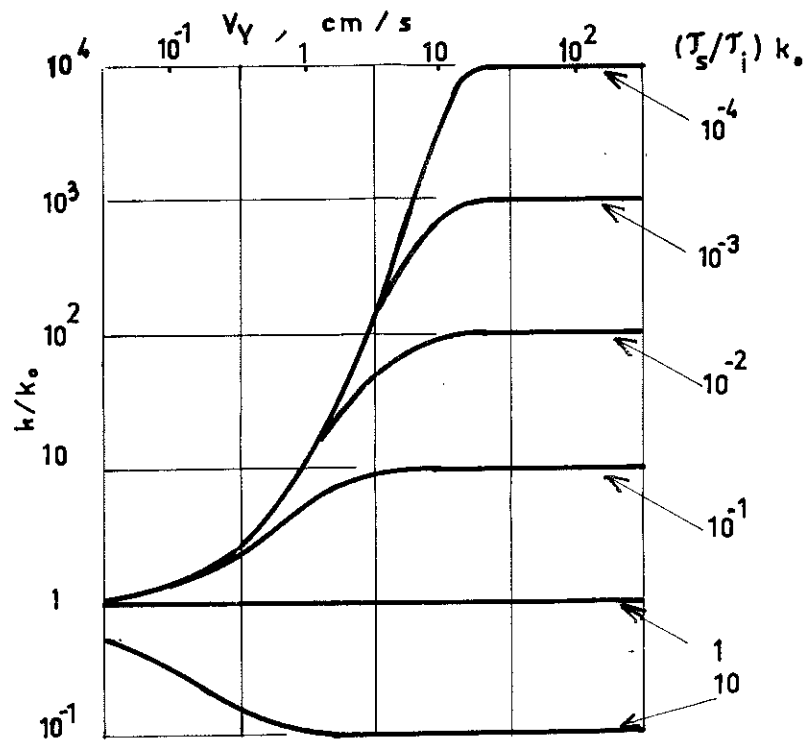


fig 2.5
(d'après [25])

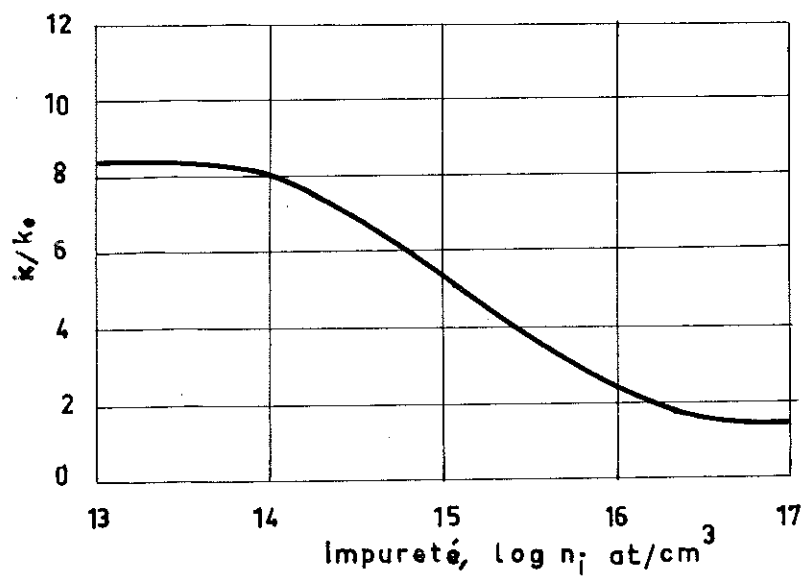


fig 2.6
(d'après [25])

Ainsi, la croissance du Gallium monocristallin conduit à une bien meilleure ségrégation des impuretés que celle du Gallium polycristallin (26). Ceci est attribué au piégeage des impuretés aux joints de grain, pendant la solidification.

D'après Tiller (27), pour les faibles valeurs de k_0 , la ségrégation aux joints de grains ne pourrait être importante et modifier de manière appréciable le coefficient de distribution effectif global, que si la surfusion constitutionnelle est présente à l'interface.

2.2.5. Distribution du soluté après une passe

Nous considérons maintenant la ségrégation introduite dans un lingot de concentration initiale C_0 , après passage de la zone comme l'indique la figure 2.3. (p. 4). Le terme lingot doit être pris ici, dans un sens général incluant les couches minces dont le cas est schématisé sur la figure 2.3b (p. 4). On retrouve en effet, l'équivalent de tous les éléments propres au matériau massif de la figure 2.3a (p. 4).

On peut distinguer généralement trois domaines (fig. 2.7, p.12) :

- Un domaine transitoire initial où la concentration croît de k^*C_0 à C_0 .
- Un domaine de régime stationnaire, atteint quand $C_{L_0} = \frac{C_0}{k^*}$
- Un domaine transitoire final, débutant quand l'interface parvient à la distance ℓ de l'extrémité (15b).

Nous ne considérerons que le seul domaine intéressant pour le raffinage par fusion de zone : Le transitoire initial.

L'étude de ce transitoire est traitée dans le cas général, à la référence (15b) et les résultats sont exprimés en fonction du coefficient de distribution effectif et de la largeur de zone ℓ .

.../...

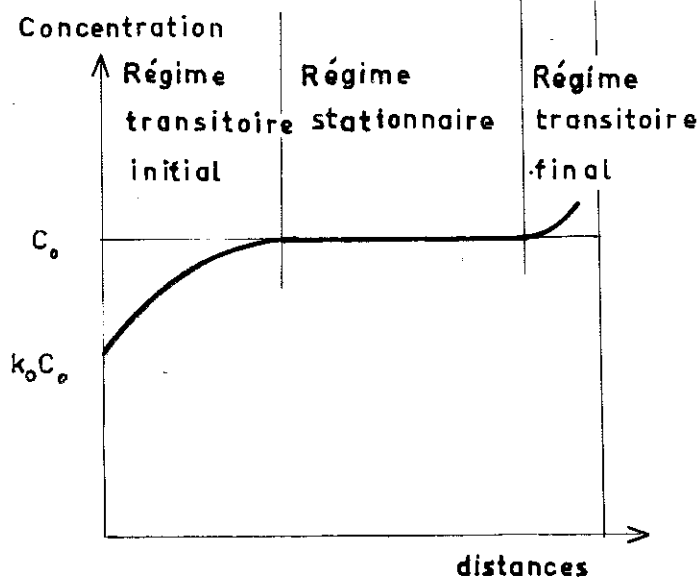


fig 2.7

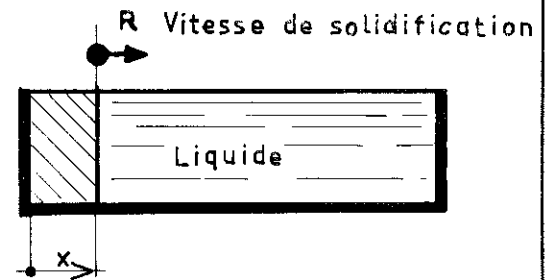


fig 2.9

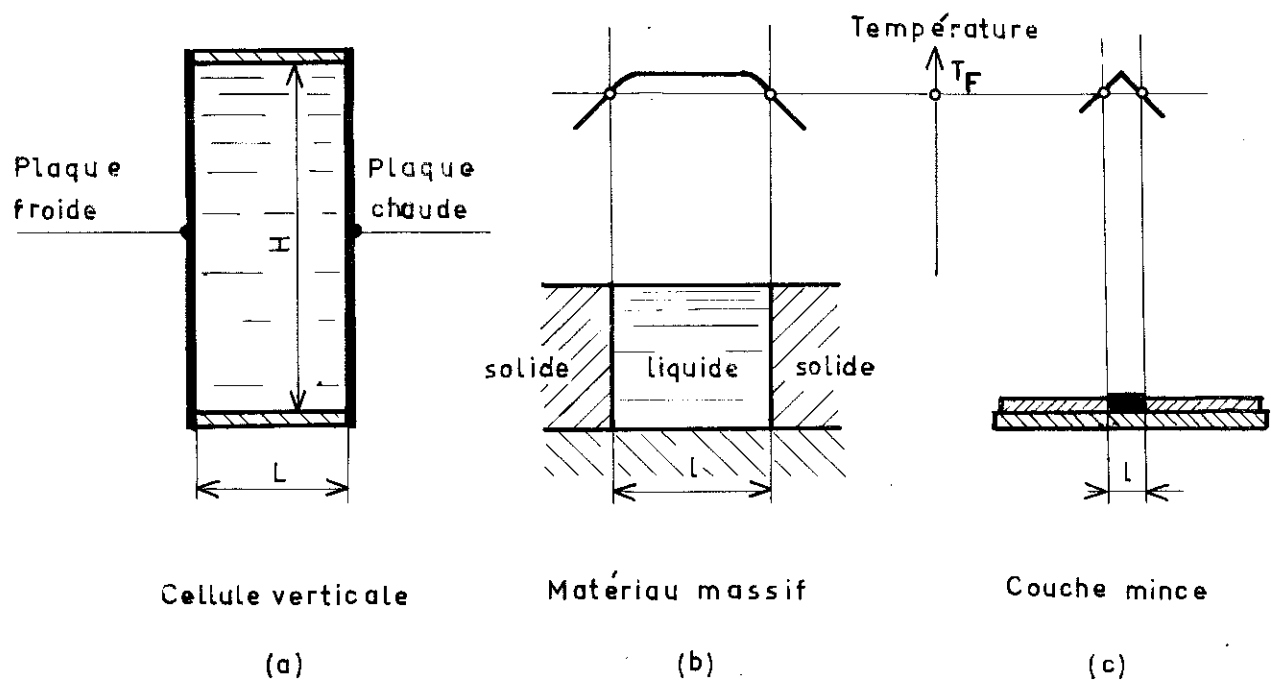


fig 2.8

Pour la première passe, la distribution du soluté dans le transitoire initial est donnée par la relation (15b) :

$$[1] \quad C_s = C_o [(1-k_{eff}) (1-e^{-\frac{k_{eff}x}{L}}) + k_{eff}]$$

Lorsqu'il n'y a aucun mouvement de convection dans le liquide, le transport du soluté y est dû uniquement à la diffusion. Il n'est alors plus possible de définir un coefficient de distribution effectif. Le problème ne peut être traité qu'en résolvant l'équation de diffusion à laquelle obéit le transport du soluté dans la phase liquide. A notre connaissance, ce problème n'a été résolu que dans le cas de la solidification progressive d'un lingot semi infini, à partir d'une extrémité (fig. 2.9, p12 Smith et al (35), Memelink (36) et Hulme (37) (qui a en outre tenu compte des différences de densité entre solide et liquide), ont montré que la concentration C_s du soluté dans le transitoire initial obéit à la relation :

$$[2] \quad C_s(x) = \frac{1}{2}C_o \left[1 + \operatorname{erf} \frac{\sqrt{\frac{R}{D}}x}{2} + (2k^*-1)e^{-k^*\frac{R}{D}x} \operatorname{erfc} \frac{(2k^*-1)\sqrt{\frac{R}{D}}x}{2} \right]$$

avec comme signification :

- $C_s(x)$: Concentration dans le solide recristallisé, à la distance x .
- C_o : Concentration initiale dans le lingot liquéfié.
- R : Vitesse de progression de l'interface liquide solide, supposée uniforme.
- k^* : Coefficient de distribution de l'interface.
- D : Coefficient de diffusion du soluté dans le liquide.
- $q = 1 - k^*$

Memelink a montré que pour

$$k^* < 0,5 \quad \text{et pour} \quad \tau = \frac{Rx}{4D} \geq 3, \quad C_s \text{ tend vers :}$$

$$[3] \quad C_s(\tau) = C_o [1 - (1-2k^*)e^{-4k^*(1-k)\tau}]$$

Pohl (38) a proposé pour les petites valeurs de k^* l'expression :

.../...

$$[3'] \quad C_S(x) = k^* C_0 \left[1 + \frac{1-k^*}{k^*} [1 - e^{-(1-k^*)k^* \frac{R}{D} x}] \right]$$

Auparavant, Tiller et al (39) supposant, à priori, une variation exponentielle de $C_S(x)$, étaient parvenus à la relation :

$$[4] \quad C_S(x) = C_0 \left[(1-k^*) [1 - e^{-\beta x}] + k^* \right]$$

avec
$$\beta = k^* \frac{R}{D} [1 - e^{-\frac{R}{D} \ell}]^{-1}$$

où ℓ représente, maintenant, la longueur de la zone fondue sur le lingot (fig. 2.10, p. 15).

Si l'on fait tendre ℓ vers l'infini, la relation [4] se confond avec les relations [3] et [3'] pour les faibles valeurs de k^* . Dans tous les cas, les résultats qu'elle donne diffèrent peu de ceux que fournit la relation [2], mathématiquement exacte (35).

Or, les relations [1] et [4] sont formellement identiques. Par conséquent, si l'on admet l'approximation de la relation [4], pour un processus de solidification contrôlé par diffusion, la ségrégation, introduite dans le lingot après passage de la zone, est la même que si celle-ci, parfaitement agitée, avait la longueur :

$$[5] \quad \ell' = \frac{D}{R} \left[1 - e^{-\frac{R}{D} \ell} \right]$$

2.2.6. Distribution du soluté à la n^{ième} passe

La concentration dans le solide recristallisé après la n^{ième} passe a été calculée par Reiss (40), Lord (41) et Milliken (42) pour un lingot semi-infini (fig. 2.11, p. 17), puis par Braun et al. (43) pour un lingot fini, dans l'hypothèse d'une zone de concentration uniforme, c'est-à-dire parfaitement agitée.

.../...

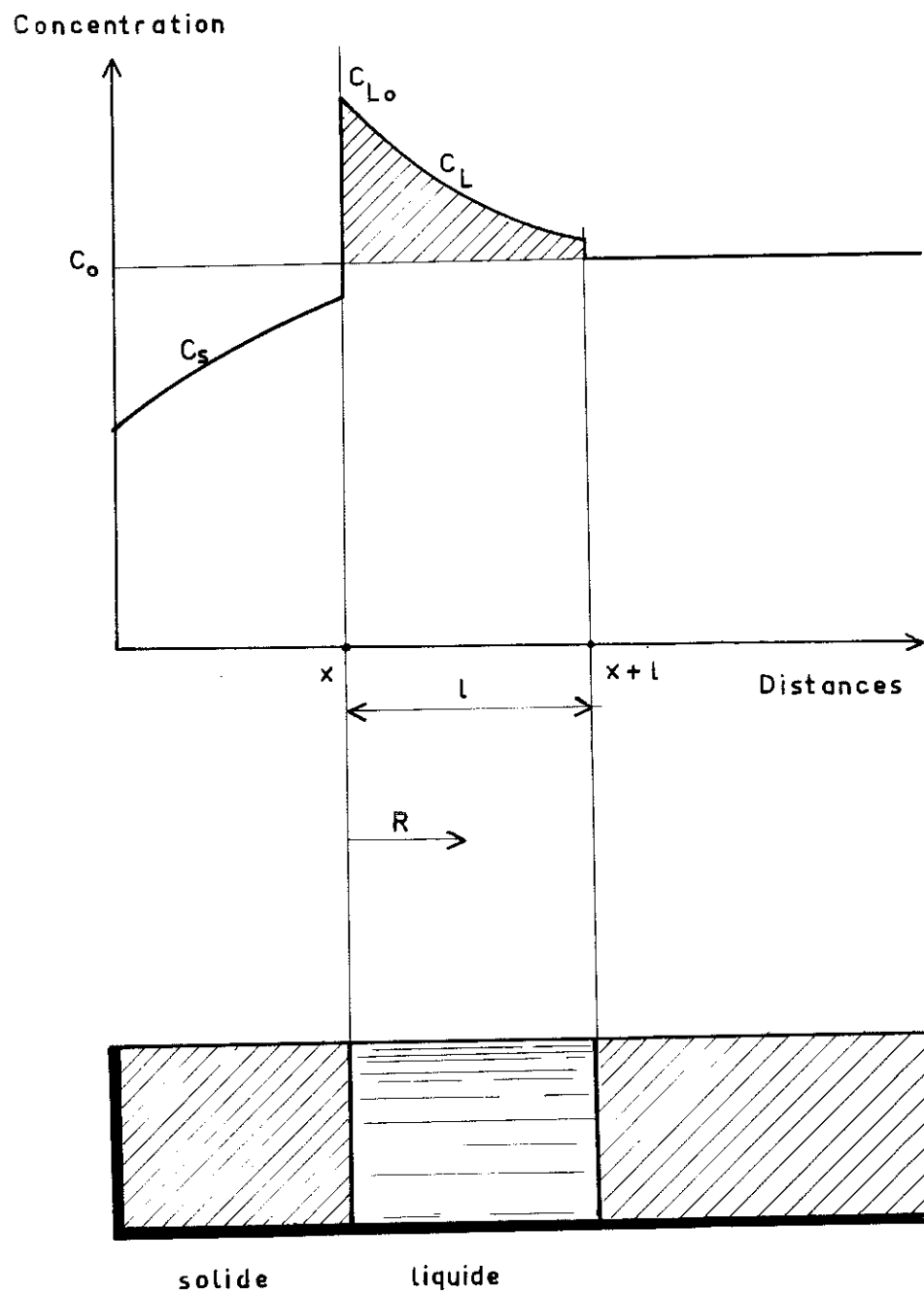


fig 2.10

Toutefois, l'approximation qu'elle constitue pour une zone où n'intervient que la diffusion comme phénomène de transport, n'a pas été estimée dans le cas de n passes. Il est cependant raisonnable de penser que l'application des résultats connus, compte tenu de l'équivalence [5], doit fournir probablement un ordre de grandeur d'autant plus satisfaisant que k^* est plus petit.

2.3. Surfusion constitutionnelle et stabilité de l'interface

Les théories exposées précédemment supposent une interface liquide-solide plane, avançant à vitesse constante. Les calculs sont en défaut quand ce n'est pas le cas. Pour une interface convexe par exemple, le soluté ne reste pas à l'intérieur d'un tube cylindrique. (fig. 2.12, p.35). La concentration, dans la phase resolidifiée, est abaissée. Pour une interface concave, la concentration est, au contraire, augmentée.

En présence de surfusion constitutionnelle, l'interface cesse d'être plane. Lorsque la surfusion est faible, l'interface se présente sous la forme d'un arrangement hexagonal compact, plus ou moins régulier, de protubérances dont le développement constitue la croissance cellulaire (fig. 2.13, p. 35).

Le soluté, rejeté à l'interface, tend à se concentrer de préférence entre les cellules et sa concentration est maximale à la jonction de trois cellules.

Lorsque la surfusion constitutionnelle est plus importante, la croissance devient dendritique. Ces phénomènes ont été étudiés expérimentalement par Rutter et Chalmers (45). Tiller et al. (39) ont fixé le critère de stabilité de l'interface en exprimant la condition d'absence de surfusion constitutionnelle :

.../...

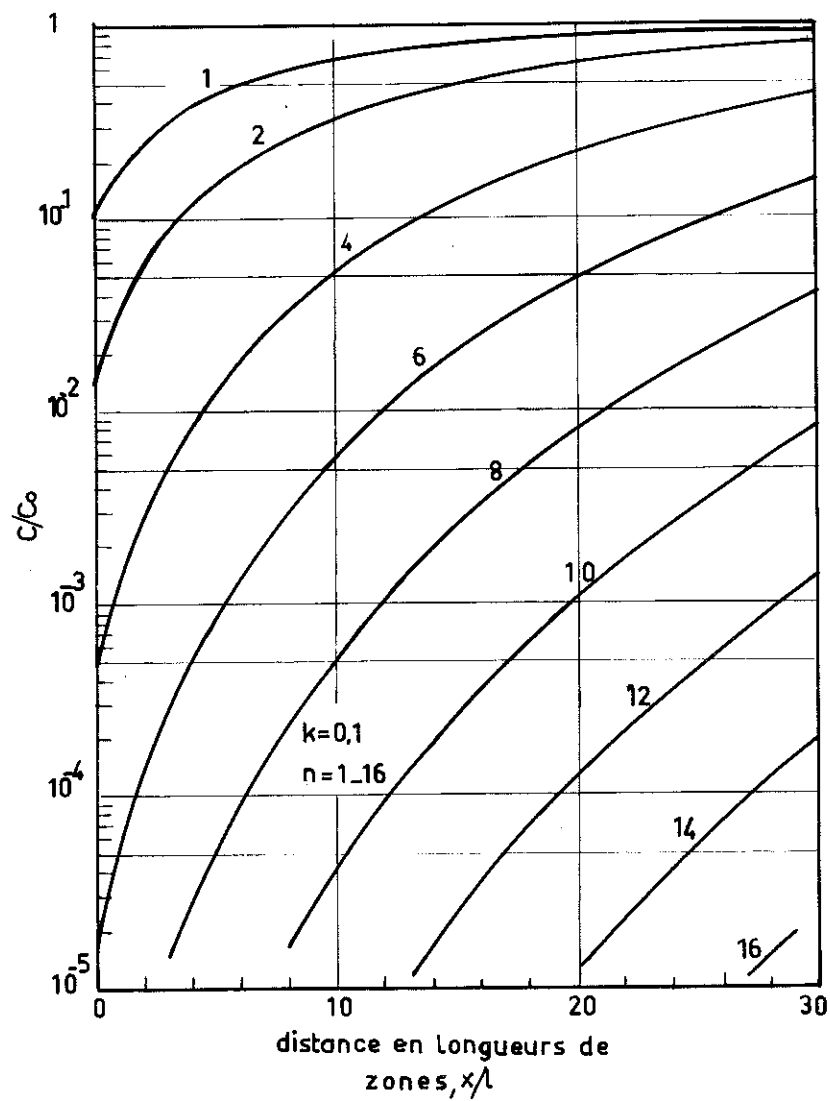


fig 2.11
(d'après [15])

$$[6] \quad \frac{G}{R} > - \frac{mC_0}{D} \frac{1-k^*}{k^*}$$

G : Gradient thermique dans le liquide à l'interface

R : Vitesse de croissance

m : Pente du liquidus au point de fusion du solvant

C₀ : Concentration initiale du lingot

k* : Coefficient de distribution à l'interface

D : Coefficient de diffusion du soluté dans le liquide

Cette relation a été vérifiée expérimentalement par Walton et al. (46) pour l'alliage Sn-Pb, et par Plaskett et Winegard (47), pour les alliages Sn-Pb, Cu-Bi, Sn-Sb, qui en ont conclu la validité pour tous les alliages métalliques.

Récemment, Sekerka (48) a fait le point sur cette question et a montré que la relation [6] n'était qu'une approximation, toutefois parfaitement admissible en ce qui concerne les alliages d'étain, et surtout avec les fortes valeurs de G/R utilisées ici.

DEUXIEME PARTIE : ETUDE DU CAS DES COUCHES MINCES

Nous avons vu au paragraphe 2.2. que le coefficient de distribution pouvait varier fortement avec l'intensité des mouvements de convection dans la zone. Les résultats rappelés jusqu'à présent ont généralement trait aux lingots dont les dimensions sont au moins, disons, de l'ordre du centimètre. Or, les couches minces dont il sera question par la suite, présentent au plus, une épaisseur de l'ordre de quelques microns, et les zones que nous formerons sur ces couches auront une largeur maximale de l'ordre du millimètre.

Dans les phénomènes de convection, la viscosité exerce toujours une action de freinage, dont l'effet s'accroît lorsque les dimensions de la cellule contenant le fluide diminuent.

.../...

Par conséquent, il convient d'estimer l'importance de la convection naturelle dans le cas des couches minces, et d'en déduire les conséquences sur la ségrégation du soluté dans la phase recristallisée.

Les théories donnant la distribution du soluté à la $n^{\text{ième}}$ passe (§ 2.2.6.), ne tiennent pas compte de la contamination éventuellement apportée par les parois du moule. Dans le traitement par fusion de zone des couches minces, la contamination peut devenir très importante, puisque le volume de matière traitée est faible par rapport à l'aire contaminante (interface substrat - couche).

C'est pourquoi nous nous proposons, dans la deuxième partie de ce chapitre, de calculer la contamination à la $n^{\text{ième}}$ passe lorsqu'il y a attaque du substrat par la couche en phase liquide.

Enfin, nous dégagerons les critères nous ayant permis, pour l'étude, le choix de l'alliage constituant la couche, et du substrat.

2.4. Mouvements convectifs dans les zones formées sur les couches minces.

Si l'on applique la théorie de Cole et Winegard (30) évoquée au § 2.2.2., au cas des couches minces d'étain de 5μ d'épaisseur, avec comme vitesse de croissance $50\mu/s$ et comme gradient thermique à l'interface, 10^3 degrés/cm (§5.1.2.), on trouve pour k_{eff} une valeur négative ! Leur théorie est en défaut dans ce cas, probablement parce que leur modèle de la couche limite n'est plus applicable.

D'autres études, basées sur l'analyse dimensionnelle, ont été menées sur la convection thermique. D'après Dropkin et Somerscales (33), la convection turbulente, dans une cellule verticale (fig. 2.8a, p.12), s'établirait pour un nombre de Rayleigh* supérieur ou égal à 5.10^5 .

* Le nombre de Rayleigh Ra est le produit du nombre de Grashof Gr (défini ci-dessous) par le nombre de Prandtl $Pr = C_p\mu/k$, où C_p est la chaleur spécifique à pression constante, μ la viscosité dynamique et k la conductivité thermique.

Dans leur expérience, les auteurs n'ont pas conclu à l'influence du rapport H/L . Pour Landis par contre (voir discussion de (33)), le nombre de Grashof serait déterminant dans l'établissement de la convection turbulente. Pour une cellule étroite ($\frac{H}{L} = 20$), il estime qu'elle s'installe pour un nombre de Grashof voisin de 2.10^4 . Il suggère, à l'appui d'autres auteurs, que le rapport H/L intervient explicitement. Toutefois, dans les résultats cités, ce rapport est toujours affecté d'un exposant faible et son influence reste certainement limitée.

L'application du critère exposé ci-dessus au cas des zones fondues est quelque peu hardie, puisque la température des deux interfaces est identique (fig. 2.8b, p. 12), alors que dans les cellules de la fig. 2.8a, (p.12), une différence de température est maintenue entre les deux plaques.

A défaut de données précises, nous négligerons le rapport épaisseur / largeur de zone (rapport H/L dans les cellules), qui, comme on le sait, intervient. Ce qui suit, ne doit donc être considéré que comme une première indication.

Le nombre de Grashof s'exprime ainsi :

$$Gr = \frac{L^3 \rho^2 g \Delta T \beta}{\mu^2}$$

L : largeur de la cellule,

ρ : densité du liquide,

g : intensité du champ de pesanteur,

ΔT : différence de température entre les plaques de la cellule,

β : coefficient de dilatation volumique,

μ : viscosité dynamique du liquide.

Faisons intervenir pour le cas des couches minces, le gradient thermique G_L dont l'équivalent est $\frac{\Delta T}{L}$, alors,

$$Gr = \frac{\ell^4 \rho^2 g G_L \beta}{\mu^2}$$

.../...

Prenons comme valeurs courantes,

$$\ell = 0,1 \text{ cm}$$

$$G_L = 10^3 \text{ degrés/cm (§ 5.1.2.)}$$

Par ailleurs,

$$\rho = 7,3 \text{ g/cm}^3$$

$$\beta = 12 \cdot 10^{-5} \text{ (34)}$$

$$\mu = 0,019 \text{ poises à } 240^\circ \text{ (34)}$$

$$g = 980 \text{ cm/s}^2$$

On obtient :

$$Gr = \frac{10^{-4} \times 7,3^2 \times 980 \times 10^3 \times 12 \times 10^{-5}}{0,019^2} \sim 2 \times 10^3$$

Ce résultat tendrait à prouver qu'il n'y a pas convection thermique.

Il convient de vérifier si le gradient de concentration peut induire des mouvements de convection.

La cause provoquant la convection, quelle que soit son origine, est le gradient de densité devant l'interface, dont l'effet global s'exprime par l'intégrale :

$$I = \int_0^{\partial} \Delta \rho ds$$

∂ est la distance à l'interface au-delà de laquelle la densité est supposée uniforme.

Cette intégrale est égale à :

$\overline{\Delta \rho_T} \partial_T$ pour la convection thermique,

$\overline{\Delta \rho_S} \partial_S$ pour la convection de concentration,

où $\overline{\Delta \rho_T}$ et $\overline{\Delta \rho_S}$ sont les variations moyennes de densité dues, respectivement, au gradient thermique et au gradient de concentration.

.../...

∂_T et ∂_S ont été déjà définies et sont, respectivement, l'épaisseur de la couche limite thermique et l'épaisseur de la couche où la concentration varie.

Pour les solutions diluées, on peut admettre la relation

$$\overline{\Delta\rho_S} = \rho \overline{\Delta C} \frac{m_B - m_A}{m_B}$$

$\overline{\Delta C}$: variation moyenne de concentration dans la couche d'épaisseur ∂_S

ρ : masse volumique du coeur du liquide

m_B : masse d'un atome du soluté B

m_A : masse d'un atome du solvant A

Pour l'alliage Sn-Pb,

$$\overline{\Delta\rho_S} \sim \rho \overline{\Delta C}$$

et :

$$\overline{\Delta\rho_S} \partial_S = \rho \overline{\Delta C} \partial_S$$

∂_S est de l'ordre de $\frac{R}{D}$, soit pour $R = 50 \mu/s$ et $D = 5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/s$, $\partial_S = 10^{-2} \text{ cm}$
Avec $\overline{\Delta C} = 0,05$, qui est une valeur assez élevée,

$$\overline{\Delta\rho_S} \partial_S = 5 \cdot 10^{-4} \rho$$

Pour le cas thermique, il est raisonnable de prendre ∂_T égal à $\ell/2$ comme l'indique la figure 2.8c (p.12).

Pour $\ell = 0,1 \text{ cm}$, $\partial_T = 0,05 \text{ cm}$

Avec un gradient de $1000^\circ/\text{cm}$, la différence de température sur la zone peut être de l'ordre de 50°C . D'après (34), $\Delta\rho_T$ max vaut alors $6 \times 10^{-3} \rho$.

.../...

$\overline{\Delta\rho_T}$ peut être pris voisin de $0,5 \Delta\rho_T \text{ max}$, et,

$$\overline{\Delta\rho_T}\partial_T = 0,5 \times 6 \times 10^{-3} \times 0,05\rho = 1,5 \cdot 10^{-4}\rho$$

Les intégrales I sont du même ordre de grandeur, aussi bien pour le cas thermique que pour celui relevant des changements de concentration.

Cette conclusion ne contredit pas l'hypothèse que nous posons dès maintenant, selon laquelle le transport du soluté dans les zones formées sur les couches minces, est dû à la diffusion. *

2.5. Contamination à la n^{ième} passe

On démontre (annexe I) que la contamination $\mathcal{C}$, introduite par le support, à la distance réduite $a = \frac{x}{\ell}$ vaut pour k petit :

1°) pour $k a \ll 1$

$$[7] \quad \mathcal{C} \sim k a \frac{h\ell}{\rho_s e R}$$

2°) pour $k a \gg 1$

$$[8] \quad \mathcal{C} \sim \frac{h\ell}{\rho_s e R} n$$

$\mathcal{C}$: Contamination exprimée par la concentration d'impuretés introduites,

h : Quantité de contaminant, par unité de surface contaminante et par unité de temps, dissoute par le liquide,

ρ_s : Masse volumique du solide,

ℓ : Largeur de zone,

e : Epaisseur de la couche,

R : Vitesse de recristallisation,

n : Numéro d'ordre de la passe,

k^* : Coefficient de distribution à l'interface.

* La distribution du soluté, à la n^{ième} passe (en l'absence de contamination) se calcule à partir de la théorie générale rappelée au § 2.2.6, en tenant compte de la relation d'équivalence [5].

Si l'on se fixe une concentration e^+ maximale de contaminant à la distance a , on obtient pour h , les deux inéquations suivantes, en négligeant la concentration du soluté initialement existante dans l'alliage à raffiner.

$$1^\circ) k^* a \ll 1$$

$$[9] \quad h < \frac{e^+ p_s e R}{\ell k^* a}$$

$$2^\circ) k^* a \gg 1$$

$$[10] \quad h < \frac{e^+ p_s e R}{n \ell}$$

Prenons le cas des dépôts de Silicium sur corindon, où l'un des produits contaminants est l'aluminium (1), avec les valeurs suivantes :

$$k^* = 2 \times 10^{-3} \text{ (Al dans Si)}$$

$$\ell = 0,1 \text{ cm}$$

$$e = 5 \times 10^{-4} \text{ cm}$$

$$R = 5 \times 10^{-3} \text{ cm/s}$$

Plaçons-nous au point $a = 1$

Remplaçons le produit $e^+ p_s$ par son équivalent e^* en atomes par cm^3 ; h doit s'exprimer alors en atomes/ $\text{cm}^2 \cdot \text{s}$.

Pour que e^* reste inférieur ou égal à 10^{13} at/cm^3 , par exemple, h devrait répondre à la condition [9] :

$$h < \frac{10^{13} \times 5 \times 10^{-4} \times 5 \times 10^{-3}}{10^{-1} \times 2 \times 10^{-3} \times 1}$$

soit :

$$\boxed{h < 10^{11} \text{ atomes/cm}^2 \cdot \text{s}}$$

.../...

Il y a environ 6.10^{22} atomes d'aluminium par cm^3 de corindon. En supposant que la totalité de l'aluminium libérée par l'attaque du corindon reste confinée dans la couche, la valeur de k trouvée ci-dessus correspondrait à une vitesse d'attaque de 6.10^{-11} cm/s, soit environ 0,3 Å/mn. Les vitesses d'attaque, constatées dans le cas du silicium sur corindon, sont bien supérieures à cette valeur.

Il n'est donc pas possible d'envisager, pratiquement, le raffinage des couches de silicium sur corindon par fusion de zone, telle qu'elle a été présentée jusqu'à maintenant.

D'une manière générale, le procédé n'est applicable qu'aux couches ne réagissant pas avec leur support.

Pour contourner la difficulté, Mataré (43) propose l'application de la technique dite de "fusion de zone dans un gradient thermique" (15c). Pour le cas du silicium sur corindon, il suggère l'emploi de l'eutectique Si.Au pour former la zone, dont le bas point de fusion, 370°C , limiterait la réactivité du silicium.

2.6. Éléments déterminant le choix de l'alliage

Parmi ces éléments interviennent en premier :

- le coefficient de distribution

Il doit être pris suffisamment faible pour que l'effet de raffinage soit clairement mis en évidence. Il ne doit pas être pris trop faible, car il favoriserait l'établissement de la surfusion constitutionnelle que nous voulons éviter. Une valeur convenable est $k = 0,1$.

- Le point de fusion de l'alliage

Il est à considérer en même temps que celui du support.

.../...

L'appareillage utilisé pour provoquer les fusions ne permet pas d'obtenir facilement des puissances supérieures à 2 watts. Ceci nous contraint à n'envisager que des élévations de température inférieures à 250°C, pour des supports en verre ou en silice de 0,2 mm d'épaisseur (Annexe II).

- Le coefficient de conductibilité thermique de l'alliage

Il doit être faible autant que possible, ce qui réduit l'énergie nécessaire à la fusion (Annexe II). Toutefois, pour les couches minces d'épaisseur inférieure à 5.000 Å, la conductivité thermique joue un rôle secondaire.

- Le coefficient de conductibilité thermique du support

Il joue un rôle plus important que le précédent. L'annexe II montre la nécessité de choisir un isolant thermique comme matériau du support.

D'autres éléments d'interaction entre support et couche déterminent le choix :

La réactivité de la couche sur le support au point de fusion, a été évoquée longuement au § 2.5.

La mouillabilité du support par la couche fondue sera envisagée au § 5.3.

L'accord des coefficients de dilatation de l'alliage et du support doit être, autant que possible, réalisé au mieux.

Enfin, un élément propre au support, est sa résistance au choc thermique. De ce point de vue, la silice est meilleure que le Pyrex. Avec les conditions expérimentales choisies, ce dernier s'est pourtant révélé satisfaisant.

.../...

Ces différents éléments nous ont conduit à choisir, pour les couches, l'alliage Sn-Pb dont le coefficient de distribution est 0,13 (30), et pour support de ces couches, des lames de pyrex d'épaisseur 0,2 mm.

La concentration en plomb de l'alliage est déterminée en fonction de $\frac{R}{G}$, à partir de la relation [6] qui se met sous la forme :

$$C_0 \frac{R}{G} < \frac{D}{m} \frac{k_0}{1-k_0}$$

D peut être pris égal à $3.10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$.

m $\approx$ 100°C pour 40 pour cent.

La condition ci-dessus s'écrit :

$$[11] \quad \frac{C_0 R}{G} < 1,2 \cdot 10^{-6}$$

---oo0oo---

C H A P I T R E I I I

APPAREILLAGE EXPERIMENTAL

3.1. Source d'énergie

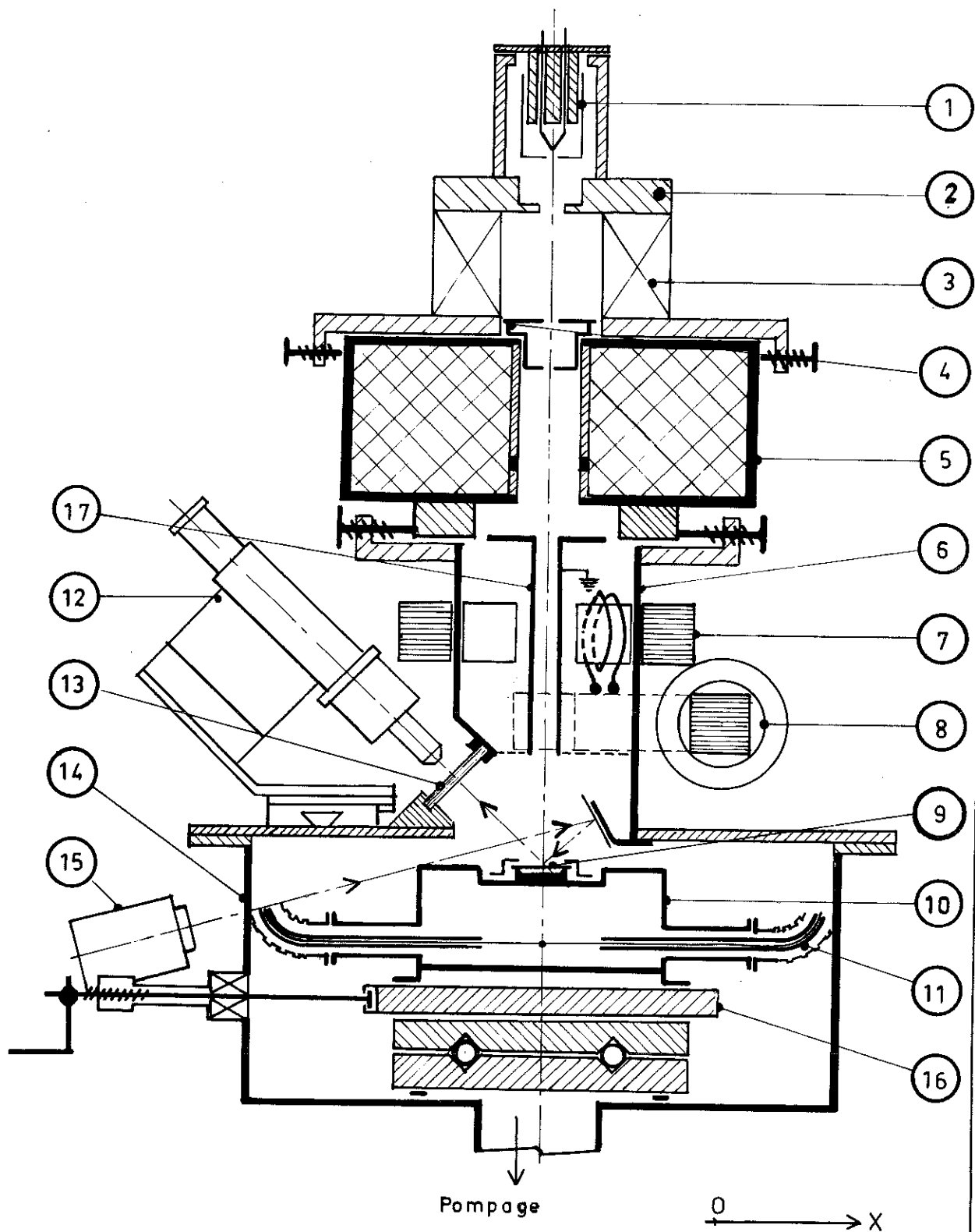
La relation [11] du chapitre précédent nous indique qu'il faut créer un gradient de température élevé à l'interface de recristallisation, si l'on veut éviter d'être contraint à l'utilisation de vitesses de cristallisation trop faibles et difficiles à maintenir uniformes. Ceci implique une source d'énergie suffisamment intense et à forte densité de puissance. Il faut environ 2 watts pour former une zone de 1 cm sur une couche d'étain déposée sur un support en verre de 0,2 mm d'épaisseur (Annexe II).

Le rayonnement thermique, issu d'un fil chauffé par effet joule et tendu parallèlement à l'échantillon, a d'abord été utilisé par Ernst Leitz Gesellschaft, pour la recristallisation de matériaux fluorescents pour écrans (46), puis par Williamson (28) pour la recristallisation de couches d'antimoniure d'Indium. Ce procédé n'est pas favorable à l'obtention de fortes densités de puissance, ce qui n'est pas le cas du bombardement électronique (47).

La mise en oeuvre la plus commode consiste à défléchir alternativement, suivant une loi convenable, le faisceau d'électrons issu d'un canon. Si le mouvement est assez rapide, l'effet thermique, à l'impact, est uniforme sur le segment balayé par ce que nous appellerons le spot, de même que l'effet lumineux produit sur l'écran d'un oscilloscope apparaît uniforme pour des vitesses de balayage suffisamment rapides. L'effet thermique ainsi produit est utilisé pour former la zone fondue. Sa translation peut être obtenue soit par déplacement de l'échantillon (zone immobile dans l'espace) (48), soit par une déflexion du faisceau perpendiculaire à la précédente (échantillon immobile). C'est la méthode la plus utilisée.

.../...

Fig. 3.10 (p. 28) - Appareil à faisceau d'électrons.



Appareil à faisceau d'électrons

fig 3.1

Le bombardement électronique, nettement plus complexe que le fil chaud, autorise cependant une bien plus grande souplesse d'utilisation, ce qui a déterminé notre choix. On trouvera une étude des performances du faisceau d'électrons aux références (49) (50) (51).

3.2. Appareil à faisceau d'électrons

Nous avons converti un microscope électronique RCA type EMU en appareil à faisceau d'électrons, conçu autour du canon, du condenseur et du système de pompage originaux (fig. 3.1, p.31 et fig. 3.10, p.28).

Le canon à électrons (fig. 3.2a, p.34) est du type classique à filament en tungstène, polarisé automatiquement et chauffé par un courant alternatif de 185 Khz (fig. 3.2b, p.34). Le filament d'origine, de diamètre 0,07 mm, a dû être remplacé par un filament de 0,15 mm dont la durée de vie s'est révélée bien supérieure dans nos expériences. Le secondaire du transformateur d'alimentation a été rebobiné en conséquence.

Prismes de déviation : Le faisceau, après passage dans le condenseur, est dévié dans deux directions perpendiculaires, X'OX, Y'OY (fig. 3.3, p. 37) Les déviations sont obtenues par les champs d'induction agissant respectivement suivant les directions Y'OY et X'OX.* (On trouvera une étude sur les prismes de déviation à la référence (58)).

Le champ d'induction $\vec{b}_y$, agissant suivant la direction Y'OY et produit par le circuit magnétique (8), varie suivant la loi :

$$b_y = B_y \left(-1 + 2\frac{t}{T} \right) \quad 0 \leq t < T$$

B_y est la valeur maximale du champ

T est la durée d'une passe.

* On n'a pas retenu la possibilité de dévier le faisceau par des champs électriques. La forte tension d'accélération (50KV) et l'encombrement restreint de l'appareil auraient conduit à des potentiels élevés, d'utilisation délicate.

Cette loi est représentée par la figure 3.4. (p. 34). La déviation du faisceau est proportionnelle à y , et le déplacement linéaire du spot, à la déviation angulaire puisqu'elle reste faible.

En conclusion, le déplacement du spot suivant la direction $Y'OY$ suit la loi linéaire suivante :

$$e_y = E_y \left(-1 + \frac{2t}{T} \right)$$

représentée sur la figure 3.4. (p.34).

Comme, généralement, la durée d'une passe est de l'ordre de quelques minutes, le champs y et le courant i_y qui le produit, sont proportionnels et par conséquent :

$$i_y = I_y \left(-1 + \frac{2t}{T} \right)$$

Cette fonction est représentée graphiquement par la figure 3.4. (p.34).

Le schéma de l'alimentation de la bobine est donné figure 3.6. (p.40). La variation linéaire est produite par le mouvement uniforme du curseur d'un potentiomètre à rotation. Le mouvement de rotation est obtenu par un moteur synchrone. La valeur maximale I_y , du courant i_y , injecté dans la bobine, est déterminée par un couple de diodes ZF8,2, montées en opposition, et limitant la tension aux bornes de la charge sur laquelle débite l'amplificateur. La durée de variation T est fixée par la vitesse de rotation du moteur d'entraînement du potentiomètre (1t/h, 4t/h, 0,25t/h), et par le gain de l'amplificateur. La vitesse de la zone est comprise entre 0,6 μ /s et 62,5 μ /s. L'amplitude du déplacement est 6,8 mm.

La linéarité de i_y a été garantie :

1) par le choix :

- d'un potentiomètre de qualité (MCB H33 de 470K) dont le défaut de linéarité est inférieur à 2.10^{-4} .

.../...

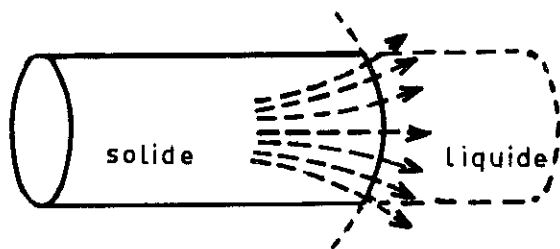


fig 2.12

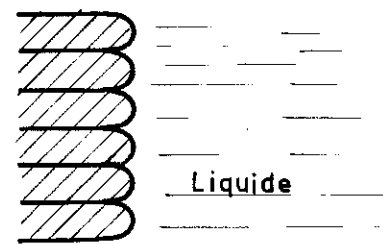


fig 2.13

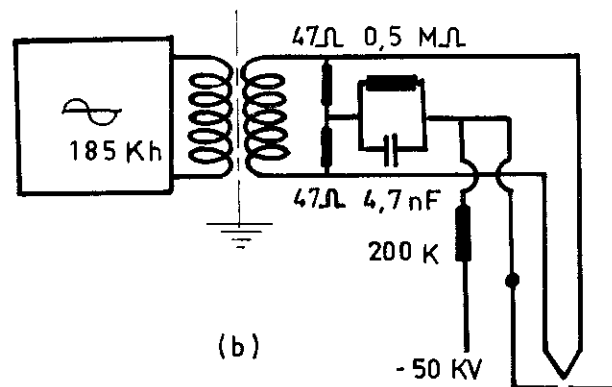
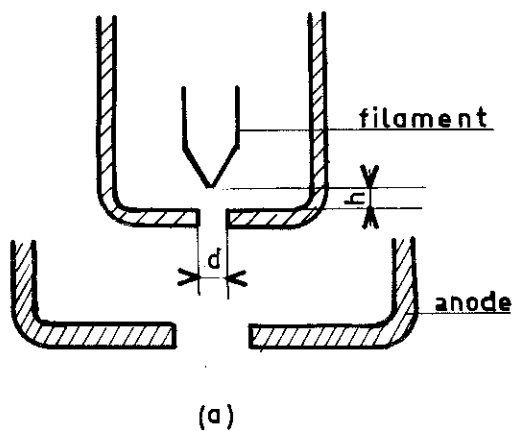


fig 3.2

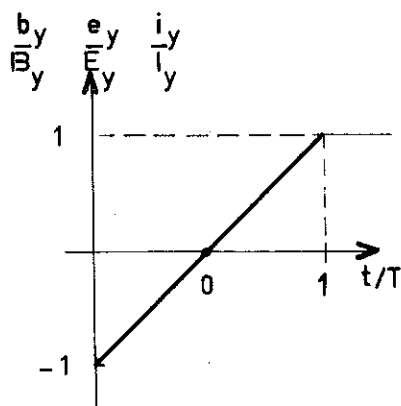


fig 3.4

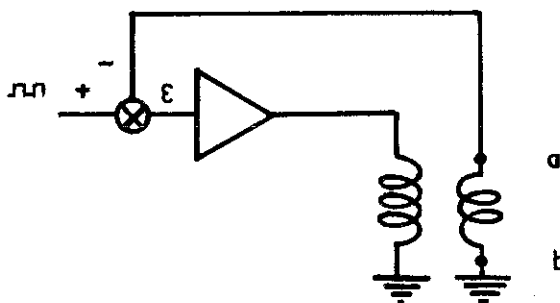


fig 3.5

- d'un amplificateur à très haute impédance d'entrée ($10^{12}\Omega$).
- d'un moteur synchrone pour l'entraînement du potentiomètre.

2) par l'interposition d'un filtre à résistance capacité entre le potentiomètre et l'amplificateur pour éliminer les non-linéarités produites par les défauts d'engrenement, issus du réducteur associé au moteur.

En faisant sauter le curseur de l'extrémité de la piste à l'origine, on obtient la décharge du condensateur du filtre d'entrée dans la résistance de $1,8\text{ M}\Omega$. En choisissant le gain le plus élevé de l'amplificateur, et compte tenu de la saturation qu'il introduit, on obtient une tension qui varie à peu près linéairement. Ceci permet d'obtenir de grandes vitesses de déplacement. Avec $1,8\text{ M}\Omega$ et $1\mu\text{F}$, la vitesse moyenne est $0,75\text{ cm/s}$.

Le champ d'induction b_x agissant suivant la direction $X'OX$ et produit par le circuit magnétique ⑦, est périodique à la fréquence de 1000 Hertz. La vitesse de déplacement du spot doit être constante pour qu'il y ait chauffage uniforme sur la zone. A 1000 Hertz, des effets d'induction apparaissent, détruisant la proportionalité entre le courant et le champ d'induction produit par lui. Le déplacement à vitesse uniforme du spot ne peut être obtenu qu'en asservissant sa vitesse à un signal carré (fig. 3.5, p.34)

Une bobine ab , captant le champ b_x , délivre une tension proportionnelle à $\frac{db_x}{dt}$. La différence ϵ entre cette tension et le signal d'entrée, est injectée avec le signe convenable à l'entrée d'un amplificateur à grand produit gain - bande (15MHz). Le niveau du signal d'entrée, variable continûment dans trois gammes différentes, fixe l'amplitude du balayage.

Plus précisément, l'asservissement idéal de la vitesse à un signal carré ne peut pas être obtenu, puisque pour tout asservissement, il faut toujours choisir un compromis entre la stabilité et la précision (81) dont le niveau dépend du gain de l'amplificateur. Son réglage constitue d'ailleurs l'un des points délicats de l'expérience.

.../...

L'intérieur de l'appareil est traversé par des électrons "errants". Ceux-ci peuvent être des électrons "perdus", issus directement du faisceau incident. Ils peuvent provenir également de la rétrodiffusion par la cible, des électrons incidents. Les isolants entrant dans la construction des bobines associées aux circuits magnétiques, se chargent et se déchargent sous leur action, occasionnant des oscillations parasites du faisceau. Ces perturbations ont pu être supprimées en plaçant dans les entrefers des circuits magnétiques, un tube doré relié à la terre, jouant le rôle d'écran électrique pour le faisceau.

Chambre

La chambre de travail proprement dite comporte une table dont les chariots peuvent se déplacer suivant les directions $X'OX$ et $Y'OY$, par le moyen d'un système vis-écrou.

Sur la table, on trouve :

- le support d'échantillon,
- un écran fluorescent pour la visualisation du spot (non représenté sur la fig. 3.1, p. 31).
- une cage de Faraday pour l'étalonnage du faisceau (non représentée sur la fig. 3.1).

Support d'échantillon (fig. 3.7, p.37 et 3.11., p. 38)

L'échantillon ④ est mis en place sur le chapeau ⑧ du support comme l'indique la figure 3.7b. Une couche de graisse de conductibilité connue est interposée entre le chapeau et l'échantillon. Elle assure la conduction de la chaleur dissipée dans l'échantillon, par le faisceau. L'épaisseur de cette couche est fixée pour obtenir un gradient de température recherché dans l'échantillon (voir l'annexe II).

.../...

- 1) Vis de serrage
- 2) Plaque de serrage
- 3) Pièce de centrage d'échantillon
- 4) Substrat
- 5) Tube souple
- 6) Corps
- 7) Thermocouple
- 8) Chapeau
- 9) Joint d'étanchéité

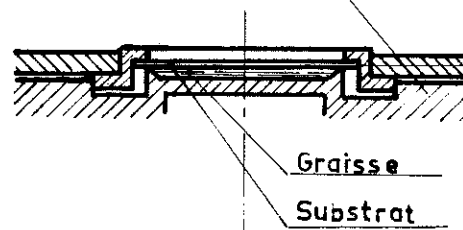
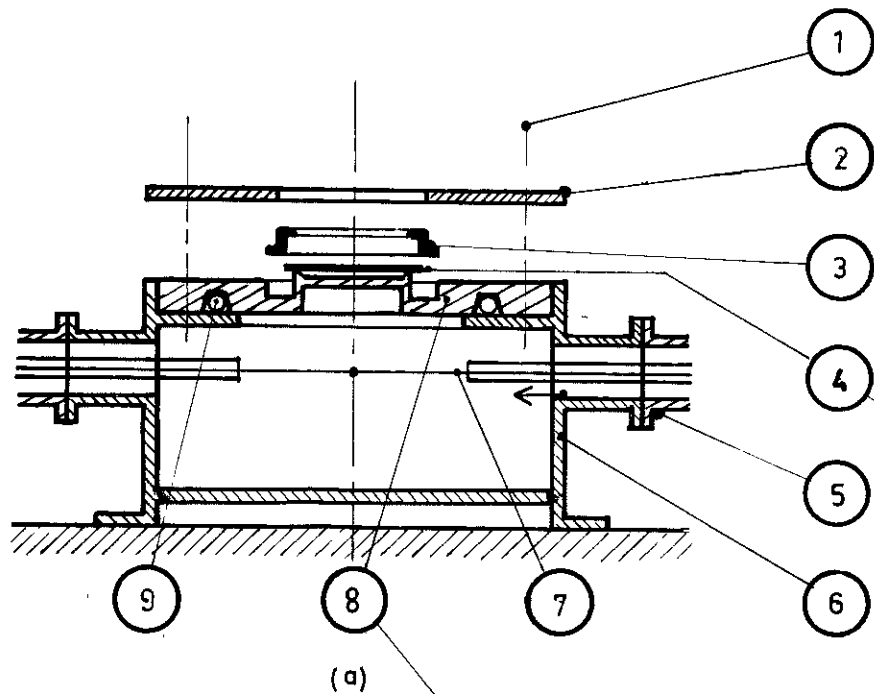


fig 3.7

- 7) Circuit magnétique de déviation rapide
- 8) Circuit magnétique de déviation lente
- 17) Ecran électrique

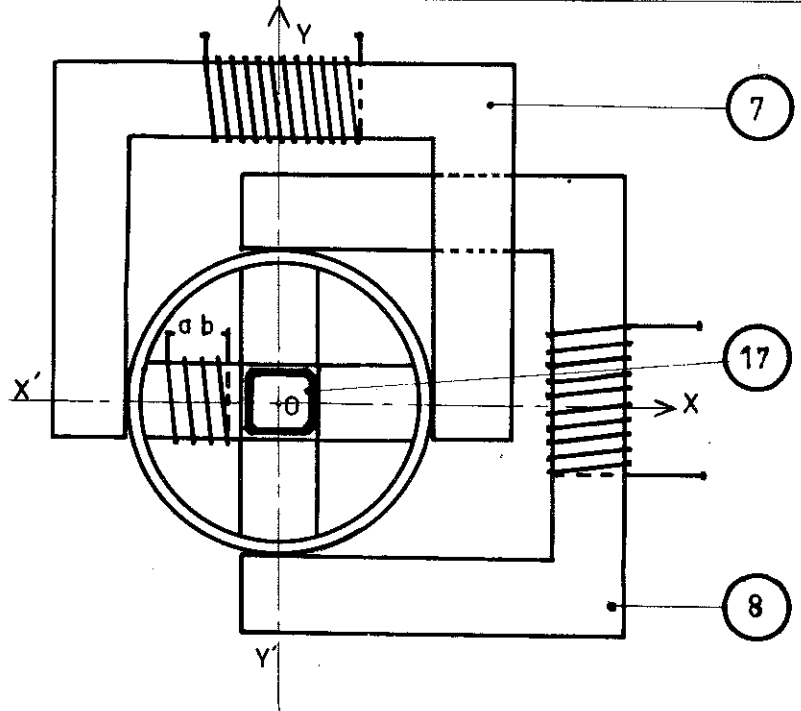
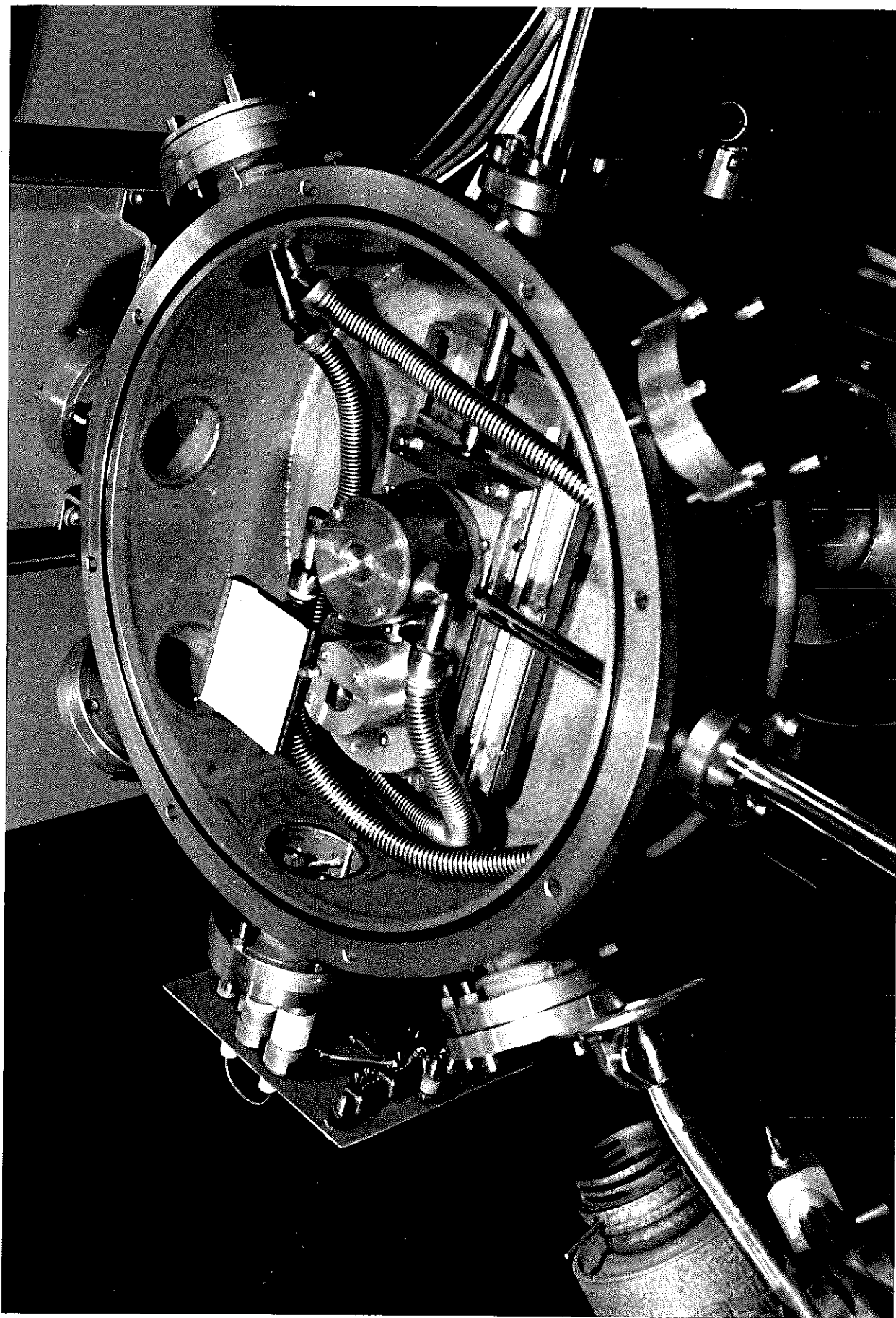


fig 3.3



La circulation d'un fluide (air, eau, ...) est prévue dans le support pour le maintenir à une température souhaitée, contrôlée par thermocouple.

Cage de Faraday

Les caractéristiques du faisceau (courant électronique, diamètre du spot, densité de courant) sont étudiées par la méthode de la cage de Faraday utilisée par plusieurs auteurs (52) (53) (54) (51).

Le faisceau est dévié sinusoïdalement à la fréquence de 50 Hz. Dans son déplacement, il coupe un cache en aluminium finement aiguisé, relié à la terre. Les électrons ne frappant pas le cache, sont recueillis par une cage de Faraday en aluminium, reliée à la masse par une résistance dont la tension aux bornes, amplifiée, est envoyée sur l'entrée Y d'un oscilloscope. Le signal alternatif de balayage est envoyé sur l'entrée X, par un circuit déphaseur non représenté sur la figure 3.8, p.40 .

La lecture de l'oscillogramme fournit après étalonnage, le courant et le diamètre du spot.

Le choix de l'aluminium pour la cage de Faraday est justifié par le fait que les éléments de faible numéro atomique rétrodiffusent peu les électrons (55). La fraction perdue des électrons rétrodiffusés peut être réduite en limitant l'ouverture supérieure de la cage de Faraday. Enfin, l'arête du cache doit être maintenue constamment dans le meilleur état de propreté, pour éviter les déviations parasites du faisceau.

3.3. Mesure des paramètres du faisceau

Les caractéristiques du faisceau électronique (courant utile i en fonction du courant électronique global i_B) dépendent :

- du diaphragme (diamètre d),

.../...

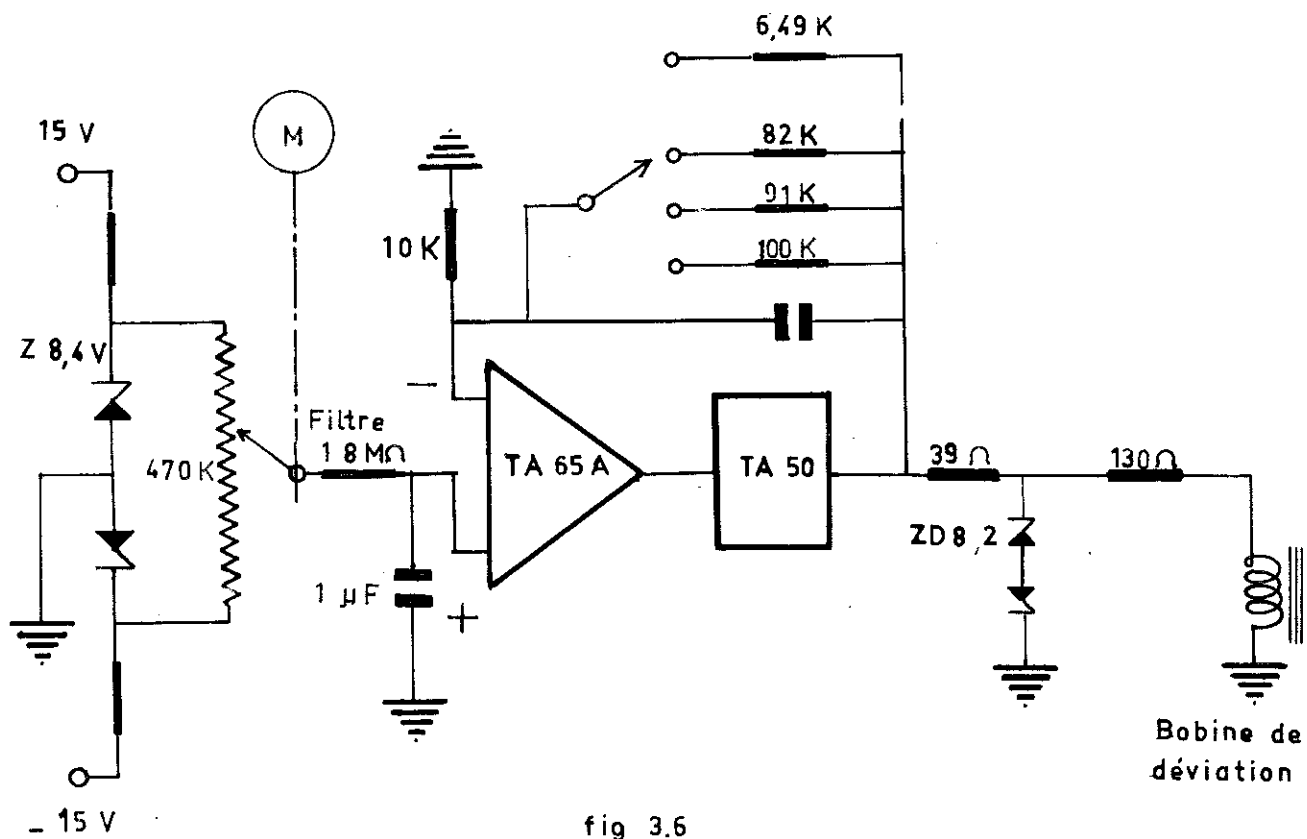


fig 3.6

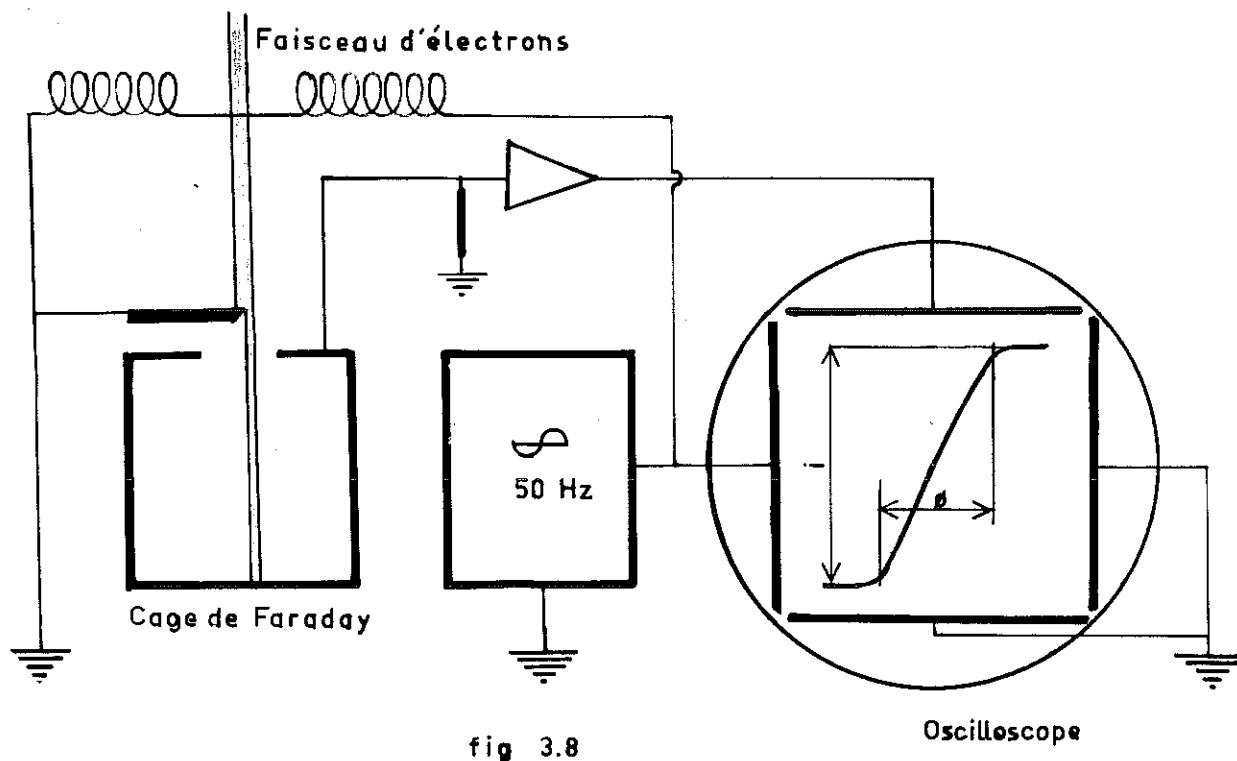
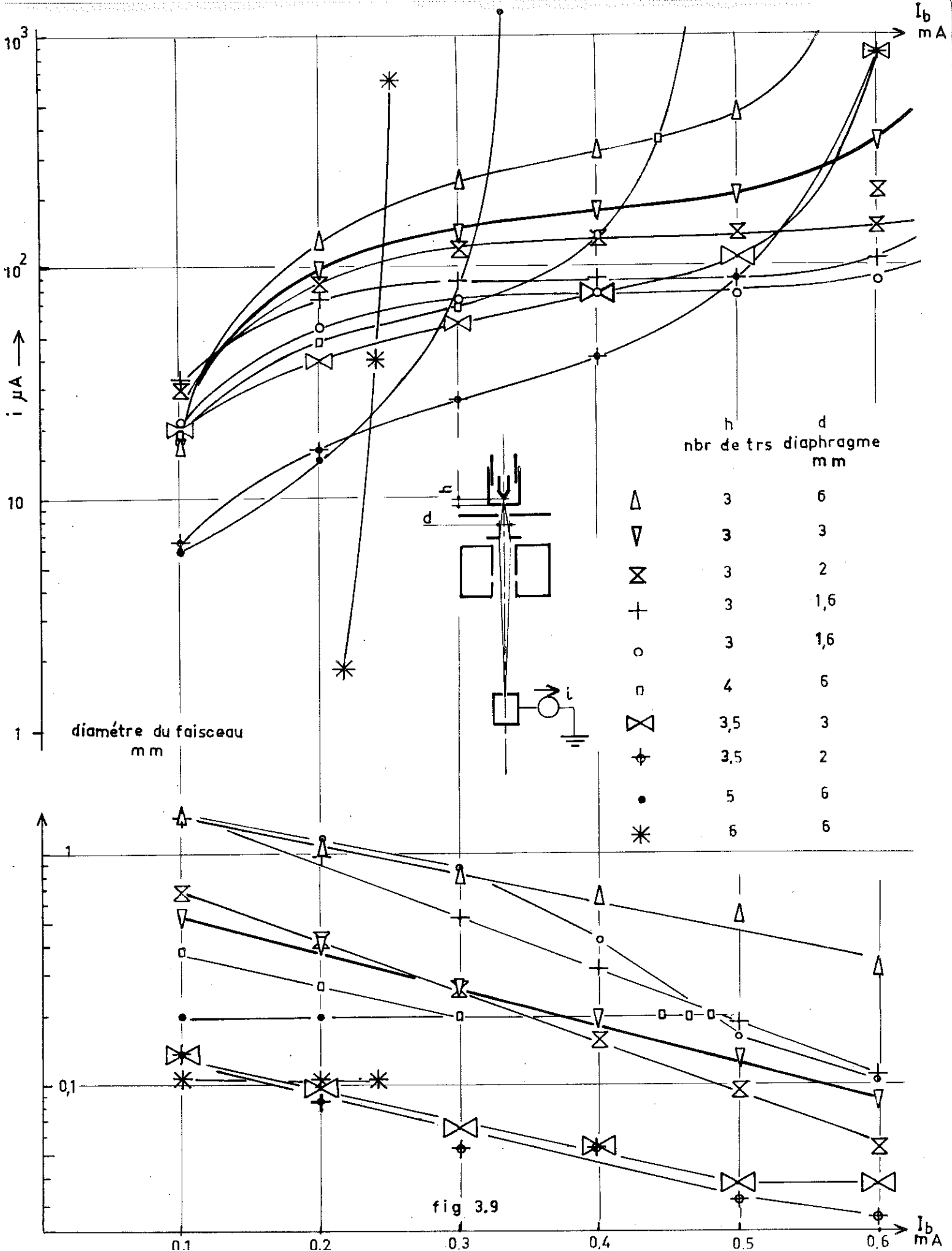


fig 3.8

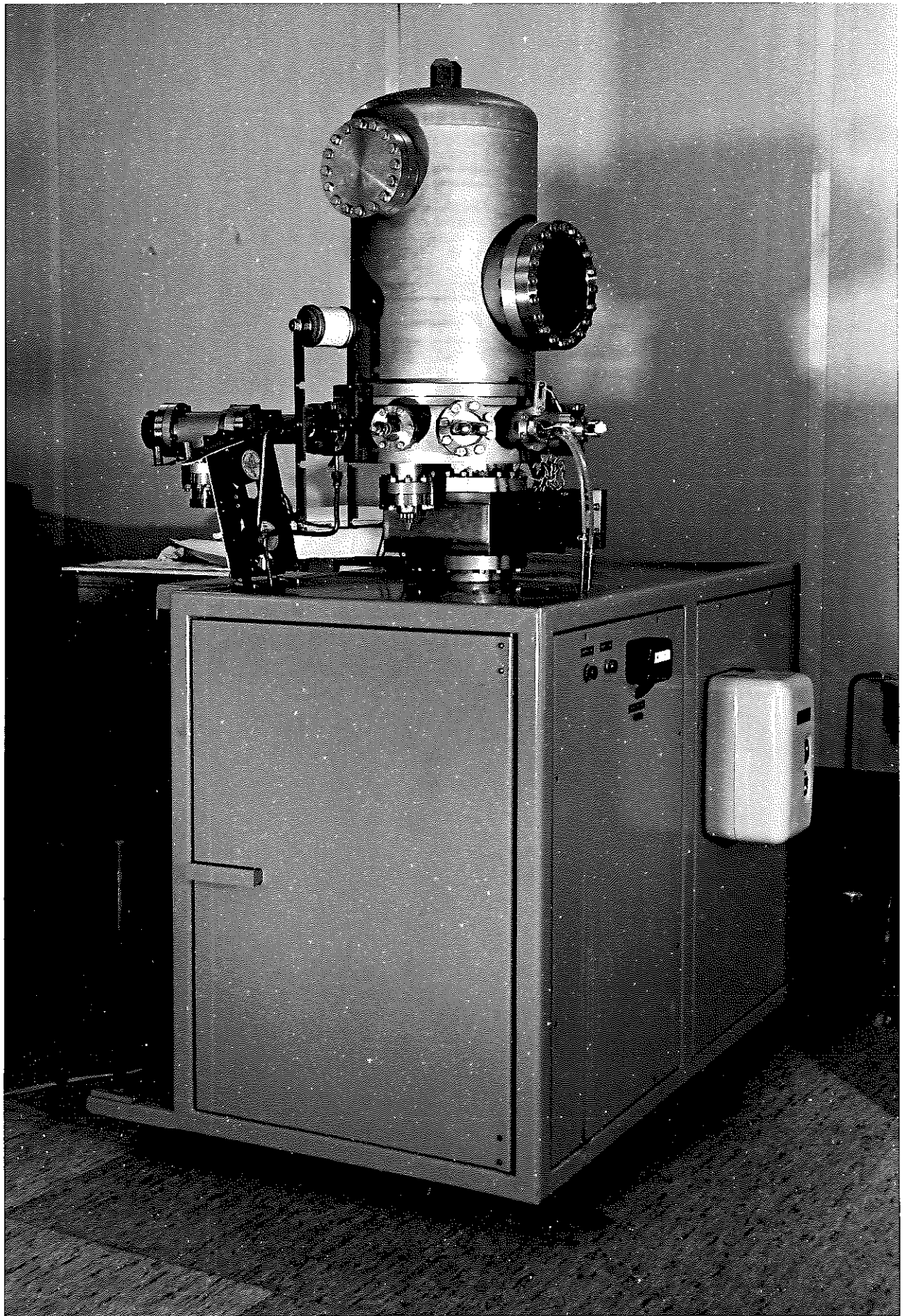


- du déplacement h de l'électrode de concentration dont le réglage se fait par vissage (1 tour équivaut à un déplacement de 0,8 mm environ).

Le diamètre du faisceau dépend en outre de l'excitation du condenseur.

Les caractéristiques et les diamètres minimaux du faisceau sont donnés fig. 3.9, (p. 41).

---oo0oo---



CHAPITRE IV

EVAPORATION DES ALLIAGES D'ETAIN PLOMB

La relation [11], nous indique la valeur maximum C_M de la concentration qui peut être admise dans les alliages à traiter :

$$C_M \% = 1,2 \cdot 10^{-6} \frac{G}{R}$$

où G est le gradient de température dans le liquide, à l'interface liquide-solide et R , la vitesse de translation de la zone.

En admettant un gradient de $1000^\circ\text{C}/\text{cm}$ et une vitesse de $10\mu/\text{s}$, la concentration maximale des alliages à traiter est :

$$1,2 \cdot 10^{-6} \frac{10^3}{10^{-3}} = 1,2 \%$$

4.1. Techniques d'évaporation

Trois techniques sont possibles (56) :

- 1) Evaporation des deux constituants mélangés dans le même creuset.
- 2) Evaporation Flash.
- 3) Evaporation à partir de deux sources séparées.

Le plomb étant nettement plus volatil que l'étain, la première solution est exclue.

L'évaporation flash garantit la composition de l'alliage à condition que celui-ci soit au préalable fabriqué et réduit en fines particules.

.../...

Fig. 4.7. (p. 43) - Groupe à vide pour l'évaporation des couches.

La préparation à partir de deux sources permet de faire varier la composition de l'alliage évaporé, en modifiant l'une des vitesses d'évaporation par rapport à l'autre. Pour cela, on peut agir sur la température du creuset ou sur la section de l'orifice par lequel s'échappe la vapeur.

Si les sources sont chauffées séparément, les températures des creusets doivent être très bien régulées.

Une autre difficulté concerne l'obtention, sur toute la couche évaporée, d'une concentration uniforme.

Ces deux difficultés ont été résolues en choisissant un système de creusets de révolution, dans lequel le creuset contenant le plomb est chauffé par le rayonnement du creuset contenant l'étain.

4.2. Description de l'installation.

Les deux sources sont placées dans un groupe de pompage d'ultravide, comprenant (fig. 4.1, p.46 et 4.7, p.43).

- Une pompe ionique de 200 l ①
- Un sublimateur de titane ②
- Une enceinte ③ dans laquelle se trouve le système de creusets ④, et un mesureur d'épaisseur à quartz piezo-électrique.

4.2.1. Système de creusets (fig. 4.2., p.46 et 4.8., p.47)

Les creusets sont en molybdène. Celui qui contient l'étain est chauffé par couplage avec une spire haute fréquence. La température est mesurée par un thermocouple en platine - platine rodhié à 10%, placé sous une gaine en platine. La tête du mesureur à quartz piezo-électrique dont la fréquence d'oscillation est de 5 MHz, se trouve en regard des sources.

.../...

Fig. 4.8. (p. 47) - Détail du dispositif d'évaporation.

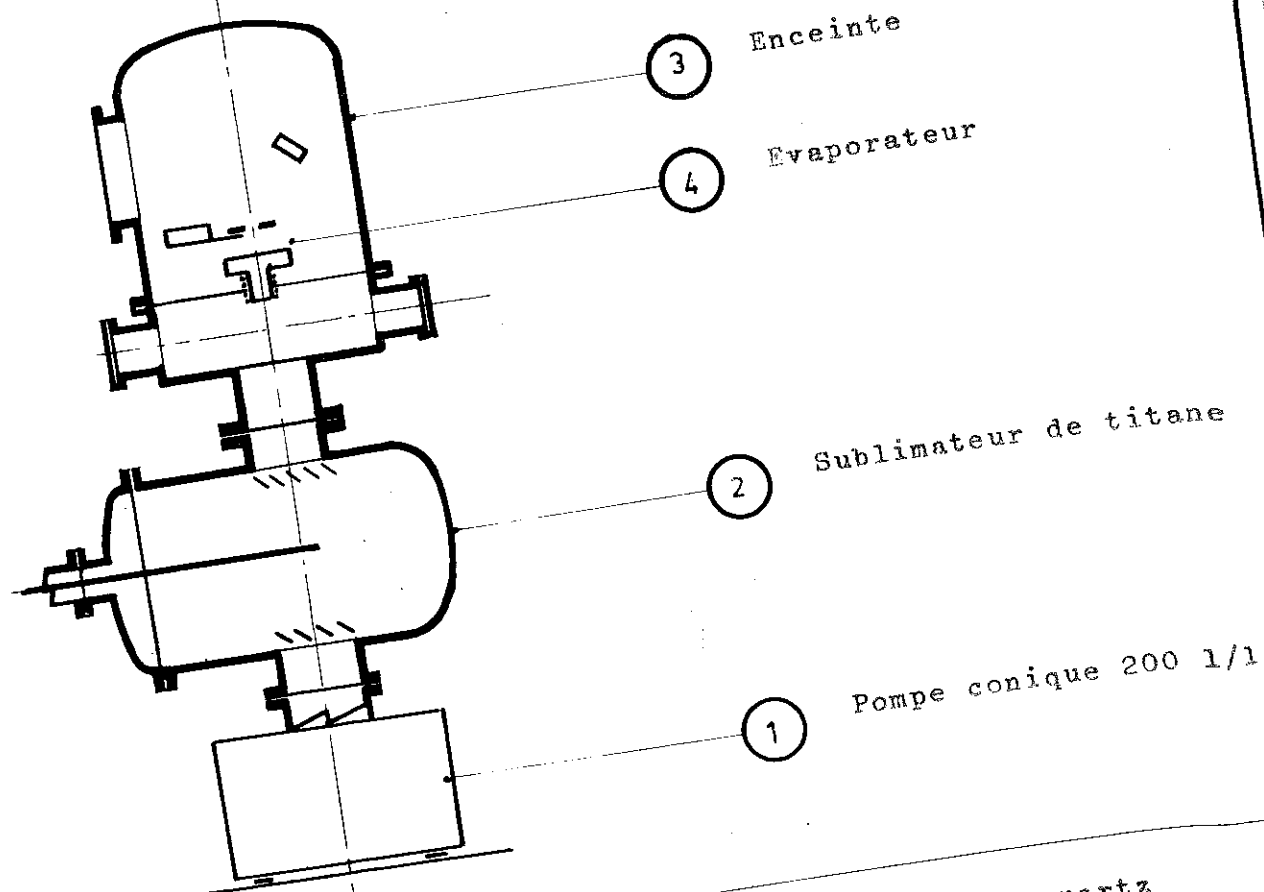


fig 4.1

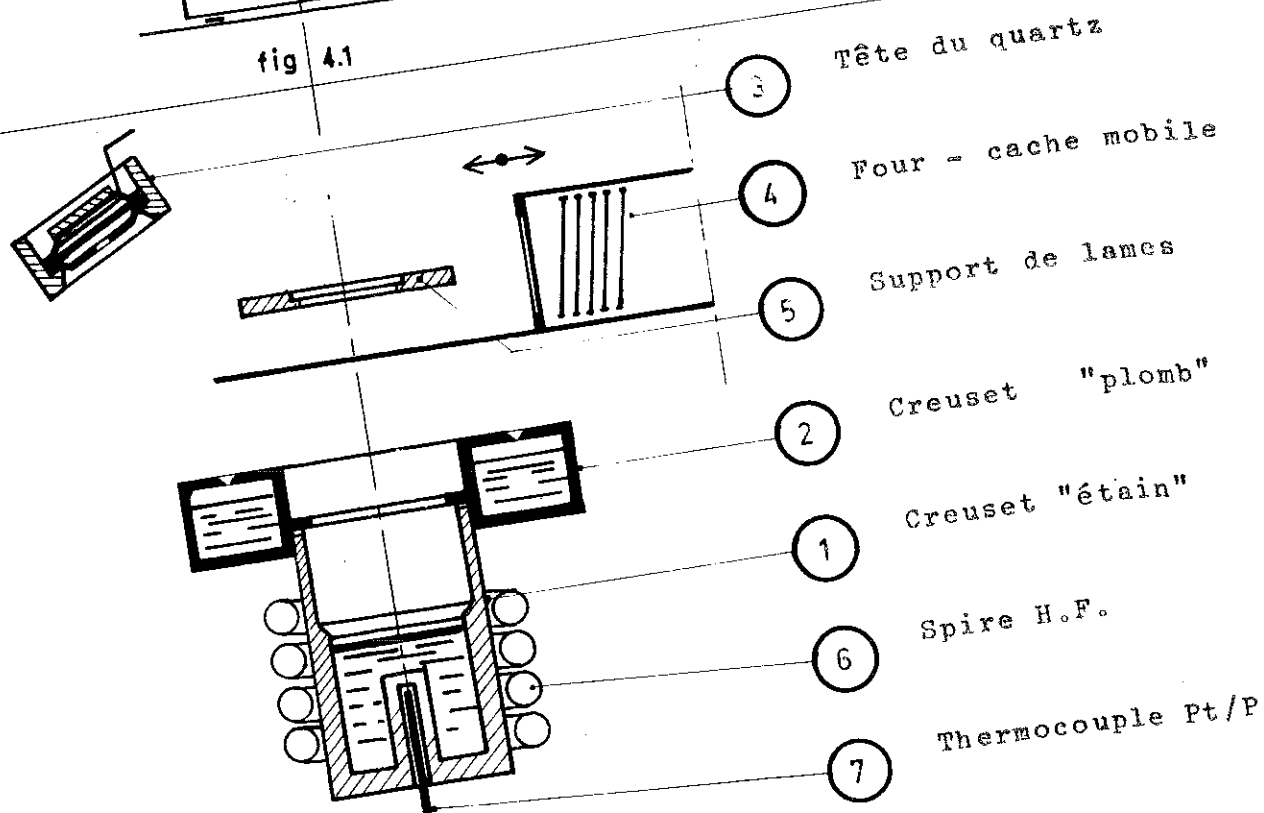
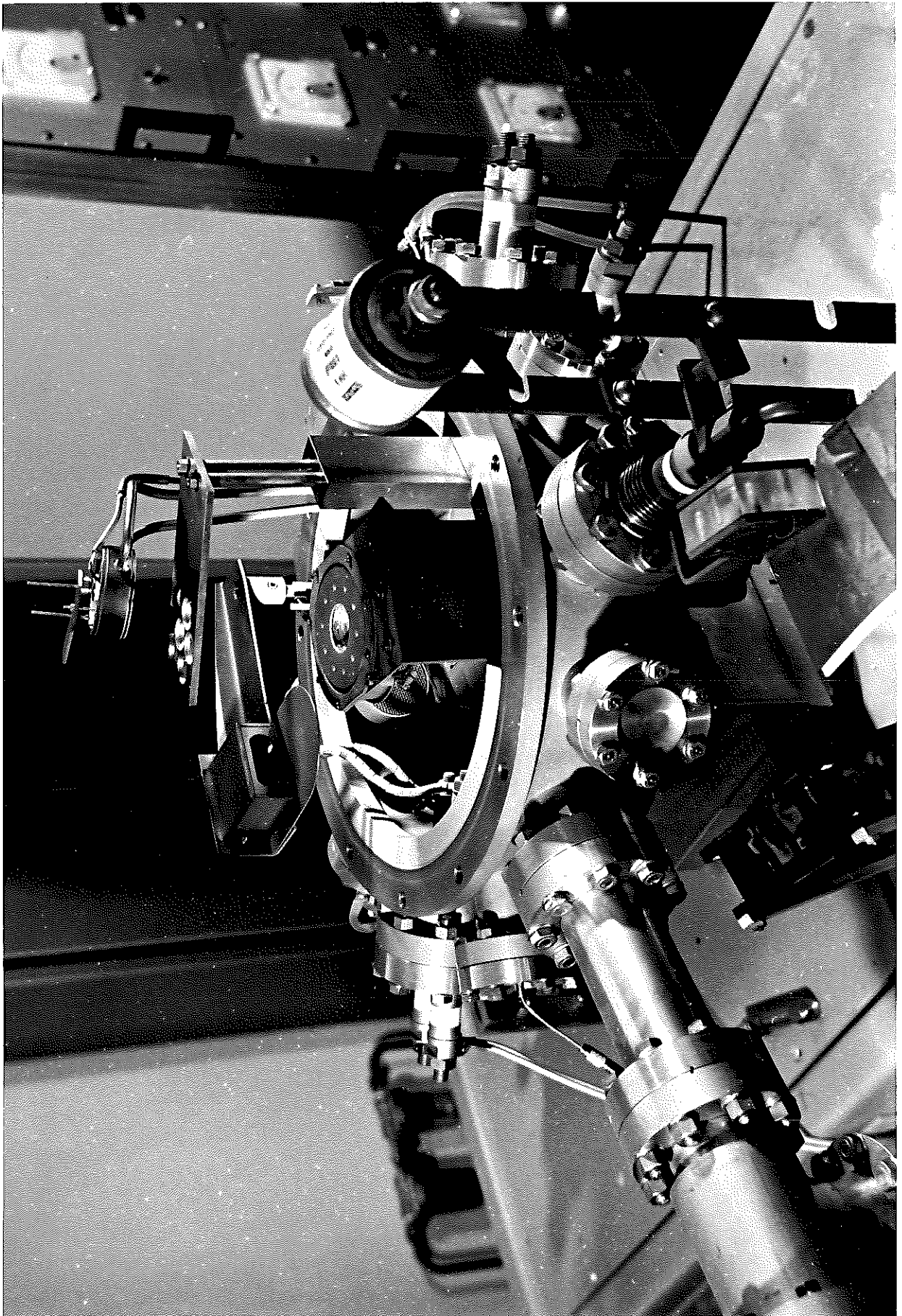


fig 4.2



La dérivée logarithmique de la fréquence, $\frac{dF}{F}$, est proportionnelle à la masse évaporée, dans une plage de variation suffisamment faible. La mesure de la fréquence de vibration du quartz, ainsi que celle de sa dérivée par rapport au temps, nous renseignent, respectivement, sur la masse évaporée ainsi que sur la vitesse d'évaporation.

4.2.2. Etalonnage de l'évaporateur à deux sources

Le but est de déterminer la relation entre la température du creuset contenant l'étain et la concentration de l'alliage évaporé sur le substrat. La méthode consiste à relever successivement la vitesse d'évaporation de chacun des constituants, en fonction de la température du creuset, d'où l'on déduit la concentration comme nous le montrerons ci-dessous.

Pour cela, admettons les hypothèses suivantes :

1- En régime stationnaire, la répartition spatiale des flux d'atomes évaporés, à partir de chacun des creusets, est indépendante de leur température.

2- Les coefficients de condensation, pour chacun des métaux, sont identiques sur le substrat et sur le quartz.

Nous notons par m_i , la quantité condensée par unité de surface. Les indices 1, 2, q, s se rapportent, respectivement, au plomb, à l'étain, au quartz et au substrat.

d est la déviation, lue sur l'appareil, exprimée en hertz par seconde. Les relations :

$$[12] \quad d_1 = a_1 \frac{\delta m_1 q}{\delta t}$$

$$d_2 = a_2 \frac{\delta m_2 q}{\delta t}$$

où a_1 et a_2 sont des constantes, expriment la proportionnalité entre les vitesses de condensation au niveau du quartz et la lecture sur l'appareil (57

.../...

Les hypothèses ci-dessus permettent d'écrire :

$$[13] \quad \frac{\delta m_1 q / \delta t}{\delta m_2 q / \delta t} = \frac{\delta m_1 s / \delta t}{\delta m_2 s / \delta t} = C \quad *$$

où C est la concentration de l'alliage évaporé, exprimée par le rapport des masses de chacun des éléments.

Finalement,

$$[14] \quad C = \frac{a_2}{a_1} \frac{d_1}{d_2}$$

La concentration est proportionnelle au rapport des lectures d_1 et d_2 .

Les relations [13] s'écrivent :

$$[15] \quad \frac{\delta m_1 q / \delta t}{\delta m_1 s / \delta t} = \frac{\delta m_2 q / \delta t}{\delta m_2 s / \delta t} = \alpha$$

[12], compte tenu de [15], devient :

$$[16] \quad \left\{ \begin{array}{l} d_1 = a_1 \alpha \frac{\delta m_1 s}{\delta t} \\ d_2 = a_2 \alpha \frac{\delta m_2 s}{\delta t} \end{array} \right.$$

Pour deux expériences de durées respectives, T_1 et T_2 , on détermine $a_1 \alpha$ et $a_2 \alpha$ à partir des relations :

$$[17] \quad \left\{ \begin{array}{l} a_1 \alpha = \frac{\int_0^{T_1} d_1 \delta t}{m_1 s} \\ a_2 \alpha = \frac{\int_0^{T_2} d_2 \delta t}{m_2 s} \end{array} \right.$$

* En toute rigueur, la définition de la concentration est :

$$C = \frac{\delta m_1 / \delta t}{\delta m_1 / \delta t + \delta m_2 / \delta t} ; \text{ comme } \delta m_1 / \delta t \text{ est petit devant } \delta m_2 / \delta t, \text{ dans les}$$

expériences envisagées, on peut écrire :

$$C = \frac{\delta m_1 / \delta t}{\delta m_2 / \delta t}$$

.../...

Les intégrales représentent les dérivées totales de la fréquence du quartz entre le début et la fin des expériences.

m_1s et m_2s sont connus par pesée.

Ensuite, le rapport $\frac{a_2}{a_1}$ de [14] peut être calculé.

Il est plus commode d'écrire la relation [14] sous forme logarithmique, puisque $\log d_1$ et $\log d_2$ varient linéairement en fonction de $1/T$, comme le prouve l'expérience (fig. 4.3., p. 51). Alors :

$$[18] \quad \log C = \log \frac{a_2}{a_1} + \log d_1 - \log d_2$$

L'expérience donne : $\frac{a_2}{a_1} = 1,682$

La variation de concentration en fonction de la température est représentée sur la figure 4.3. On constate qu'elle est lente.

Les couches sont évaporées aux environs de $1400^\circ K$, ce qui donne une concentration de 7% avec le réglage ayant servi à l'étalonnage. En diaphragmant convenablement le flux d'évaporation du plomb, on obtient une concentration voisine de 1%.

L'étalonnage est fait avec un quartz de 18 mm x 18 mm, garantissant une bonne sensibilité lorsqu'il reçoit le flux d'atomes sur toute sa surface. Pour éviter la nécessaire métallisation de la face en regard des sources avant chaque expérience, on a intercalé entre la tête et le quartz, une électrode percée d'un trou de diamètre 5mm. Avec ce nouvel arrangement, la fréquence du quartz et l'épaisseur correspondante sont étalonnées en fonction de $1/T$ (fig. 4.4. p.53).

.../...

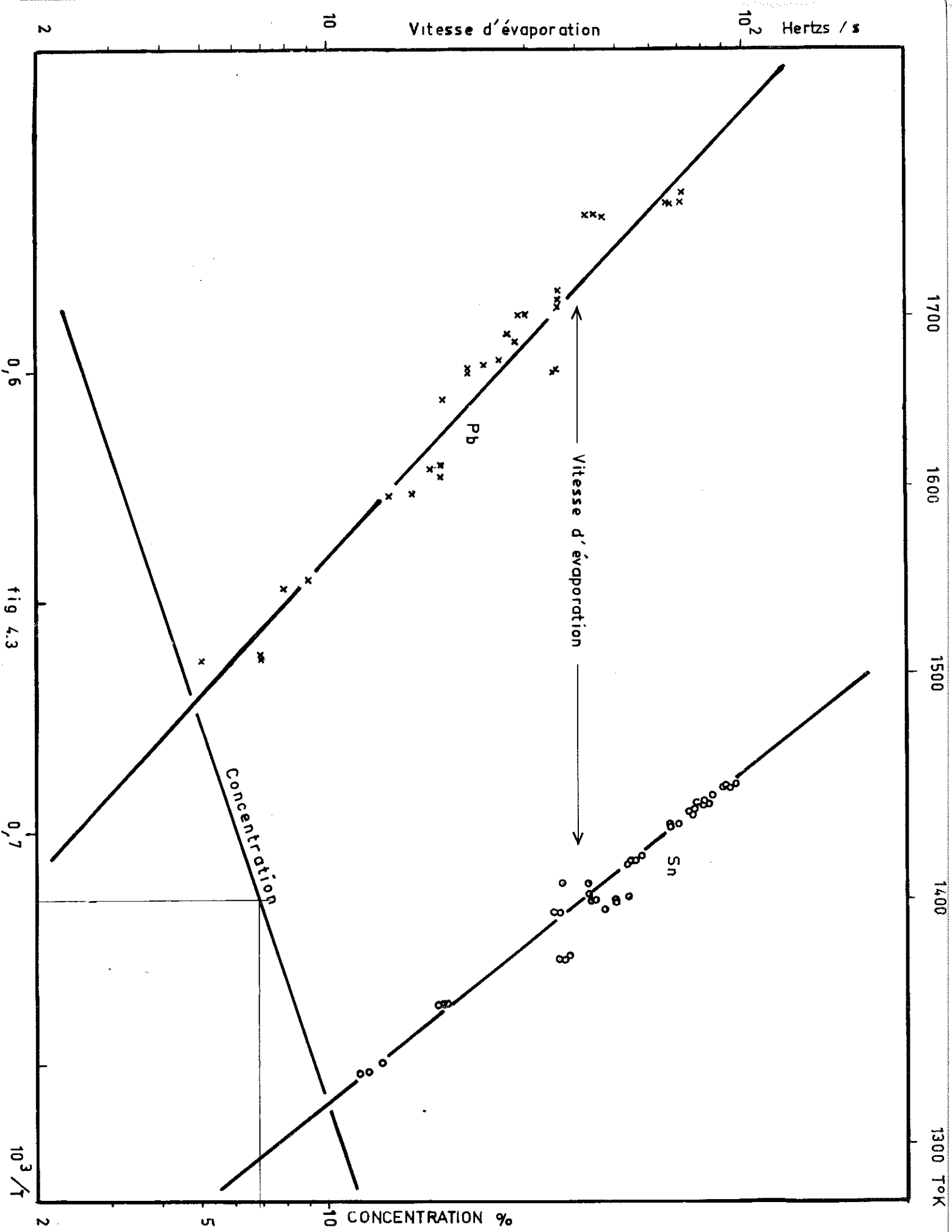


fig 4.3

4.2.3. Uniformité de la concentration.

4.2.3.1. Répartition de l'étain.

La figure 4.5a, p. 53 donne la répartition de l'épaisseur t par rapport à l'épaisseur t_0 prise dans l'axe d'une source de petites dimensions.

Le support de substrats comporte sept positions (fig. 4.5c, p. 53).

δ maxi vaut 30 mm

h vaut 145 mm

δ/h est de l'ordre de 0,2

D'après la courbe 4.5a, $t/t_0 (\delta/h=0,2) > 0,95$

4.2.3.2. Répartition du plomb.

Holland (56) a proposé la répartition uniforme d'un grand nombre de sources petites sur une circonférence, pour obtenir un dépôt uniforme sur une aire relativement grande. La conception du creuset contenant le plomb a été inspirée de cette idée.

La répartition spatiale de la matière évaporée est traduite par la relation :

$$t = \frac{mh^2}{\rho\pi} \frac{h^2+A^2+R^2}{(h^2+A^2+R^2)^{3/2}(h^2+A^2+R^2-2AR)^{3/2}}$$

représentée sur la figure 4.6a (p. 54).

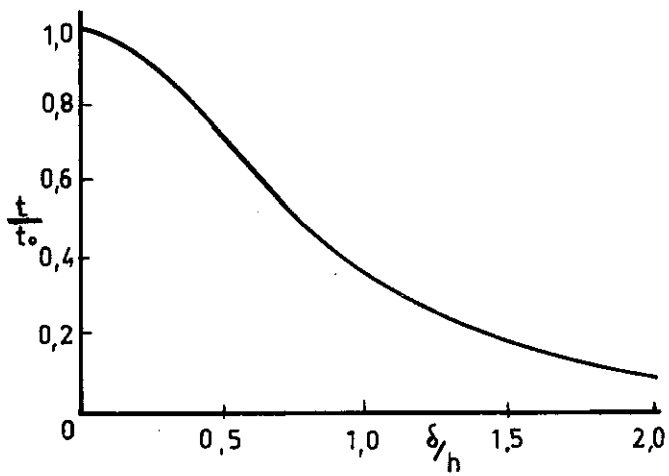
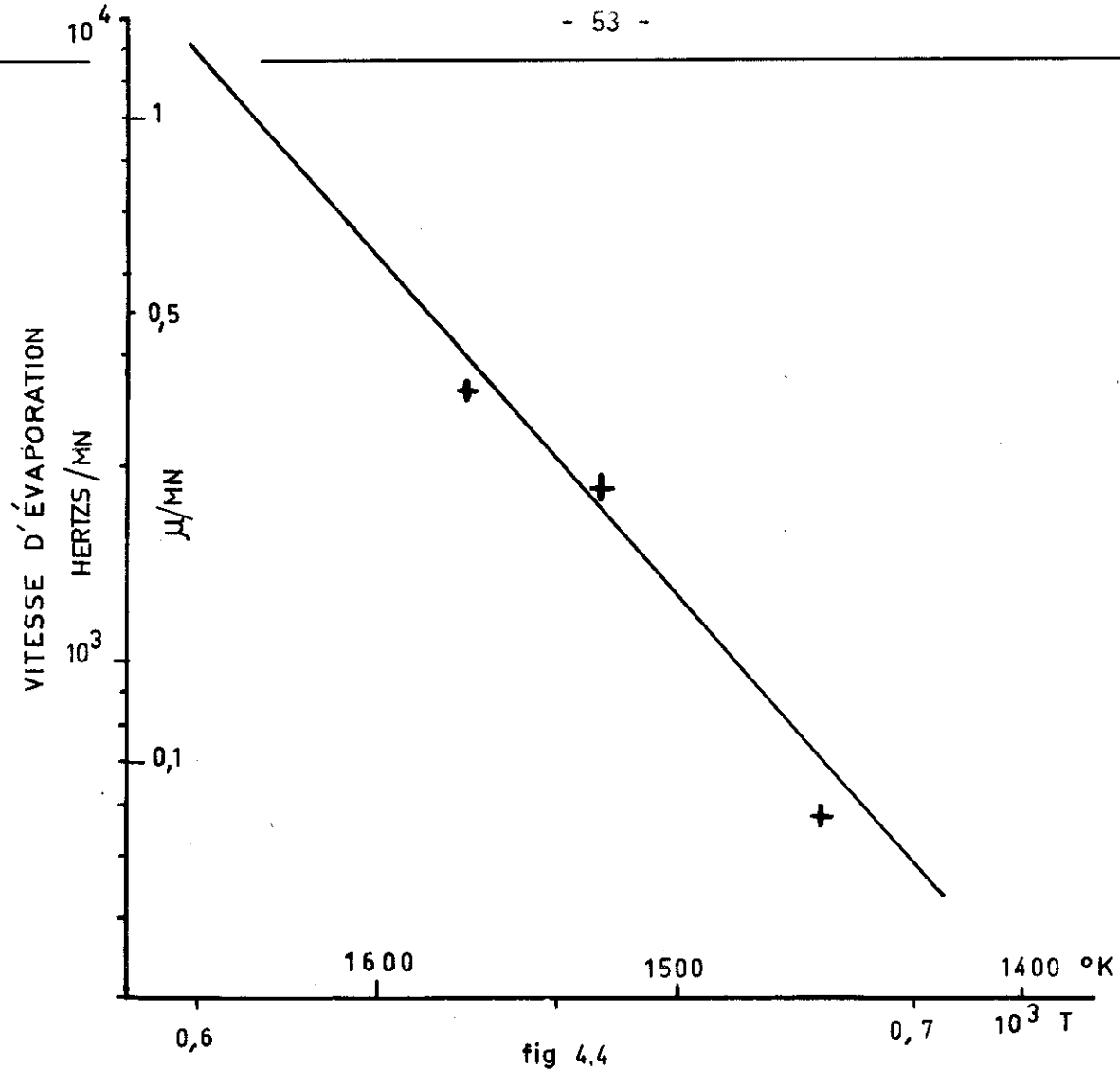
m : quantité de matière de densité ρ , évaporée par unite de surface de la source.

t : épaisseur (ou équivalent en épaisseur) condensée au niveau du substrat.

h, A, R ont les significations données sur la figure 4.6b (p. 54).

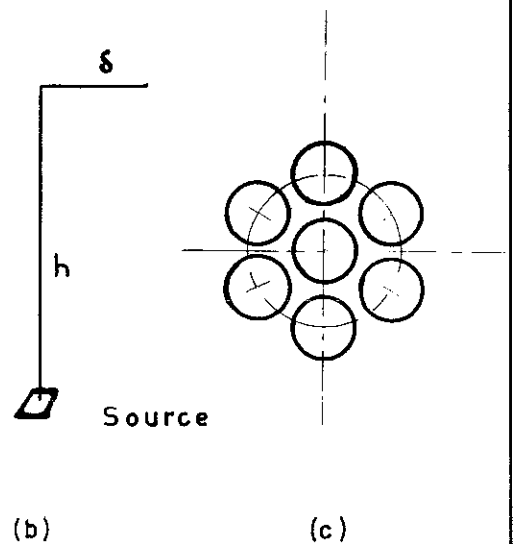
Lorsque h^2 devient nettement prepondérant sur A^2 et R^2 , t devient indépendant de A :

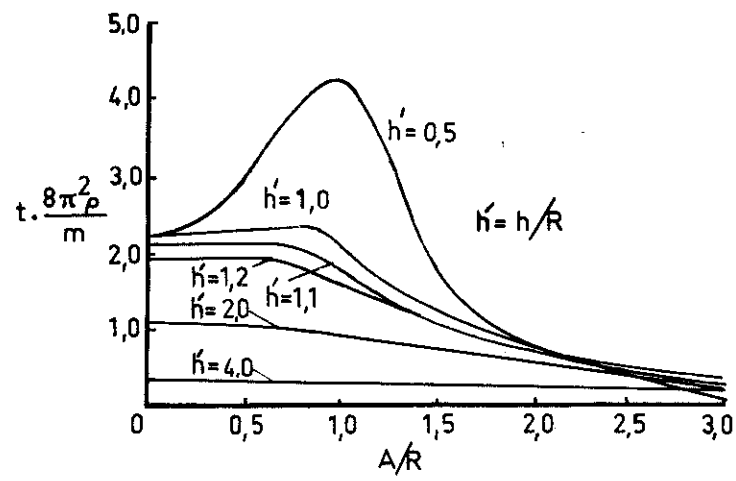
$$\frac{t\rho\pi}{m} \sim \frac{1}{h^2} \quad \dots/\dots$$



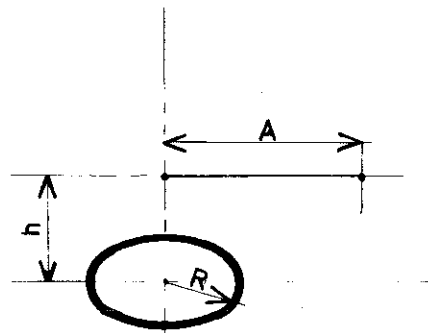
(a)
(d'après [56])

fig 4.5





(a)



(b)

fig 4.6

(d'après [56])

La géométrie choisie est justifiable de cette approximation, puisque,

$$A/R \sim 1 \quad \text{et} \quad h/R \sim 4$$

Pour les très faibles concentrations en plomb (quelques fractions de pour cent), l'appareillage que l'on vient de décrire s'est révélé d'emploi délicat et l'évaporation flash est alors préférable.

---oo0oo---

C H A P I T R E V

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Au deuxième chapitre, nous avons montré que l'on pouvait théoriquement raffiner les couches minces par fusion de zone. Nous ne nous sommes pas souciés de savoir si un tel traitement était réalisable. L'expérience nous en a révélé les difficultés. Ce chapitre est consacré à leur analyse et à l'expose des solutions apportées pour tenter de les résoudre.

5.1. Recherche des conditions expérimentales

5.1.1. Stabilité de l'appareil

Dans les paragraphes suivants, nous montrerons qu'une variation de 4% seulement, dans la puissance du faisceau, suffit pour traverser le domaine de stabilité de la zone liquide qui a pu être formée sur une couche d'étain pur.

Le défaut de stabilité en puissance de l'appareil, doit donc être nettement inférieur à ces 4%, disons, cent fois moins, soit environ 10^{-4} . Si la stabilité en tension ne pose, en principe, aucun problème, il n'en est pas de même pour le courant.

Une modification, même faible, de la puissance de chauffage du filament, peut entraîner une fluctuation importante du courant d'émission. Cet inconvénient peut être éliminé en utilisant, convenablement, un canon polarisé automatiquement, par une résistance introduisant l'effet de contre-réaction décrit sur la figure (5.1.p.57). Le courant électronique devient insensible à la température du filament, au delà d'une certaine valeur. Il ne peut être modifié que par variation de la résistance.

.../...

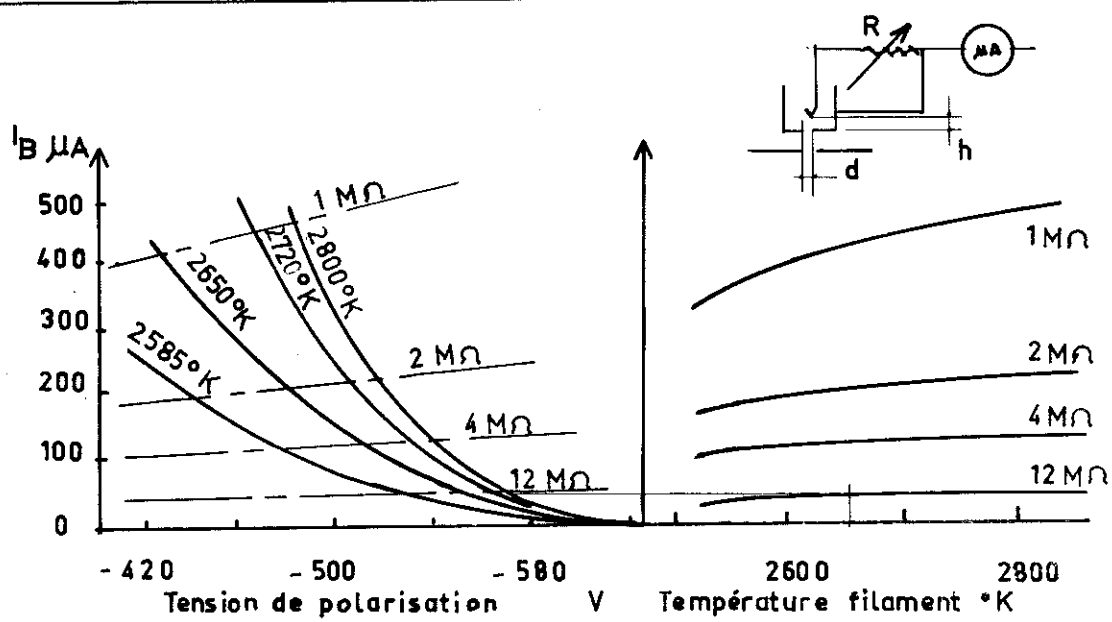


fig 5.1(d'après [54])

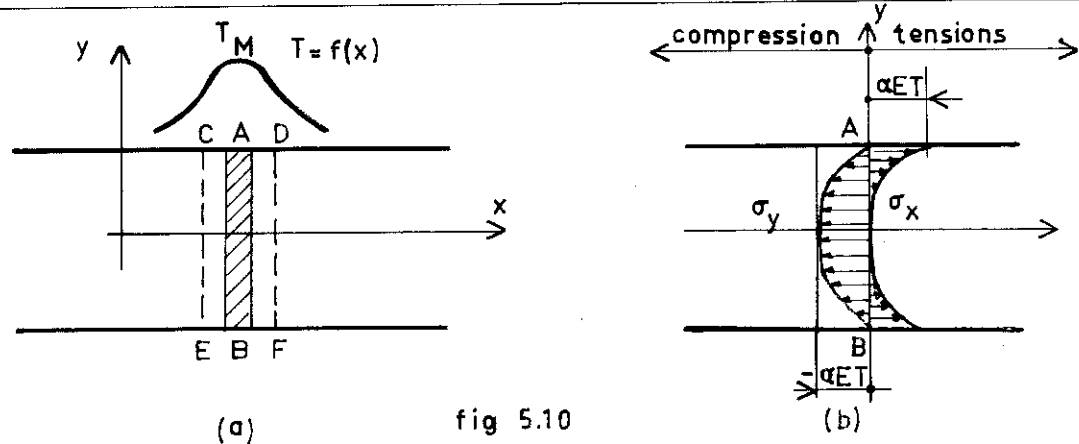


fig 5.10

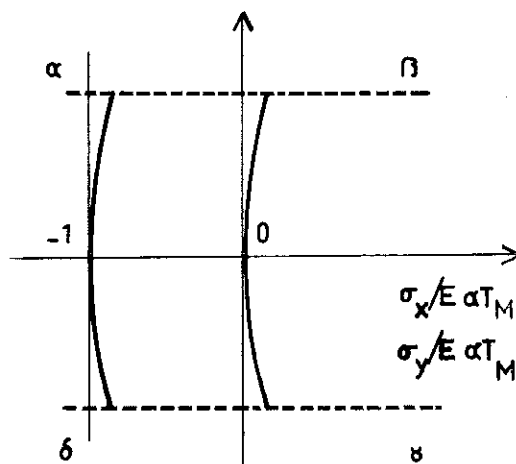


fig 5.12

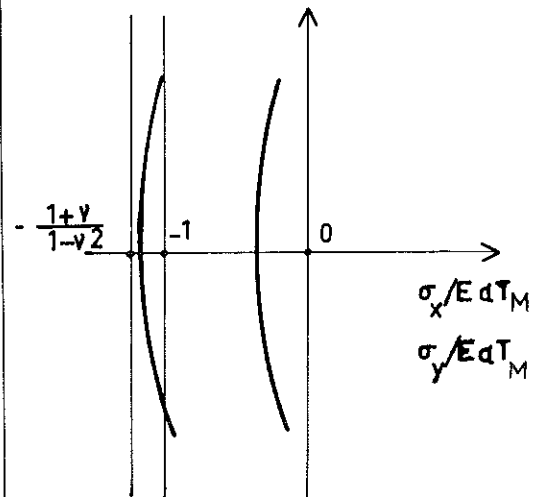


fig 5.13

Cette intéressante propriété n'a pu être exploitée dans notre appareil, puisque la résistance de polarisation n'était pas accessible sans modification considérable.

On a dû se contenter d'un domaine de fonctionnement où le courant est contrôlé par la température du filament. Le réglage trouvé le plus satisfaisant, correspond à la courbe tracée en trait plein sur la figure 3.9 (p. 41). Le courant utile, voisin de $20\mu\text{A}$, est assez bien contrôlé par l'intermédiaire du courant I_B , directement mesurable sur l'appareil.

5.1.2. Gradient de température dans le substrat.

On montre que l'expression de la température dans le substrat, en première approximation, prend la forme (Annexe II, § II.7),

$$u = e^{-\eta}$$

où $u = \frac{v(y)}{\mathcal{P}/2KDLk}$

et $\eta = ky$

v : accroissement de température dans le substrat

y : distance d'un point courant à la zone (supposée infiniment longue)

$\mathcal{P}$: puissance thermique du faisceau

K : coefficient global de conductibilité thermique de l'échantillon

L : longueur de la zone

k : paramètre valant $\sqrt{\frac{2H}{KD}}$

$2H$: conductance thermique de la surface du substrat en contact thermique avec le support

D : épaisseur du substrat.

.../...

On montre facilement que la valeur supérieure du gradient thermique, obtenue pour $y = 0$, est :

$$k_{vmax} = \sqrt{\frac{2h}{kD}} v_{max}$$

On peut faire varier cette quantité en jouant sur la conductance de surface $2h$, soit en modifiant la conductibilité thermique de la graisse, soit en changeant son épaisseur.

L'expérience nous a montré que des gradients supérieurs à, disons, 1000 à 1500°C/cm, n'étaient pas favorables à la stabilité de la zone. Des valeurs plus faibles ne sont pourtant pas souhaitables, parce que la zone cesse d'être bien définie et tend à s'étendre sur le substrat. La valeur optimale se situe, par conséquent, aux environs de 1000°C/cm. Elle a pu être pratiquement obtenue avec une couche de 0,4 mm d'une graisse dont le coefficient de conductibilité thermique est 10^{-4} cal/°C.cm.s.

5.2. Faits expérimentaux

Les expériences ont révélé les difficultés à contrôler la stabilité d'une zone fondue sur une couche mince, ainsi que différents auteurs les ont exposées (5) (11) (59).

Nos expériences montrent les faits suivants :

- 1) Les zones fondues, sur des couches d'étain pur, sont stables tant que les dimensions n'excèdent pas certaines valeurs.
- 2) La nature du support joue un rôle important dans la stabilité de la zone.
- 3) Les zones obtenues par bombardement direct de la couche sont plus stables que celles obtenues par bombardement du support (c'est-à-dire sur échantillon retourné).

.../...

- 4) La focalisation du faisceau diminue la stabilité. Il n'a pas été possible d'établir expérimentalement si cette action sur la stabilité était liée à l'augmentation de la température, ou à celle du gradient thermique.

La marge de stabilité a pu être déterminée pour des couches d'étain pur de $5\ \mu$ déposées sur des lames en Pyrex. La fusion s'établissait pour un courant de $18\ \mu\text{A}$. La zone ainsi formée conservait son intégrité, tant que le courant ne s'accroissait pas de plus de $0,7\ \mu\text{A}$ (ce qui correspond à une augmentation de puissance de 4%).

L'élévation de température correspondante est de l'ordre de 8°C au point le plus chaud de la zone. L'étroitesse de cette marge de stabilité justifie les impératifs de stabilisation évoqués au paragraphe précédent.

5.3. Recristallisation des couches d'étain pur

En se maintenant à l'intérieur de la marge de stabilité, on a pu recristalliser, par fusion de zone, une couche d'étain pur de $5\ \mu$ déposée sur une lame en Pyrex.

Les conditions expérimentales étaient les suivantes :

- tension d'accélération : 45 KV
- courant électronique : $18\ \mu\text{A}$
- diamètre du faisceau : 0,02 cm
- fréquence du balayage : 1000 Hz
- vitesse d'avance de la zone : $7\ \mu/\text{s}$
- dimensions de la zone : 0,4 cm x 0,2 cm

La figure 5.2 (p. 61) montre l'aspect de ce domaine recristallisé. La surface apparaît lisse mais irrégulière. Les limites du domaine ne sont pas nettes, puisque la température à ces endroits est mal définie par suite du faible gradient thermique latéral.

.../...



Fig. 5.2.

Aspect d'une couche d'étain resolidifiée après passage de la zone. Partie centrale. Grossissement 75.



Fig. 5.3.

Aspect de l'interface étain - substrat d'une couche d'étain resolidifiée après passage de la zone. Partie centrale. Grossissement 75.

L'examen de l'interface substrat - couche (permis par la transparence du substrat), montre, dans la partie recristallisée, la formation d'un grand nombre de cavités (fig. 5.3, p.61). Leur origine ne nous apparaît pas très clairement : Le recuit à 220°C des couches d'étain pur, provoque la précipitation aux points communs à trois grains, de défauts apparaissant comme des taches brillantes (fig. 5.4, p.62) et qui vraisemblablement, sont des vides. Certains d'entre eux traversent la couche, comme l'examen en transmission l'a montré. Ces vides pourraient provenir, pense-t-on, d'un réarrangement atomique, conduisant à une structure plus dense. Il se pourrait donc que ces phénomènes apparaissent dans le voisinage immédiat de la zone, où se produit une recristallisation. Les vides éventuellement formés, se développeraient sous la forme des cavités observées, dès qu'ils seraient atteints par le liquide de la zone.

A partir de cette explication, on comprend aisément que, si le support n'est pas mouillé par le liquide, les cavités puissent se développer et aboutir à la rupture de la zone liquide.

Dans la partie terminale du domaine recristallisé, on constate l'accumulation de matière sous la forme d'un bourrelet périphérique (fig. 5.5, p. 63). La figure 5.6. (p. 66), représentant l'envers de la figure 5.5, révèle la migration des cavités du centre vers l'extérieur et leur concentration dans le bourrelet. Beiziter et al. (12) pensent que l'amincissement au centre de la zone liquide, serait dû à l'écoulement du métal fondu sur la phase solide. L'étude que nous avons faite sur l'équilibre de la surface libre, a été basée sur cette hypothèse (Annexe III). Nous avons, en outre, tenu compte de la pression des électrons à l'impact. Les calculs simplifiés permettent de connaître l'affaissement $y(0)$ de la surface au centre de la zone :

$$y(0) = \frac{a\ell}{12}$$

.../...

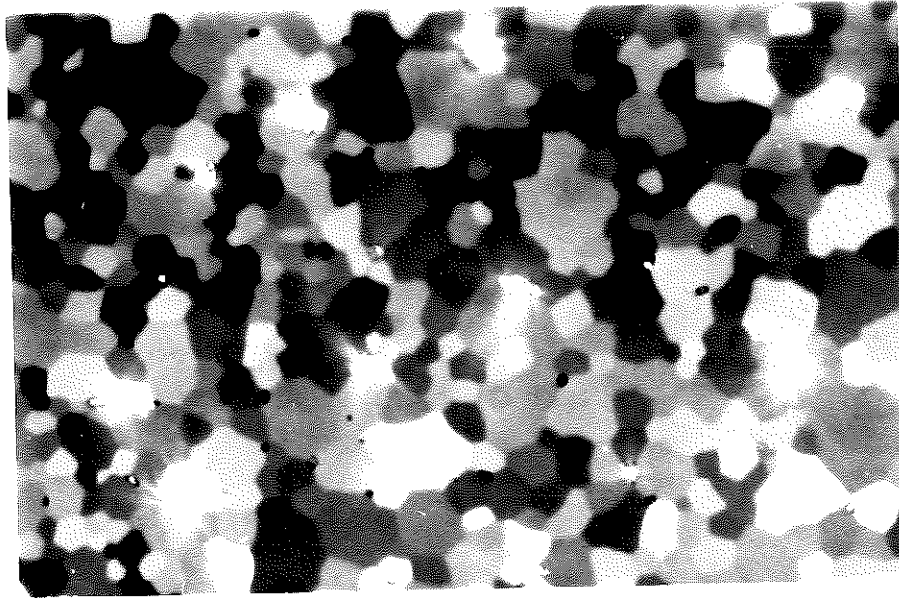


Fig. 5.4.

Structure d'une couche d'étain recuite à 220° pendant 24 h.
Grossissement 750.

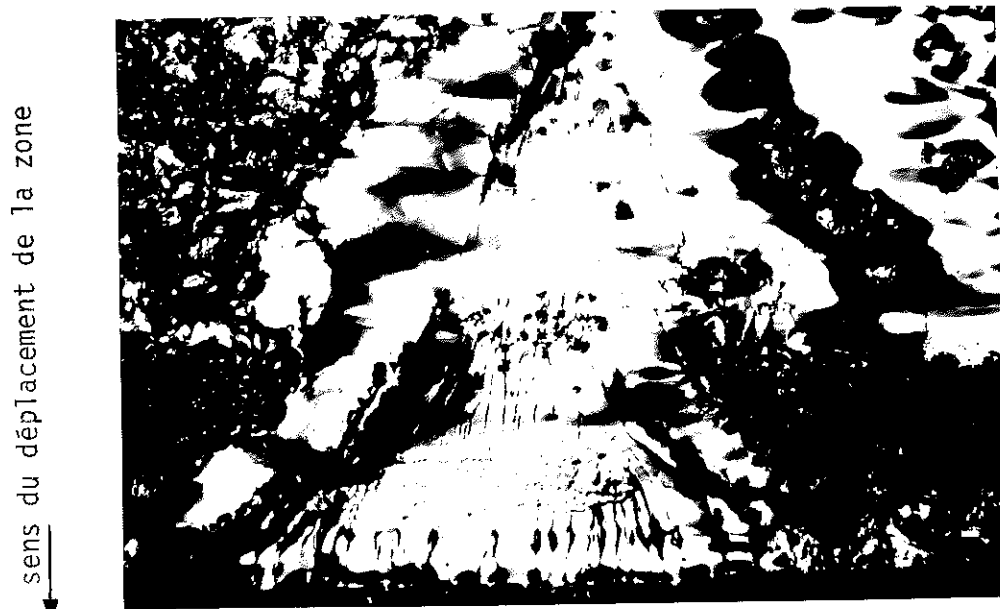


Fig. 5.5.

Aspect d'une couche d'étain resolidifiée après passage de la zone.
Partie terminale. Grossissement 75.

où λ , ici, désigne la largeur de la zone et a , la tangente de l'angle de contact du liquide de la zone, sur la partie solide de la couche. Cette relation suggère que l'instabilité survient lorsque la largeur de la zone atteint la valeur λ_r , pour laquelle $y(0)$ égale l'épaisseur e de la couche, c'est-à-dire lorsque :

$$\lambda_r = \frac{12e}{a}$$

L'expérience ne contredit pas cette relation qui prévoit une rupture de la zone par rejet du liquide, à partir d'une largeur d'environ 0,5 mm, pour une couche de 5 μ .

5.4. Recristallisation des couches d'étain pur sous couche contentive

Pour éviter l'accumulation du liquide à la périphérie de la zone, différents auteurs ont formé, à la surface de la couche, une pellicule maintenant l'intégrité de la zone liquide. Beiziter et al.(12) ont déposé de 0,1 à quelques microns de SiO sur les couches de Ge qu'ils traitaient. Williamson a oxydé des couches d'antimoniure d'indium par traitement thermique à l'air. Il a obtenu de moins bons résultats avec des pellicules de SiO et de MgF₂ évaporées sur la couche.

Pour notre part, le MgF₂ et le SiO ne nous ont pas fourni de bons résultats. Le MgF₂ n'a pas semblé jouer le rôle mécanique souhaité, quant au SiO, il se fissurait sous l'action des contraintes thermiques.

Nous avons obtenu des résultats plus encourageants, en oxydant les couches d'étain par chauffage à l'air pendant 24 heures au moins, à une température de 220°C.

Après un tel traitement thermique, on a pu recristalliser, sur une couche d'étain de 5 μ , une région de 3 x 7 mm².

.../...

Les conditions expérimentales étaient les suivantes :

- Tension d'accélération : 45 KV
- Courant électronique : 30 μ A
- Faisceau légèrement défocalisé
- Fréquence de balayage : 1000 Hz
- Vitesse d'avance de la zone : 7 μ /s

La figure 5.7 (p. 66) montre que la recristallisation est obtenue par la croissance des grains situés à l'interface liquide - solide initialement formée. Le mécanisme initial de croissance est montré, encore plus clairement, sur la figure 5.8 (p. 67). La croissance se propage approximativement dans la direction du gradient de température, ainsi que le montre la figure 5.9 (p. 67), c'est-à-dire, à peu près perpendiculairement à l'interface.

Certains grains disparaissent rapidement au détriment de leurs voisins. Leur taille, dans la direction de croissance, n'excède pas 200 à 300 μ .

Leur disparition peut s'expliquer en disant que l'interface solide - liquide, au cours de la croissance, tend à évoluer vers sa configuration d'énergie libre minimale. Les grains présentant une énergie de surface élevée à l'interface liquide - solide, tendent à disparaître au profit de leurs voisins présentant une énergie plus faible. Lorsque l'interface a acquis sa configuration la plus stable, les grains croissent sans modification rapide de leur dimension transversale.

5.5. Essais de recristallisation de couches d'étain - plomb

La même technique a été appliquée aux couches d'alliage étain-plomb. Comme la teneur en plomb était de l'ordre de 1%, il n'a pas été possible d'oxyder la couche à 220°C comme pour l'étain pur.

.../...

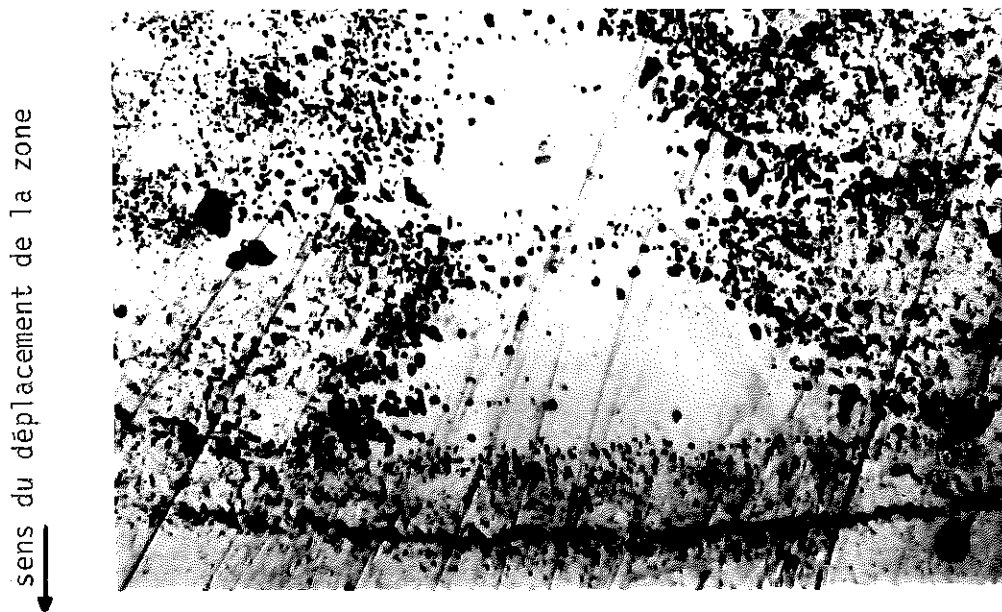


Fig. 5.6.

Aspect de l'interface étain - substrat d'une couche d'étain resolidifiée après passage de la zone. Partie terminale. Grossissement 75.



Fig. 5.7.

Structure d'une couche d'étain recristallisée par fusion de zone. Partie initiale. Examen en lumière polarisée. Grossissement 75.

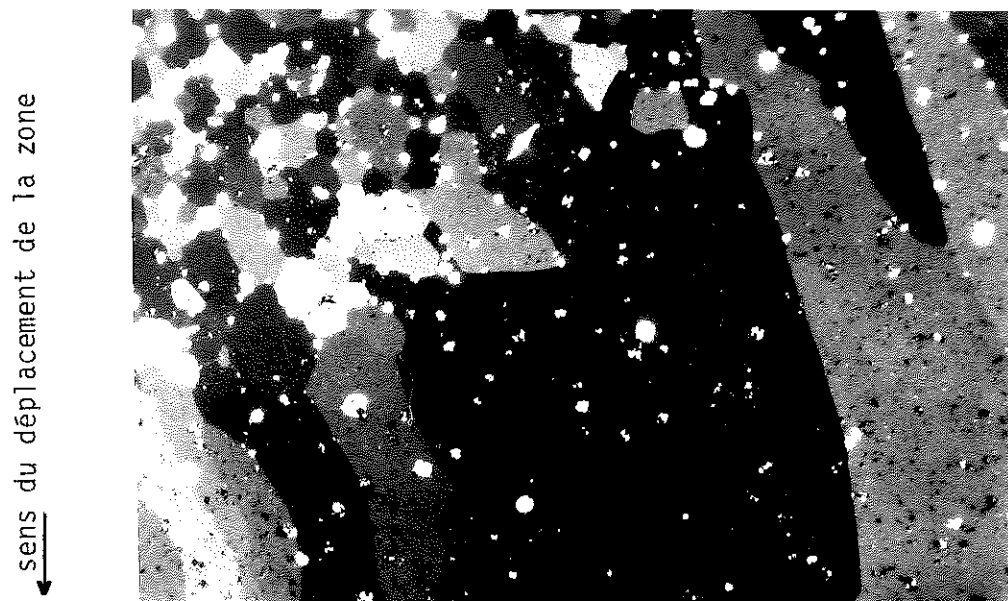


Fig. 5.8.

Détail de la figure 5.7. Grossissement 300.

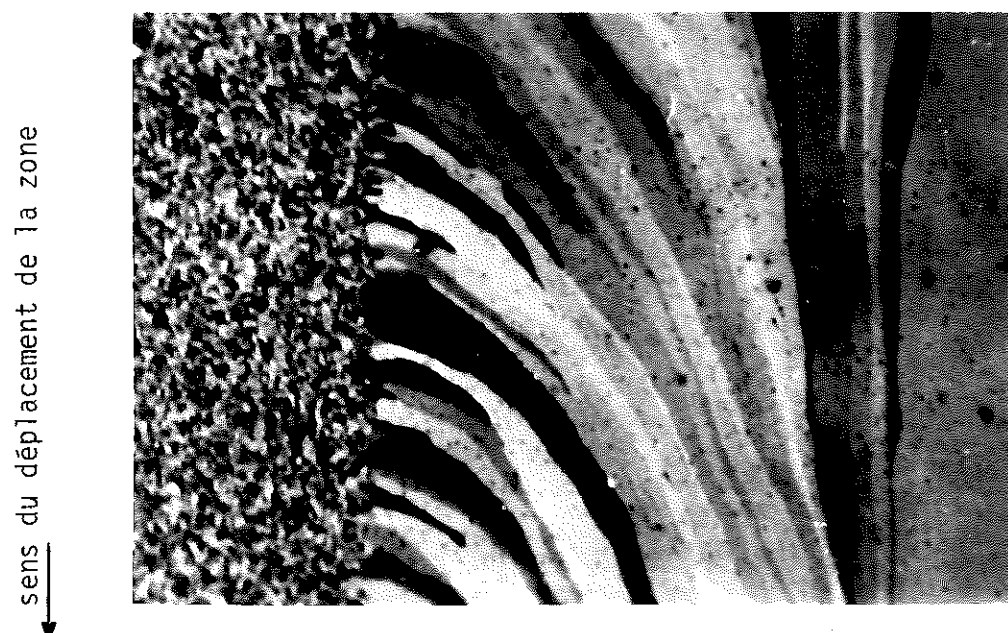


Fig. 5.9.

Structure d'une couche d'étain recristallisée par fusion de zone. Partie marginale. Examen en lumière polarisée. Grossissement 75.

Pour éviter de manière certaine toute fusion partielle, on a traité l'alliage à une température inférieure à la température eutectique de 183°C . L'oxydation a été faite aux environs de $170/180^{\circ}\text{C}$.

Les expériences conduites sur ces échantillons n'ont pas donné de bons résultats. La couche d'oxyde ne s'est pas révélée suffisamment résistante. Ceci peut être attribué à deux causes.

1°) L'épaisseur du film, puisque la quantité d'oxyde formée à 210°C après 24 heures est double de celle formée à 180°C pour la même durée (60).

2°) La nature cristalline de la couche d'oxyde, puisqu'il n'a été possible de mettre clairement en évidence la forme cristalline de l'oxyde SnO qu'au dessus de 170°C (61), alors qu'au dessous de 130°C , l'oxyde SnO formé est amorphe (62).

5.6. Contraintes mécaniques dans les pellicules contentives

On a cherché à compenser l'insuffisance mécanique des pellicules d'oxyde, en les recouvrant par évaporation d'un matériau convenable.

Les observations faites nous suggèrent l'analyse suivante :

Les pellicules sont soumises :

1°) avant formation de la zone à des contraintes de compression σ_x et σ_y , agissant dans le plan de la pellicule, respectivement, suivant les directions O_x et O_y (fig. 5.11., p. 69).

2°) Au moment de la formation de la zone, à des tensions dues au changement de volume à la fusion, et se superposant aux contraintes précédentes.

Une estimation de ces contraintes peut être faite simplement.

.../...

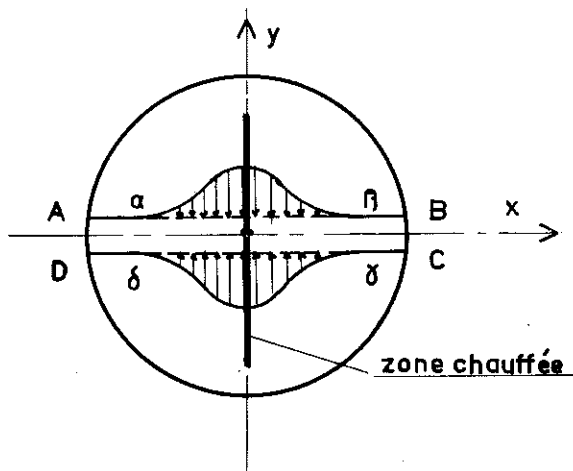


fig 5.11

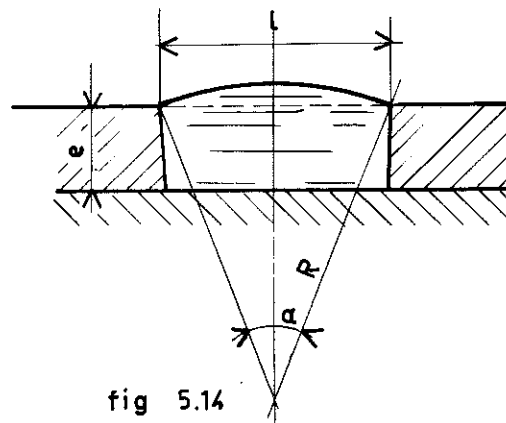


fig 5.14

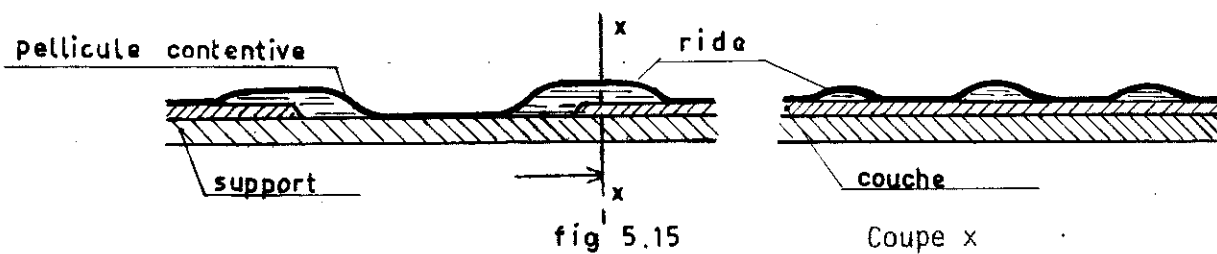


fig 5.15

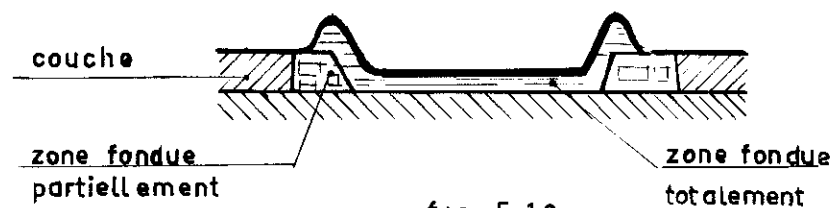


fig 5.18

Températures

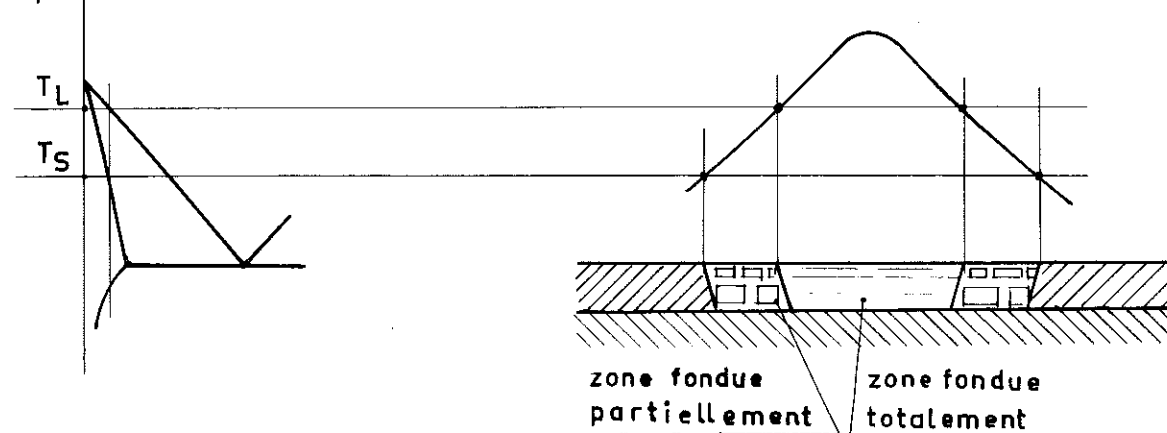


fig 5.17

5.6.1. Contraintes thermiques

Les contraintes maximales dans un ruban non contraint sur son pourtour, (fig. 5.10a, p. 57) chauffé suivant une zone rectiligne A.B, sont des contraintes normales valant $\alpha E T_M$ (63), où :

α : coefficient de dilatation

E : module de Young

T_M : température maximale dans la zone chauffée.

Elles sont distribuées comme l'indique la figure 5.10b, p.57 .

Pour passer de ce modèle à celui de la zone rectiligne de grande longueur formée sur un disque, il suffit d'appliquer sur les arêtes $\alpha\beta$, $\gamma\delta$ de la bande ABCD supposée isolée, le système de contraintes exercées par les parties adjacentes (fig. 5.11, p. 69). Si l'on s'en tient à une bande centrale de faible largeur par rapport aux dimensions du disque, ces contraintes sont surtout compressives.

Nous admettrons en outre que la zone chauffée est de faible largeur par rapport à celle de la tranche ABCD. L'effet des contraintes agissant sur les arêtes $\alpha\beta$, $\gamma\delta$, ne se manifeste qu'au voisinage de celles-ci et tend à atténuer les variations des contraintes σ_x et σ_y (63). Par conséquent, on conclue à une variation des contraintes donnée par la figure 5.12 (p.57).

A la limite, si les parties extérieures à la tranche $\alpha\beta\gamma\delta$ s'opposaient à toute dilatation suivant l'axe des y, σ_x s'annuleraient et σ_y serait constant et égal à $-\alpha E T_M$.

L'absence de toute déformation conduirait, après application de la loi de Hooke, aux relations :

$$\sigma_x = \sigma_y = - E \alpha T \frac{1+\nu}{1-\nu^2}$$

ν est le coefficient de Poisson.

.../...

La variation réelle des contraintes se situe, probablement, entre ces deux séries de limites, c'est-à-dire, comme l'indique la figure 5.13 (p. 57).

5.6.2. Contraintes intervenant à la fusion

A la fusion intervient une diminution de densité, donc une augmentation de volume. Admettant une forme cylindrique de rayon R pour la surface, la longueur de la méridienne est $R\alpha$ (fig. 5.14, p.69). Sa projection est $2R \sin \frac{\alpha}{2}$, équivalant à :

$$R \left(\alpha - \frac{\alpha^2}{24} \right)$$

L'allongement relatif de la méridienne est, par conséquent :

$$\frac{\Delta l}{l} = \frac{\alpha}{24}$$

L'augmentation de volume correspondante par unité de longueur de zone est :

$$\frac{R^2 \alpha}{2} - R^2 \sin \frac{\alpha}{2} \cos \frac{\alpha}{2} = \frac{R^2}{2} (\alpha - \sin \alpha)$$

équivalente à :

$$\frac{R^2 \alpha^3}{12}$$

Comme $R\alpha \sim l$, pour les petites valeurs de α , l'augmentation de volume est équivalente à :

$$\frac{l^2 \alpha}{12}$$

L'augmentation relative de volume $\left| \frac{\Delta V}{V} \right| = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$ égale la quantité :

$$\frac{\frac{l^2 \alpha}{12}}{l e}$$

.../...

où $\ell.e$ est le volume de la zone par unité de longueur, soit,

$$\left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| = \frac{\ell \alpha}{12e}$$

(ρ désigne la masse spécifique du métal et $\Delta \rho$ la variation à la fusion)

Par suite,

$$\alpha = \frac{12e}{\ell} \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$$

L'allongement relatif [19] s'écrit :

$$\frac{\Delta \ell}{\ell} = \frac{e}{2\ell} \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$$

Les tensions, données par la loi de Hooke :

$$\sigma = E \frac{\Delta \ell}{\ell}$$

prennent la forme,

$$[20] \quad \sigma = E \frac{e}{2\ell} \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$$

(E est le module de Young).

Ce modèle suppose, évidemment, que la pellicule n'est pas décollée au cours de la fusion.

Lorsque celle-ci s'établit, le rapport $\frac{e}{\ell}$ est de l'ordre de l'unité et les contraintes [20] s'expriment ainsi :

$$[21] \quad \sigma = \frac{1}{2} E \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$$

.../...

Pour l'étain, $\left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right|$ est de l'ordre de $3 \cdot 10^{-2}$ soit finalement pour σ ,

$$[22] \quad \sigma = 0,015 E$$

5.6.3. Superposition des contraintes

En résumé, on peut envisager le processus d'établissement des contraintes de la manière suivante :

1°) Avant fusion :

La pellicule subit les contraintes σ_{x1} et σ_{y1} , données par la figure 5.13, (p. 57). Elles prennent leur valeur maximale juste avant l'établissement de la fusion.

L'ordre de grandeur de σ_{y1} est : $-\alpha E T_F$

σ_{x1} est probablement inférieure, en valeur absolue, à $\alpha E T_F$ (T_F , température de fusion).

2°) A la fusion :

Des contraintes σ_{x2} et σ_{y2} se superposent aux contraintes précédentes. Elles résultent du changement de densité du métal. σ_{y2} agissant dans le sens de la zone fondue peut être considérée comme négligeable et σ_{x2} prend une valeur maximale de $0,015E$.

Au total on obtient :

$$\sigma_x = \sigma_{x1} + \sigma_{y2} = \sigma_{x1} + 0,015E$$

$$\sigma_y = \sigma_{y1} + \sigma_{y2} \approx -\alpha E T_F + \sigma_{y2} \approx -\alpha E T_F$$

.../...

3°) Lorsque la zone est établie,

σ_{x2} et σ_{y2} deviennent négligeables.

A l'établissement de la fusion, σ_{x2} est certainement prépondérant devant σ_{x1} dont la valeur maximale, $0,015E$, dépasse nettement la limite élastique et, même , la charge de rupture de la plupart des matériaux à l'état recuit. Par exemple, avec $E = 20.000 \text{ Kg/mm}^2$, on obtient,

$$\sigma_{x2} = 30 \text{ Kg/mm}^2$$

C'est ainsi que l'on peut expliquer la rupture des matériaux peu ductiles tels que le chrome, comme l'expérience l'a montré.

5.6.4. Comportement des couches contentives après formation de la zone

Après formation de la zone fondue, la pellicule contentive n'est plus supportée. Les contraintes de compression σ_{y1} tendent à se libérer par la formation de rides transversales régulièrement espacées (fig. 5.15, p. 69), ainsi que nous l'avons constaté avec le SiO.

Le décollement de la pellicule favorise la formation de ces rides dont les vides qu'elles créent sont comblés par le liquide de la zone qui se vide et se détruit.

De ce qui précède, on serait tenté de conclure qu'une pellicule résistante à tout décollement et ne subissant ni déformation permanente, ni rupture, pourrait conduire à des résultats satisfaisants. Le problème de l'adhésion relève autant du choix des matériaux en contact, que de la technologie de l'évaporation. Quant à la résistance mécanique, il n'existe pas d'éléments couramment évaporables pouvant, dans l'état recuit, supporter élastiquement les contraintes dont on a fait l'analyse ci-dessus.

.../...

Il faut donc admettre l'établissement de déformations permanentes et pour éviter toute rupture, il est souhaitable de choisir un matériau ductile.

Les essais faits avec des couches de nickel évaporées sur l'étain, préalablement oxydé à 180°C pendant 24h, ont pu être considérés comme intéressants. Il n'est toutefois pas permis de se prononcer définitivement.

Nous pensons qu'il faudrait également envisager l'utilisation de couches contentives présentant des propriétés de plasticité, de telle sorte que les contraintes induites en cours de traitement puissent se relacher par un phénomène analogue au fluage. La stabilité mécanique de cette couche serait assurée par une épaisseur convenable.

5.7. Distribution du plomb dans une couche d'étain-plomb après une passe

5.7.1. Aspect du domaine recristallisé

Les résultats présentés ci-dessous concernent une couche d'étain - plomb de 5 μ , oxydée superficiellement à 170/180°C pendant 24 h et recouverte d'une pellicule de MgF_2 d'épaisseur voisine du micron.

L'observation, en cours de traitement, semble montrer la bonne adhésion du MgF_2 . Par contre, les fissurations observées après l'expérience suggèrent son insuffisance mécanique.

L'examen au microscope de la partie traitée montre l'existence d'une zone mixte liquide - solide, entre la phase entièrement solide et le cœur solidifié après fusion totale. (fig. 5.16, p.77). La présence de cette zone de transition s'explique très bien à partir du diagramme de phase. (fig. 5.17, p. 69).

.../...

La frontière entre le coeur et les zones mixtes de transition est marquée par une accumulation de métal sous la forme d'un bourrelet, formé au dépend du coeur de la partie traitée. Il se pourrait qu'en plus de l'explication déjà proposée pour la formation du bourrelet, la zone mixte cherche à réduire son caractère d'instabilité en prenant une configuration plus compacte (fig. 5.18, p.69).

La figure 5.19 (p.77) montre que dans les conditions expérimentales utilisées :

- Tension d'accélération : 45 KV
- Courant électronique : $25\mu\text{A}$
- Fréquence de balayage : 1000 Hz
- Vitesse de progression de la zone $15\mu/\text{s}$
- Diamètre du faisceau : 0,2 mm

le coeur du domaine traité présente une structure fibreuse, tout-à-fait analogue à celle des couches d'étain pur. Cette analyse nous suggère que l'interface liquide solide est stable au cours de la croissance.

5.7.2. Résultats d'analyse à la sonde de Castaing.

L'évaluation comparative des teneurs en plomb entre le coeur de la zone traitée et le reste de la couche, a été faite à la sonde de Castaing. La figure 5.20 (p.78) montre le relevé, tous les millimètres, du spectre autour de la raie L_{α} II du plomb. L'intensité du rayonnement est proportionnelle, en première approximation, au nombre d'atomes ionisés (49), (64). Pour les matériaux massifs et dans des conditions déterminées de bombardement, ce nombre ne dépend que de la concentration. Pour les couches minces d'épaisseur inférieure ou égale à 5μ , il dépend en outre de l'épaisseur.

Pour une couche d'épaisseur inhomogène, il n'est plus possible de discerner, par simple mesure, les variations d'intensité dues à la concentration, de celles dues à l'épaisseur.

.../...

sens du déplacement de la zone
↓

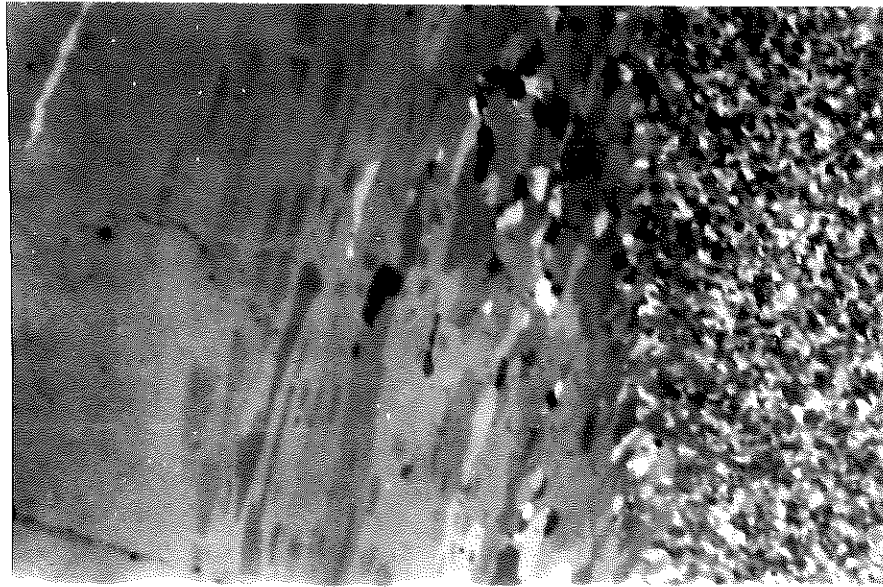


Fig. 5.16.

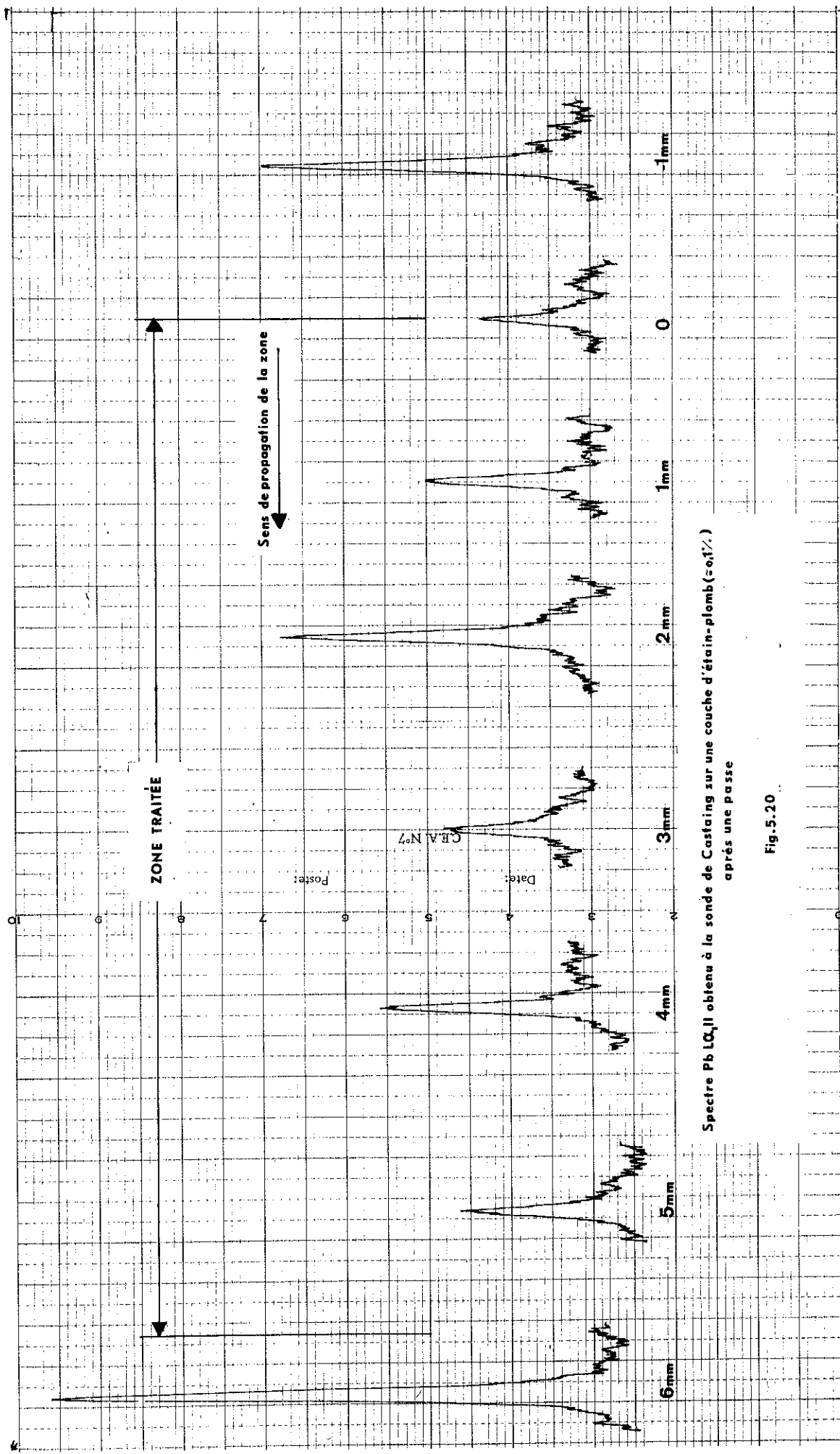
Structure d'une couche d'étain plomb recristallisée par fusion de zone. Partie marginale. Examen en lumière polarisée. Grossissement 75.

sens du déplacement de la zone
↓



Fig. 5.19.

Structure d'une couche d'étain plomb recristallisée par fusion de zone. Partie centrale. Examen en lumière polarisée. Grossissement 75.



Spectre Pb LQ11 obtenu à la sonde de Castaing sur une couche d'étain-plomb (=0,1%) après une passe

Fig.5.20

Par ailleurs, la couche de MgF_2 produit une absorption du rayonnement réémis qui peut être variable si l'épaisseur de MgF_2 est inhomogène.

De ces remarques, il est vain de vouloir tirer des données quantitatives à partir des relevés de la fig. 5.20 (p.78). Toutefois, à l'exception du troisième spectre, le raccourcissement des pics dans la zone traitée est suffisamment net pour que l'effet de raffinage ne soit pas douteux. Enfin, notons que la teneur croît sensiblement du début à la fin comme le prévoit la théorie.

---oo0oo---

C H A P I T R E V I

DISCUSSION ET CONCLUSION

Ainsi que nous l'avons signalé au chapitre IV, il est indispensable de disposer d'un appareil dont la puissance soit réglée à 10^{-4} au moins. Par ailleurs, son niveau doit être suffisant (20 watts). La puissance limitée dont nous disposions, nous a contraints à n'envisager que le traitement d'alliages très fusibles. Lorsqu'on opère à haute température, celui-ci devient insuffisant. Il faut alors créer entre le support et l'échantillon un contact thermique dont le rôle, dans nos expériences, a été joué par une couche de graisse. Cette couche a été, pour nous, une source de difficultés expérimentales. Notamment, elle a contrarié notre étude lorsque nous avons voulu vérifier les avantages d'un bombardement sur échantillon retourné (substrat tourné vers le faisceau), énoncés par Beiziter.

Les hautes températures pourraient, également, être favorables à une bonne tenue de la couche contentive : Ayant gagné en plasticité, elles absorberaient bien mieux qu'à basse température, les contraintes en cours de traitement, ainsi que nous l'avons exposé au cours du chapitre précédent.

Par ailleurs, nous avons vu que les couches contentives sur alliage étain - plomb, consistaient en un film d'oxyde, renforcé par une couche d'un matériau évapore. Cette dernière aurait pu être évitée, si la teneur en plomb avait été très faible (inférieure à 0,1%). Dans ces conditions, le traitement d'oxydation aurait pu se faire à une température voisine du point de fusion de l'étain, sans qu'aucune fusion ne vienne endommager la couche d'alliage. Le traitement ultérieur par fusion de zone n'aurait sans doute pas présenté plus de difficultés que celui des couches d'étain pur.

.../...

Cette discussion nous montre que les difficultés dépendent essentiellement du système considéré.

Par conséquent, il y aurait lieu d'envisager l'étude d'un alliage à point de fusion élevé.

La fusion de zone semble, actuellement, être la seule technique qui puisse permettre d'obtenir un raffinage des couches minces. Une telle possibilité est intéressante, principalement, en ce qui concerne les composés semi-conducteurs, dont l'obtention en couches minces peut conduire à des écarts à la stoechiométrie ou à des dissociations (82).

Par ailleurs, la fusion de zone permet, en même temps, l'obtention de grands domaines monocristallins, indépendamment de la nature du substrat, ainsi que nos expériences l'ont confirmé. D'autres méthodes pour atteindre cet objectif ont été essayées (83). Il ne semble pas qu'elles aient été couronnées d'un succès décisif.

C'est cet aspect de la fusion de zone qui semble constituer l'intérêt principal de cette technique dont l'application à la technologie des dispositifs à semi-conducteurs pourrait être envisagée, notamment, pour la fabrication des transistors à base métallique (84).

---oo0oo---

A N N E X E I

CONTAMINATION INTRODUITE DANS UNE COUCHE MINCE PAR LE SUPPORT

I.1. Equation différentielle de la fusion de zone avec contamination par le support.

Les calculs suivants peuvent s'appliquer à tout système où la contamination est introduite, soit par le support (cas des couches minces), soit par les parois du moule (cas des matériaux massifs). Par la suite, nous utiliserons, cependant, la terminologie propre aux couches minces.

I.1.1. Hypothèses

Les hypothèses sont celles de Lord (41). Nous les rappelons :

- 1) Couche supposée infiniment étendue (lingot de longueur semi-infinie).
- 2) Diffusion solide négligée.
- 3) La zone fondue est supposée de concentration uniforme.

Nous ajoutons l'hypothèse suivante :

- 4) La zone liquide reçoit par dissolution, ou après attaque chimique du support, une quantité de contaminant, h , par unité de surface du support et par unité de temps, supposée constante tout au long du traitement.

Comme le fait remarquer Pfann (44), il convient d'exprimer les concentrations comme les fractions massiques ou les fractions molaires du soluté par rapport au solvant, pour que le rapport des densités de chacune des phases liquide et solide n'entre pas dans les équations.

.../...

Nous supposerons que la nature chimique du contaminant est la même que celle du soluté. Mais ce n'est pas nécessaire.

Dans ce cas, il suffira de poser $C_0 = 0$. Ceci suppose implicitement, l'additivité des distributions, indépendamment de la nature des constituants.

I.1.2. Mise en équation

Au cours d'un déplacement dx de la zone à la vitesse R , (fig. I.1., p. 85), la masse de soluté rejeté dans la zone est :

$$[1] \quad - A_S \rho_S C_n(x) dx + A_S \rho_S C_{n+1}(x+l) dx + \underbrace{hl \frac{A_S}{e} \frac{dx}{R}}_{\text{terme dû à la contamination}}$$

A_S : section transversale du solide

ρ_S : densité du solide

e : épaisseur de la couche (mesurée en phase solide)

$C_n(x)$: concentration à la $n^{\text{ième}}$ passe à la distance x .

L'accroissement de masse du soluté dans la zone est :

$$[2] \quad l A_L \rho_L dC_{Ln}$$

$$\text{Or, } A_L \rho_L = A_S \rho_S \quad \text{et} \quad C_{Ln} = \frac{C_n(x)}{k}$$

(Nous notons ici k : le coefficient de distribution à l'interface).

[1], compte tenu de [2], s'écrit :

$$[3] \quad \frac{k}{l} \left[C_{n+1}(x+l) - C_n(x) + \frac{hl}{\rho_S e R} \right] = \frac{dC_n(x)}{dx}$$

.../...

Nous poserons $\frac{h\ell}{\rho_s e R} = u$ et $\frac{x}{\ell} = a$

$C_n(x) = C'_n(a)$ que nous noterons plus simplement $C_n(a)$ en omettant le prime.

[3] devient :

$$[4] \quad k [C_{n+1}(a+1) - C_n(a) + u] = \frac{d C_n(a)}{da}$$

Nous écrivons cette équation sous la forme :

$$[5] \quad \frac{dC_n(a)}{da} + kC_n(a) = k [C_{n+1}(a+1) + u]$$

1.2. Résolution de l'équation

Cette équation est au terme ku près, l'équation (2) de Lord (41).

L'équation (4a) de Lord s'écrit, compte-tenu de ce terme supplémentaire :

$$[6] \quad C_n(a) = ke^{-ka} \left[\int_1^{a+1} [C_{n-1}(p) + u] e^{k(p-1)} dp + \int_0^1 C_{n-1}(p) dp \right]$$

soit encore,

$$C_n(a) + uke^{-ka} = ke^{-ka} \left\{ \int_1^{a+1} [C_{n-1}(p) + u] e^{k(p-1)} dp + \int_0^1 [C_{n-1}(p) + u] dp \right\}$$

Mettons cette équation sous la forme :

$$[7] \quad y_n(a) = ke^{-ka} \left[\int_1^{a+1} z_{n-1}(p) e^{k(p-1)} dp + \int_0^1 z_{n-1}(p) dp \right]$$

.../...

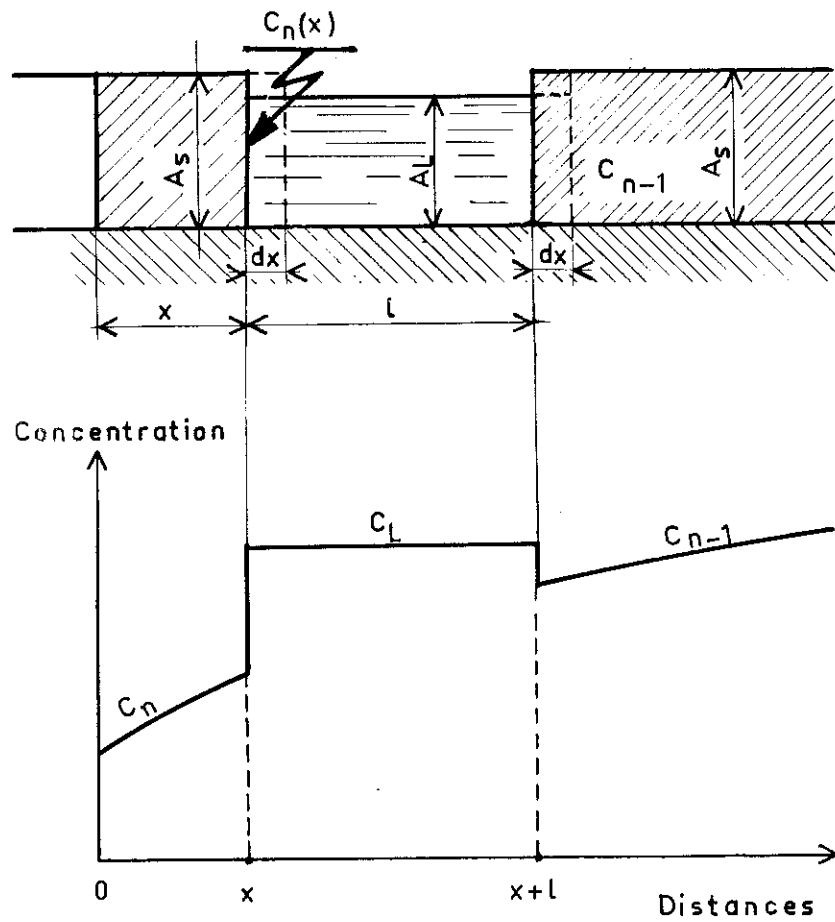


fig 1.1

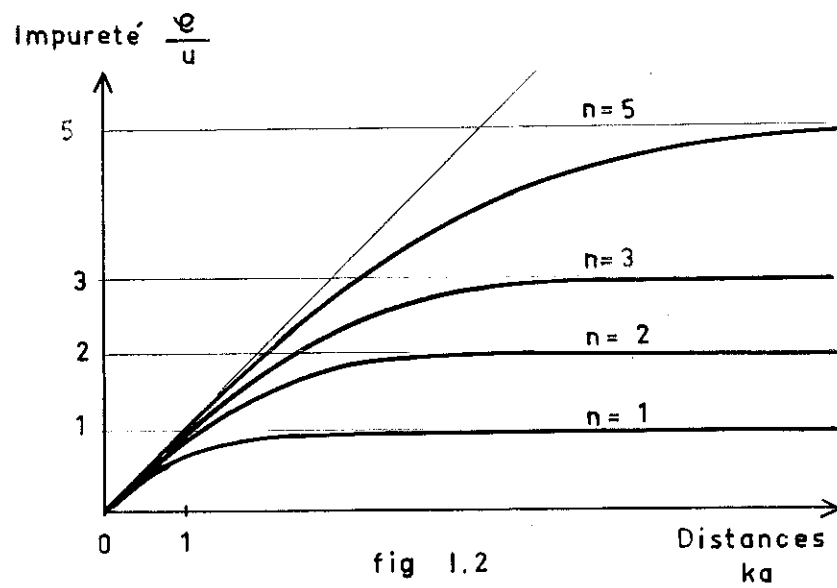


fig 1.2

où l'on voit que :

$$y_n(a) = C_n(a) + u k e^{-ka} \quad \text{et}$$

$$z_{n-1}(p) = C_{n-1}(p) + u$$

L'équation [7] définit une opération faisant correspondre $y_n(a)$ à $z_{n-1}(a)$ par l'opérateur θ :

$$y_n(a) = \theta z_{n-1}(a)$$

On vérifie aisément que l'opérateur θ^n avec n entier positif, est un opérateur linéaire.

Avec la notation ci-dessus, $C_n(a)$ s'exprime par :

$$C_n(a) = \theta [C_{n-1}(a) + u] - u k e^{-ka}$$

Par récurrence, on obtient :

$$\begin{aligned} C_n(a) = & \theta^n C_0 + \theta^n u - u \theta^{n-1} k e^{-ka} + \theta^{n-1} u - u \theta^{n-2} k e^{-ka} \\ & + \theta^{n-2} u - \dots - u \theta k e^{-ka} + \theta u - u k e^{-ka} \end{aligned}$$

expression qui peut s'écrire aussi :

$$[8] \quad C_n(a) = \theta^n [C_0 + u] + u \sum_{j=1}^{n-1} \theta^j (1 - k e^{-ka}) - k e^{-ka}$$

Or,

$$\theta^n u + \sum_{j=1}^{n-1} \theta^j u = \sum_{j=1}^n \theta^j u = \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j [1 - (1-k)e^{-ka}] u \quad (\text{voir (4)})$$

.../...

$$\sum_{j=1}^{n-1} \theta^j k e^{-ka} u + k e^{-ka} u = \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j k e^{-ka} u$$

$$\sum_{j=0}^{n-1} \theta^j [1 - (1-k)e^{-ka}] u - \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j k e^{-ka} u = \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j [1 - e^{-ka}] u$$

L'expression [8] peut s'écrire alors :

$$[9] \quad C_n(a) = {}^nC_0 + \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j [1 - e^{-ka}] u$$

nC_0 est la concentration à la $n^{\text{ième}}$ passe en l'absence de contamination ;

$$C = \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j [1 - e^{-ka}] u \quad \text{représente donc cette contamination.}$$

Explicitons :

$\theta^j [1 - e^{-ka}] u$ est la concentration à la $j^{\text{ième}}$ passe, issue d'une distribution initiale de la forme :

$$C_0(a) = (1 - e^{-ka}) u$$

La contamination est donc la somme de la concentration $C_0(a) = (1 - e^{-ka}) u$ et de ses transformées successives jusqu'au $(n-1)^{\text{ième}}$ ordre, par l'opérateur θ .

Approximation pour k et ka très inférieurs à l'unité.

Reprenons l'expression de la contamination :

$$C = u \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j (1 - e^{-ka}) \quad \dots/\dots$$

$$\theta^0 (1-e^{-ka}) = 1 - e^{-ka}$$

$$\theta^1 (1-e^{-ka}) = e^{-ka} \left[\int_1^{a+1} (1-e^{-kp}) e^{k(p-1)} d(k p) \int_0^1 k p d(k p) \right]$$

$$= e^{-ka} \left[e^{-k} (e^{k(a+1)} - e^k - ka) + \frac{k^2}{2} \right]$$

$$[10] \quad = 1 - e^{-ka} \left[1 + e^{-k} ka - \frac{k^2}{2} \right]$$

Pour k et ka petits [10] s'explique en fonction des développements limités des termes exponentiels. Alors,

$$\begin{aligned} \theta^1 (1-e^{-ka}) &\sim 1 - \left(1 - ka + \frac{k^2 a^2}{2} \right) \left[1 + (1-k)ka - \frac{k^2}{2} \right] \\ &\sim k^2 \left(-\frac{1}{2} + a + \frac{2k-1}{2} a^2 \right) \end{aligned}$$

Ce terme est un infiniment petit du 2e ordre en k. Les termes $\theta^j (1-e^{-ka})$ pour $j > 1$ sont des infiniments petits d'ordre supérieur. $\mathcal{E}$ se réduit donc à :

$$u \theta^0 (1-e^{-ka}) = (1-e^{-ka}) u$$

$$[11] \text{ équivalent à } \boxed{ka u = \frac{ka h l}{p s e R}}$$

Approximation pour $ka \gg 1$

L'équation [10] s'écrit :

$$\theta^1 (1-e^{-ka}) = 1 - e^{-ka} [f(a)]$$

Par suite,

$$\theta^2 (1-e^{-ka}) = \theta^1 \left\{ 1 - e^{-ka} [f(a)] \right\} \quad \dots/\dots$$

$$\begin{aligned}\theta^2 (1-e^{-ka}) &= \theta^1 (1) - \theta^1 \left\{ e^{-ka} [f(a)] \right\} \\ &= 1 - (1-k)e^{-ka} - \theta^1 \left\{ e^{-ka} [f(a)] \right\}\end{aligned}$$

Il est facile de voir que les termes $\theta^j (1-e^{-ka})$ tendent vers 1 et :

$$[12] \quad C = u \sum_{j=0}^{n-1} \theta^j (1-e^{-ka}) \text{ tend vers } \boxed{n u = n \frac{h\ell}{\rho_{se}R}}$$

1.3. Représentation graphique

Ces résultats sont représentés simultanément pour $k \ll 1$, sur la figure 1.2 (p. 85).

1.4. Valeurs admissibles de h

1) $ka \ll 1$

Si l'on fixe un seuil maximum de C^+ à ne pas dépasser à la distance a, en négligeant $\theta^n C_0(a)$, on obtient :

$$ka u < C^+, \text{ ou :}$$

$$ka \frac{h\ell}{\rho_{se}R} < C^+$$

$$[13] \text{ soit } \boxed{h < \frac{C^+ \rho_{se}R}{ka\ell}}$$

2) $ka \gg 1$

La condition ci-dessus s'écrit : $nu < C^+$, soit :

$$[14] \quad \boxed{h < \frac{C^+ \rho_{se}R}{n\ell}}$$

.../...

NOTATIONS

U	: vitesse du spot dans le mouvement rapide
t	: variable temps
T	: période du mouvement alternatif
u	: vitesse de translation de la zone d'axe x'ox'
E _o	: énergie des électrons incidents
R	: coefficient de rétrodiffusion
K	: conductivité thermique globale de l'échantillon
κ	: diffusivité thermique globale de l'échantillon
D	: épaisseur de l'échantillon
W	: puissance incidente du faisceau
s,w	: coordonnées d'un point courant par rapport au centre du spot
(1-p)	: fraction rétrodiffusée de l'énergie incidente
$\mathcal{P}$	: puissance dissipée en chaleur dans la cible
φ	: diamètre du faisceau
L	: longueur de la zone
v	: température en un point de la plaque
v _o	: température du support ou du milieu environnant
C	: chaleur spécifique de la plaque
2H	: conductance de surface de l'échantillon

A N N E X E II

ETUDE THERMIQUE DU PROCEDE DE FUSION DE ZONE APPLIQUE AUX COUCHES MINCES

NOTATION : voir page

II.1. Introduction

Nous donnons ci-dessous les calculs permettant de connaître la distribution de température dans l'échantillon, assimilé à une plaque mince et soumis au bombardement du faisceau d'électrons.

Pour un arrangement donné du système, support d'échantillon - échantillon, ces calculs permettent de connaître :

- la température maximale,
- le gradient de température et la température en tout point de l'échantillon.

et de déterminer :

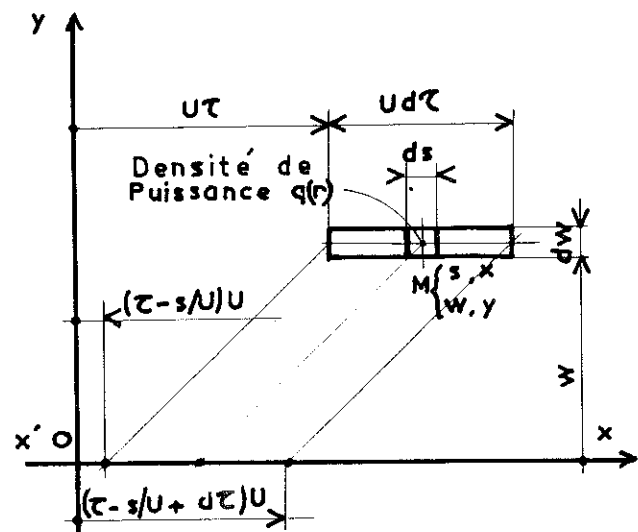
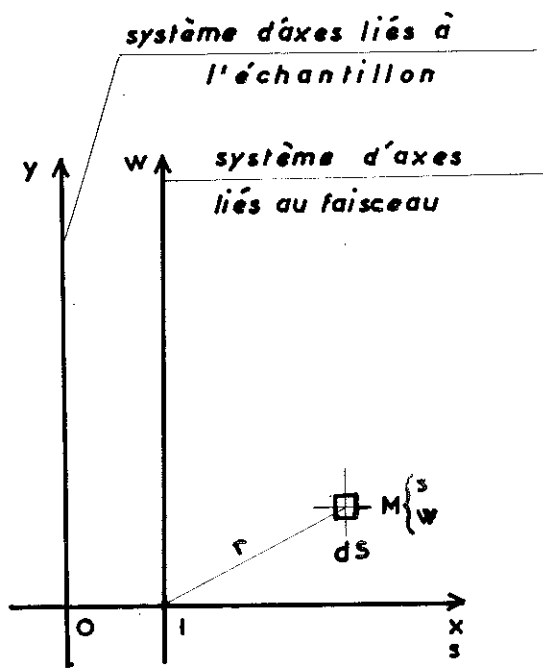
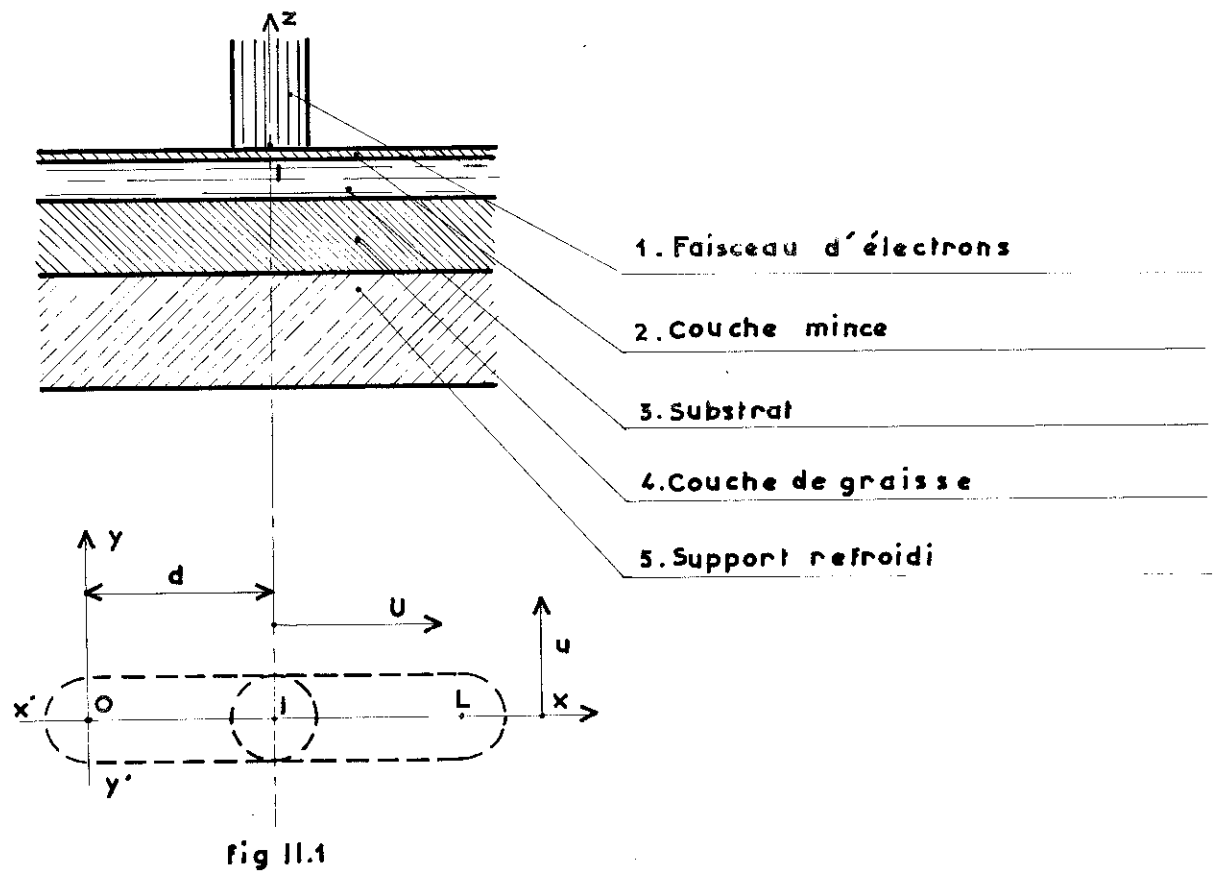
- les conditions optimales de travail (puissance du faisceau, température du support)
- le choix de la fréquence minimale de balayage.

II.2. Description du système (fig. II.1. p. 92)

II.3. Mouvements du faisceau (fig. II.1.)

Le mouvement du faisceau dont le point I définit le centre de l'impact des électrons sur l'échantillon, décrit alternativement le segment OL de l'axe $x'ox$, suivant la loi temporelle :

.../...



$$[1] \quad d = Ut \quad \text{pour} \quad 0 \leq t \leq \frac{T}{2} + k_1 T$$

$$d = U(T-t) \quad \text{pour} \quad \frac{T}{2} + k_2 T \leq t \leq T + k_3 T$$

k_1, k_2, k_3 entiers positifs, négatifs ou nuls.

L'axe $x'ox$ est animé par rapport à l'échantillon, d'un mouvement de translation uniforme, de vitesse u , dans la direction $y'oy$.

II.4. Interaction des électrons avec l'échantillon

Lorsqu'un faisceau d'électrons supposés monoénergétiques d'énergie E_0 , frappe une cible, une partie de son énergie cinétique est convertie en chaleur dans la cible. Une fraction des électrons incidents subit un ensemble de diffusions élastiques et inélastiques. Les électrons réémis, dont les énergies sont comprises entre 50 ev et E_0 , sont habituellement appelés électrons rétrodiffusés. Les électrons dont les énergies sont inférieures à 50 ev sont appelés vrais électrons secondaires, "impliquant le fait qu'ils occupaient des états liés dans le cristal" (65). Pour les cibles minces, une partie des électrons incidents est transmise à travers elles. Enfin, une faible fraction de l'énergie du faisceau incident (inférieure à 1 % pour des électrons de 50 Kev) est transformée en rayonnement X (66).

Dans nos expériences, nous bombardons, habituellement, les échantillons côté couche. La couche et le substrat vont apporter leur contribution à la rétrodiffusion des électrons, puisque l'épaisseur du film, 5 μ , n'est pas négligeable par rapport à la portée totale des électrons, dont l'ordre de grandeur, donné par la loi de Thomson-Whiddington (67), est de 20 μ . Par conséquent, le coefficient de rétrodiffusion global est compris entre ceux que fourniraient, séparément, le matériau du substrat sans couche et celui de la couche, à l'état massif (68).

.../...

Le coefficient de rétrodiffusion a été mesuré par Sternglass (69), Palluel (70) et d'autres, en fonction de l'énergie primaire pour différents éléments. A 20 Kev, il varie de 0,05 pour le carbone à 0,45 pour le platine. Sa dépendance avec le nombre atomique Z a été expliquée théoriquement par Archard qui a établi la relation simplifiée :

$$R = \frac{7Z - 80}{14Z - 80}$$

Holliday et Sternglass (68) montrent que, dans le domaine des hautes énergies ($E_0 > 1$ Kev), la rétrodiffusion est indépendante de la structure cristalline et des propriétés de conduction du solide. Pour la silice, par exemple, dont le silicium et l'oxygène qui la constituent, ne sont pas très éloignés dans la classification périodique de Mendéléïef, il est possible de calculer un numéro atomique moyen : $Z = \frac{14 + (2 \times 8)}{3} = 10$

La théorie modifiée d'Archard (71) prévoit, alors, un coefficient de rétrodiffusion voisin de 0,1.

Comme pour l'étain, constituant principal des couches, le coefficient est voisin de 0,4, il faut donc s'attendre, pour l'échantillon, à un coefficient de rétrodiffusion de l'ordre de 0,2 ou 0,3.

L'énergie totale rétrodiffusée est le produit du nombre d'électrons rétrodiffusés par leur énergie moyenne. Pour $E_0 = 2$ Kev, elle est, environ, la moitié de l'énergie incidente. Elle est légèrement plus élevée pour les éléments lourds que pour les éléments légers (à énergie incidente donnée) (69). Bien qu'à 680 Kev, la dépendance de l'énergie moyenne rétrodiffusée à l'énergie incidente soit plus marquée, il semble raisonnable d'admettre comme rapport entre elles, la valeur 0,5.

Par conséquent, c'est environ 10 à 15 % de l'énergie incidente qui est rétrodiffusée par l'échantillon.

.../...

Chaque électron, frappant la cible, subit un certain nombre de diffusions élastiques et inélastiques, donnant à sa trajectoire, le caractère aléatoire. Les électrons peuvent, comme nous l'avons vu, ressortir de la cible, sous forme d'électrons rétrodiffusés, après avoir subi un certain nombre de ces diffusions. Ils peuvent aussi terminer leur course dans la cible : Leur vitesse s'annule dans une sphère, axée sur la direction des électrons incidents, dont le diamètre est supérieur à la portée des électrons dans la cible, tout en restant du même ordre de grandeur (72).

Comme nous considérerons, par la suite, la température en des points situés à des distances de l'impact, bien supérieures à la portée des électrons, nous pouvons admettre que la dissipation d'énergie est faite en surface.

II.5. Hypothèses du modèle

Les hypothèses faites sont les suivantes :

II.5.1. Le substrat et la couche sont assimilés, globalement, à une plaque mince d'étendue infinie, de conductivité thermique K , de diffusivité thermique κ , d'épaisseur D suffisamment faible pour que la température puisse être considérée comme uniforme dans toute l'épaisseur. Nous supposons la plaque située dans le plan $Z = 0$.

En réalité, l'épaisseur est encore grande par rapport à la portée des électrons. L'hypothèse sur l'uniformité de la température ne saurait s'appliquer au voisinage immédiat de l'impact où le problème est à trois dimensions. Nous reviendrons sur cette question au § II.12.

II.5.2. L'échantillon échange, par la face inférieure, de la chaleur avec le support sur lequel il repose.

.../...

D'une manière plus générale, l'échantillon peut échanger de la chaleur par ses deux faces, avec le milieu à température v_0 qui l'entoure. La conductance de surface totale par unité de surface de l'échantillon sera notée $2h$.

II.5.3. Comme la plupart des auteurs, nous admettrons que la puissance du faisceau, à l'impact sur l'échantillon est distribuée suivant une loi de Gauss (73) (74) (75) (76) (11). Nous avons, en ce qui nous concerne, constaté que cette hypothèse se vérifiait d'autant mieux que le faisceau était plus diaphragmé ou plus concentré au niveau du canon.

La densité de puissance, à l'impact, prend la forme :

$$[2] \quad \frac{dW(M)}{ds} = W_0 e^{-A(s^2+w^2)}$$

La densité de puissance, dissipée dans l'échantillon au voisinage du point $M(s, w)$, par le faisceau élémentaire frappant l'aire dS , (fig. II.2., p. 92), est :

$$[3] \quad q(r) = p \frac{dW}{dS} = p W_0 e^{-A(s^2+w^2)} = Q e^{-Ar^2}$$

$$\text{où } r^2 = s^2 + w^2 \quad \text{et} \quad p W_0 = Q$$

(1-p) désigne la fraction de l'énergie incidente rétrodiffusée (nous négligeons toutes les autres fractions de l'énergie, non transformées en chaleur dans la cible).

La puissance totale du faisceau, dissipée en chaleur dans la cible, s'écrit :

$$[4] \quad \mathcal{P} = Q \iint e^{-Ar^2} dS$$

$$[4'] \quad = Q \int_0^{2\pi} d\theta \int_0^\infty e^{-Ar^2} r dr = \frac{\pi Q}{A}$$

.../...

II.5.3.1. Diamètre du faisceau

La contribution à la puissance dissipée dans la cible, apportée par les électrons incidents contenus dans le tube de rayon R, est :

$$\begin{aligned} \mathcal{P}_R &= Q \int_0^{2\pi} d\theta \int_0^R e^{-Ar^2} r dr \\ &= [1 - e^{-AR^2}] \end{aligned}$$

Si l'on fixe conventionnellement le diamètre ϕ du faisceau, tel que, $\mathcal{P}_{(R=\frac{\phi}{2})} = 0,9$, on obtient :

$$A R^2 = 2,3$$

$$\text{et : } \phi = 2 \sqrt{\frac{2,3}{A}} \approx 3 A^{-1/2}$$

[5]

$$\text{ou encore : } A = 9 \phi^{-2}$$

II.5.4. La vitesse u de translation de la zone est supposée négligeable.

II.5.5. La zone est supposée infiniment longue. Dans le modèle, elle est supposée produite par une infinité de faisceaux identiques distants de $L = \frac{T}{2}$, balayant l'axe $x'ox$ suivant la loi :

$$dj = Ut + jL \quad \text{pour} \quad 0 \leq t < \frac{T}{2} + kT$$

$$dj = U(T-t) + jL \quad \text{pour} \quad \frac{T}{2} + k'T \leq t < T + k''T$$

k, k', k'' , entiers positifs ou négatifs,

dj est le déplacement du $j^{\text{ième}}$ faisceau par rapport à l'origine 0.

II.5.6. Les propriétés physiques du système sont supposées indépendantes de la température.

.../...

II.6. Mise en équation

La température v au temps t dans la plaque, non soumise au bombardement, satisfait à l'équation différentielle (77a)

$$[6] \quad \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} - \frac{\rho C}{K} \frac{\partial v}{\partial t} - \frac{2H}{KD} (v - v_0) = 0$$

Si nous prenons v_0 comme origine des températures,

$$[7] \quad v = \frac{Q'}{4\pi KD t} e^{-[k k^2 t + \frac{x^2 + y^2}{4k t}]}$$

$$\text{où } k^2 = \frac{2H}{KD},$$

satisfait l'équation [6], et s'interprète comme étant la température au temps t dans l'échantillon, résultant de la quantité de chaleur Q' libérée, à l'origine, au temps $t = 0$ (77b).

Chaque élément d'échantillon de longueur $U d\tau$ et de largeur dw , situé à une distance w de l'axe $x'ox$, reçoit pendant le temps $d\tau$, la puissance calorifique $q(r) dw ds$, du tube d'électrons de section $dw ds$ (fig. II.3, p. 92), selon une fonction périodique du temps, de période T .

Le tube élémentaire d'électrons, M , atteint l'élément $U d\tau$ au temps $\tau = s/U$, et le quitte au temps $\tau = (s/U) + d\tau$. Il l'atteint à nouveau au temps $T = (\tau - (s/U) + d\tau)$.

En fonction du temps, l'élément considéré reçoit la puissance donnée graphiquement par la fig. II.4. (p. 99). Soit $\delta q(r, t)$, la fonction qu'elle représente. La fonction $\delta q(r, t)$ est une fonction paire du temps, de période T , nulle sur l'intervalle $(0, T/2)$, sauf pour $\tau - (s/U) < t < \tau - (s/U) + d\tau$

Le développement en série de Fourier de $\delta q(r, t)$ s'écrit :

$$[8] \quad \delta q(r, t) = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} C_n e^{2\pi i n t / T} \quad \dots / \dots$$

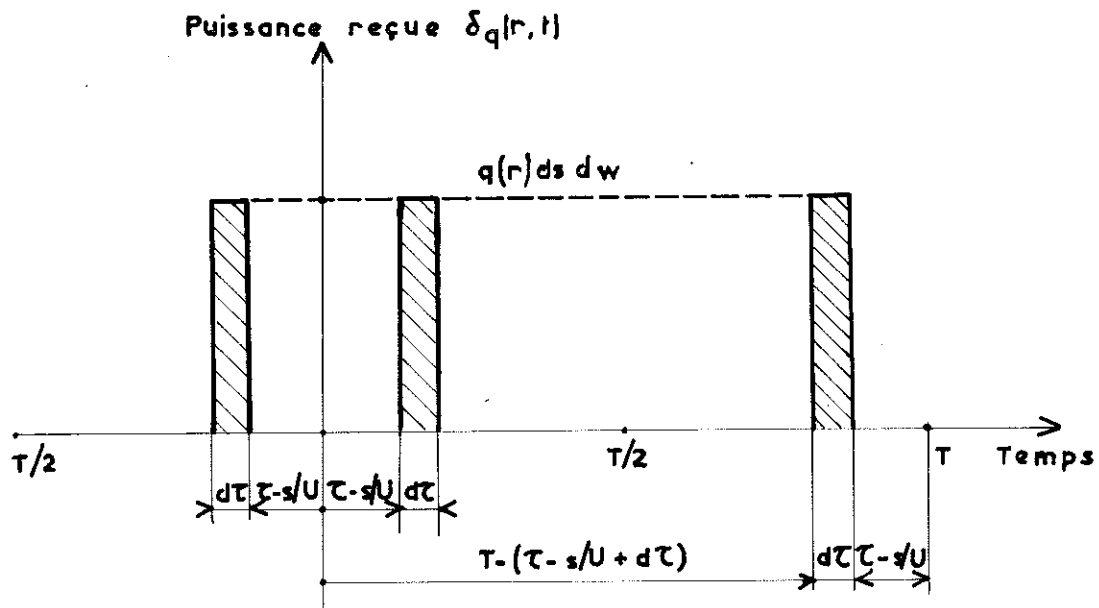


fig II. 4

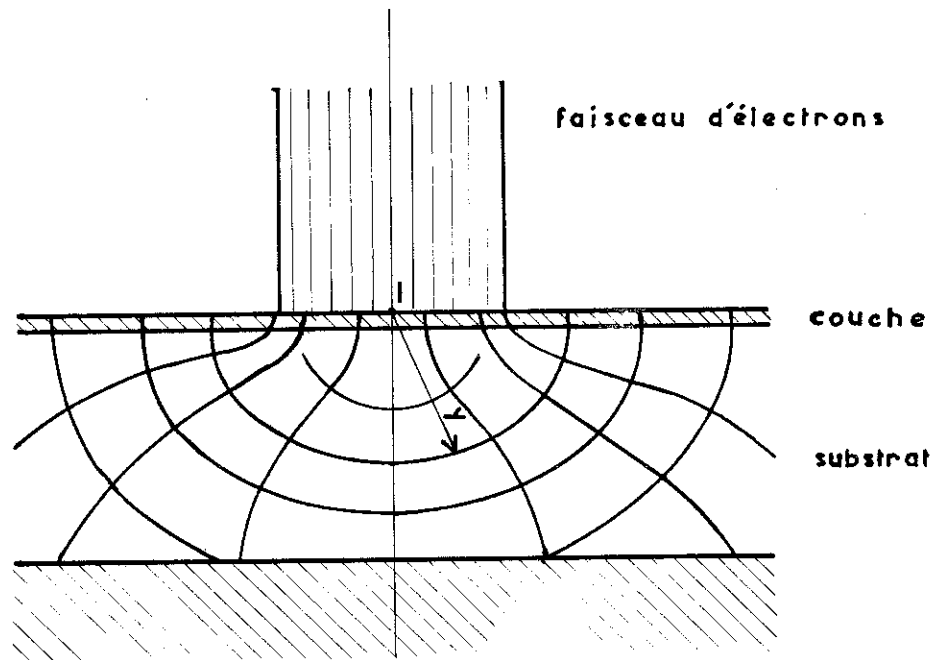


fig II. 6

avec :

$$[9] \quad C_n = 1/T \int_{-T/2}^{+T/2} \delta q(r,t) [\cos 2\pi n t/T - i \sin 2\pi n t/T] dt$$

L'intégration du terme en sinus est nulle puisque $\delta q(r,t)$ est paire :

$$[10] \quad C_n = (2/T) q(r) \cos 2\pi n (\tau-s/U)/T d\tau ds dw$$

Portant [10] dans [8], on obtient :

$$[11] \quad \delta q(r,t) = (2/T) q(r) \left[\sum_{n=-\infty}^{+\infty} \cos 2\pi n (\tau-s/U)/T e^{2\pi i n t/T} \right] ds dw d\tau$$

Pour deux valeurs opposées de n , le cosinus garde la même valeur et se met en facteur des termes exponentiels obtenus pour ces valeurs de n .

[11] s'écrit :

$$[12] \quad \delta q(r,t) = (2/T) q(r) \left[1 + \sum_{n=1}^{\infty} \cos 2\pi n (\tau-s/U)/T (e^{2\pi i n t/T} + e^{-2\pi i n t/T}) \right] ds dw d\tau$$

La quantité de chaleur libérée entre le temps t' et le temps $t'+dt'$, sur l'élément d'aire $ds dw$, au point de coordonnées :

$$\begin{cases} x' = U\tau \\ y' = w \end{cases}$$

donne, d'après [7], au point (x,y) et au temps t , la distribution de température

$$\delta v(x,y,t) = \frac{\delta q(r,t')}{4\pi K D(t-t')} e^{-\kappa k^2(t-t')} e^{-\frac{(x-U\tau)^2 + (y-w)^2}{4\kappa(t-t')}} dt'$$

.../...

Tenant compte de [12], de [4bis] et de [3], on obtient :

$$[13] \delta v(x,y,t) = \frac{A e^{-A(s^2+w^2)}}{2\pi 2KDT(t-t')} \left[1 + \sum_{n=1}^{\infty} (e^{2\pi i n t'/T} + e^{-2\pi i n t'/T}) \cos 2\pi n \frac{T-s/U}{T} \right] e^{-\kappa k^2(t-t')} e^{-\frac{(x-U\tau)^2 + (y-w)^2}{4\kappa(t-t')}} dt' d\tau ds dw$$

Grandeurs réduites

Nous appellerons par la suite :

$$v = \frac{v}{\frac{\phi}{2KDLK}}$$

température réduite

$$ky = \eta$$

$$kx = \xi$$

$$ks = \sigma$$

$$kw = \psi$$

coordonnées d'espace réduites

$$3kA^{-1/2} = \varphi$$

Diamètre réduit du faisceau

$$kA^{-1/2} = \frac{1}{3}\varphi = \varphi^*$$

$$k^2_{\kappa}(t-t') = \theta^*$$

$$k^2_{\kappa}t = \theta$$

$$k^2_{\kappa}t' = \theta'$$

$$k^2_{\kappa T} = \theta_T$$

Coordonnées de temps réduites

$$v = \frac{U}{\kappa k}$$

Vitesse réduite du spot;

Combinaisons de variables réduites

$$\frac{\pi n}{kL} = \lambda n$$

.../...

$$\frac{2\pi n}{T\kappa k^2} = \nu \lambda n$$

$$\frac{2\pi n t}{T} = \nu \lambda n \theta$$

$$\frac{y^2}{4\kappa(t-t')} = \frac{n^2}{4\theta}$$

$$\frac{(x-U\tau)^2}{4\kappa(t-t')} = \frac{(\xi-\nu\theta_\tau)^2}{4\theta^*}$$

En grandeurs réduites, l'équation [13] s'écrit :

$$[14] \quad \delta u(\xi, \eta, \theta) = \frac{\nu}{2\pi^2 \phi^* 2\theta^*} \left\{ 1 + \sum_{n=1}^{\infty} (e^{i\nu\lambda n\theta'} + e^{-i\nu\lambda n\theta'}) \cos[\nu\lambda n(\theta_\tau - \sigma/\nu)] \right\} \\ e^{-\theta^*} e^{-\frac{(\xi-\nu\theta_\tau)^2 + (\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} e^{-\frac{\sigma^2 + \psi^2}{\phi^{*2}}} d\theta' d\theta_\tau d\sigma d\psi$$

La température, en régime permanent, au point de coordonnées ξ, η et θ , s'obtient en intégrant l'expression ci-dessus, sur l'ensemble des valeurs prises par les coordonnées, $\theta_\tau, \sigma, \psi$ et en tenant compte du fait que le faisceau d'électrons est supposé agir depuis un temps infiniment long :

$$[15] \quad u(\xi, \eta, \theta) = \frac{\nu}{2\pi^2 \phi^* 2\theta^*} \int_{-\infty}^{+\infty} d\sigma \int_{-\infty}^{+\infty} d\psi \int_{-\infty}^{\theta} d\theta' \int_{-\infty}^{+\infty} \left\{ \left[1 + \sum_{n=1}^{\infty} (\dots) \right. \right. \\ \left. \left. \cos[\dots] \right\} e^{-\theta^*} e^{-(\dots)} e^{-(\dots)} d\theta_\tau$$

Posons,

$$[16] \quad I_0 = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\theta^*} e^{-\theta^*} e^{-\frac{(\xi-\nu\theta_\tau)^2 + (\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} e^{-\frac{\sigma^2 + \psi^2}{\phi^{*2}}} d\theta_\tau$$

$$[17] \quad I_n = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\theta^*} e^{i\nu\lambda n\theta'} \cos \nu\lambda n \left(\theta_\tau - \frac{\sigma}{\nu} \right) e^{-\theta^*} e^{-\frac{(\xi-\nu\theta_\tau)^2 + (\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} \\ e^{-\frac{\sigma^2 + \psi^2}{\phi^{*2}}} d\theta_\tau$$

.../...

et une expression analogue pour I_{-n}

$$[17'] \quad I_{-n} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\theta} e^{-i\nu\lambda_n\theta'} \dots\dots\dots d\theta'$$

[15] peut s'écrire,

$$[18] \quad v(\xi, \eta, \theta) = \frac{\nu}{2\pi^2 \phi^2} \int_{-\infty}^{+\infty} d\sigma \int_{-\infty}^{+\infty} d\psi \int_{-\infty}^{\theta} \left[I_0 + \sum_{n=1}^{\infty} (I_n + I_{-n}) \right] d\theta'$$

ou encore,

$$[19] \quad v(\xi, \eta, \theta) = \overline{v}(\eta) + \sum_{n=1}^{\infty} v_n(\xi, \eta, \theta)$$

avec,

$$[20] \quad \overline{v}(\eta) = \frac{\nu}{2\pi^2 \phi^2} \int_{-\infty}^{+\infty} d\sigma \int_{-\infty}^{+\infty} d\psi \int_{-\infty}^{\theta} I_0 d\theta'$$

et :

$$[21] \quad v_n(\xi, \eta, \theta) = \frac{\nu}{2\pi^2 \phi^2} \int_{-\infty}^{+\infty} d\sigma \int_{-\infty}^{+\infty} d\psi \int_{-\infty}^{\theta} (I_n + I_{-n}) d\theta'$$

L'expression [19] montre qu'en un point de la plaque, la température est la somme d'une quantité constante dans le temps, $\overline{v}(\eta)$ (ne dépendant que de la coordonnée η) et d'une quantité $\sum_{n=1}^{\infty} v_n(\xi, \eta, \theta)$, dépendant des 2 coordonnées d'espace et du temps.

$\overline{v}(\eta)$ peut s'interpréter également comme la température dans la plaque en régime permanent, résultant de la répartition uniforme de l'énergie des faisceaux (supposés en nombre infini), le long de leur ligne d'impact. Pratiquement, $\overline{v}(\eta)$ représente la température en régime permanent dans l'échantillon, dans un domaine $\mathcal{D}$ où $\eta \ll kL$ et $\xi \ll kL$, en supposant que l'énergie est répartie uniformément sur la zone de longueur L , grande vis-à-vis de $1/k$.

.../...

$\sum_{n=1}^{\infty} u_n(\xi, \eta, \theta)$ peut s'interpréter comme étant, dans le domaine $\mathcal{D}$ de la plaque, la fluctuation périodique de température, en un point donné, provoquée par le mouvement alternatif du faisceau.

II.7. Calcul de $\overline{v}(\eta)$

Posons :

$$\frac{\xi - v\theta}{(4\theta^*)^{1/2}} = x$$

$$dx = - \frac{v}{(4\theta^*)^{1/2}} d\theta$$

$$I_0 = \frac{(4\theta^*)^{1/2}}{v} \frac{e^{-\theta^*}}{\theta^*} e^{-\frac{(\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} e^{-\frac{\sigma^2+\psi^2}{\varphi^*2}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-x^2} dx$$

$$[22] \quad I_0 = \frac{2\pi^{1/2}}{v} \frac{e^{-\theta^*}}{\theta^*^{1/2}} e^{-\frac{(\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} e^{-\frac{\sigma^2+\psi^2}{\varphi^*2}}$$

$$[23] \quad \int_{-\infty}^{\theta} I_0 d\theta' = \frac{2\pi^{1/2}}{v} e^{-\frac{\sigma^2+\psi^2}{\varphi^*2}} \int_{-\infty}^{\theta} \frac{e^{-\theta^*}}{\theta^*^{1/2}} e^{-\frac{(\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} d\theta'$$

Comme $d\theta^* = -d\theta'$, l'intégrale ci-dessus s'écrit :

$$\int_0^{\infty} \frac{e^{-\theta^*}}{\theta^*^{1/2}} e^{-\frac{(\eta-\psi)^2}{4\theta^*}} d\theta^*$$

et vaut (78a) :

$$\pi^{1/2} e^{-|\eta-\psi|}$$

.../...

[23] s'écrit alors,

$$[24] \int_{-\infty}^{\theta} I_0 d\theta' = \frac{2\pi}{\sqrt{\varphi}} e^{-\frac{\sigma^2 + \psi^2}{\varphi^2}} e^{-|\eta - \psi|}$$

Portant [24] dans [20], on obtient,

$$[25] \overline{U}(\eta) = \frac{1}{\pi^{1/2} \sqrt{\varphi}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\psi^2/\varphi^2} e^{-|\eta - \psi|} d\psi$$

Posons $\eta - \psi = u$

$$\psi^2 = \eta^2 - 2u\eta + u^2$$

quand $\psi > \eta$, $u < 0$, $|\eta - \psi| = -u = u'$

quand $\psi < \eta$, $u > 0$, $|\eta - \psi| = u$

[25] peut s'écrire,

$$\begin{aligned} \overline{U}(\eta) &= \frac{1}{\pi^{1/2} \sqrt{\varphi}} \left[\int_{-\infty}^{\eta} \dots d\psi + \int_{\eta}^{+\infty} \dots d\psi \right] \\ &= \frac{1}{\pi^{1/2} \sqrt{\varphi}} \left[\int_0^{\infty} e^{-u} e^{-\frac{\eta^2 - 2u\eta + u^2}{\varphi^2}} du + \int_0^{\infty} e^{-u'} e^{-\frac{\eta^2 + 2u'\eta + u'^2}{\varphi^2}} du' \right] \end{aligned}$$

u' , variable d'intégration, peut être remplacée par u ,

$$[26] \overline{U}(\eta) = \frac{1}{\pi^{1/2} \sqrt{\varphi}} e^{-\frac{\eta^2}{\varphi^2}} \left\{ \int_0^{\infty} e^{-\frac{u^2}{\varphi^2}} \left[e^{-(1+\frac{2\eta}{\varphi^2})u} + e^{-(1-\frac{2\eta}{\varphi^2})u} \right] du \right\}$$

Posons :

$$u^2 = v, \quad du = \frac{v^{-1/2}}{2} dv$$

$$\frac{1}{\varphi^2} = p$$

$$2a^{1/2} = 1 \pm 2 \frac{\eta}{\varphi^2} \dots / \dots$$

Les intégrales, à calculer dans [26], sont de la forme,

$$\frac{1}{2} \int_0^{\infty} e^{-vp} e^{-2a^{1/2}v^{1/2}} v^{-1/2} dv$$

et valent (78b),

$$[27] \frac{1}{2} \pi^{1/2} p^{-1/2} e^{a/p} \operatorname{Erfc} a^{1/2} p^{-1/2}$$

[26] compte-tenu de [27], s'écrit :

$$[28] \bar{u}(\eta) = \frac{1}{2} e^{-\frac{\eta^2}{\varphi^{*2}}} \left[e^{\left(\frac{\varphi^*}{2} + \frac{\eta}{\varphi^*}\right)^2} \operatorname{Erfc}\left(\frac{\varphi^*}{2} + \frac{\eta}{\varphi^*}\right) + e^{\left(\frac{\varphi^*}{2} - \frac{\eta}{\varphi^*}\right)^2} \operatorname{Erfc}\left(\frac{\varphi^*}{2} - \frac{\eta}{\varphi^*}\right) \right]$$

Variation asymptotique de $\bar{u}(\eta)$

Lorsque η/φ^* est grand devant $\varphi^*/2$, $\bar{u}(\eta)$ tend vers :

$$e^{-\eta} e^{\frac{\varphi^{*2}}{4}} \text{ ou encore vers,}$$

$$e^{-\eta} \text{ si } \frac{\varphi^*}{2} \ll 1$$

Donc,

$$[29] \bar{u}(\eta) \sim e^{-\eta}$$

Lorsque $\frac{2\eta}{\varphi^{*2}} \ll 1$,

$\bar{u}(\eta)$ est équivalent à

$$e^{\frac{\varphi^{*2}}{4}} \operatorname{Erfc} \frac{\varphi^*}{2} \operatorname{Ch} \eta - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{2\eta}{\varphi^{*2}} \operatorname{sh} \eta$$

.../...

En particulier, lorsque η tend vers 0

$$[30] \quad \overline{v}(\eta) \sim e^{\frac{\varphi^* 2}{4}} \operatorname{Erfc} \frac{\varphi^*}{2}$$

La variation de $\overline{v}(\eta)$ est représentée sur la figure II.5 (p.108) ; Celle de $\overline{v}(0)$ sur la figure II.6 (p.108).

II.8. Calcul de $v(\xi, \eta, \theta)$ dans l'approximation du faisceau ponctuel

Pour calculer la fluctuation de température, nous nous placerons dans l'hypothèse du faisceau ponctuel. La puissance est donc supposée dissipée en I.

[21] s'écrit maintenant :

$$[31] \quad v_n(\xi, \eta, \theta) = \frac{v}{2\pi} \int_{-\infty}^{\theta} (I_n + I_{-n}) d\theta'$$

et

$$[32] \quad I_{\pm n} = e^{\pm i v \lambda_n \theta} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\theta^*} \cos v \lambda_n \theta_{\tau} e^{-(1 \pm i v \lambda_n) \theta^*} e^{-\frac{(\xi - v \theta_{\tau})^2 + n^2}{4 \theta^*}} d\theta_{\tau}$$

Posant :

$$\xi - v \theta_{\tau} = \mu$$

$$[33] \quad \begin{aligned} \cos v \lambda_n \theta_{\tau} &= \cos \lambda_n (\mu - \xi) \\ &= \cos \lambda_n \xi \cos \lambda_n \mu + \sin \lambda_n \xi \sin \lambda_n \mu \end{aligned}$$

En tenant compte de [33] dans [32] et en remarquant que l'intégration des termes en sinus est nulle, on obtient :

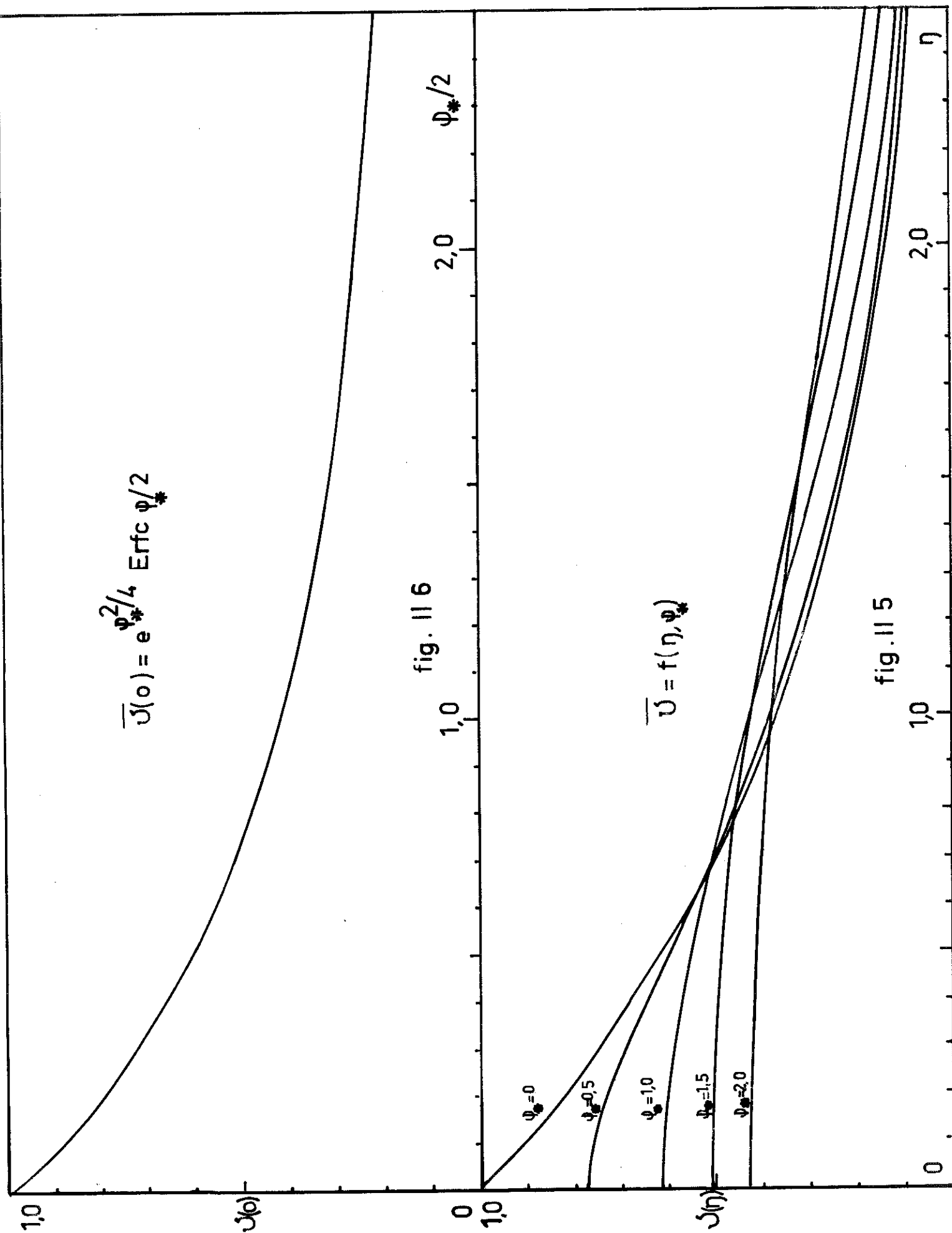
.../...

$$\bar{u}(0) = e^{\psi_*^2/4} \operatorname{Erfc} \psi_*/2$$

fig. II 6

$$\bar{u} = f(\eta, \psi_*)$$

fig. II 5



$$[34] I_{\pm n} = 2 \frac{e^{\pm i v \lambda_n \theta}}{v \theta^*} \cos \lambda_n \xi e^{-[1 \pm i v \lambda_n] \theta^*} e^{-\frac{n^2}{4 \theta^*}} \int_0^\infty e^{-\frac{\mu^2}{4 \theta^*}} \cos \lambda_n \mu d\mu$$

Cette dernière intégrale vaut (78c) :

$$\pi^{1/2} \theta^{*1/2} e^{-\lambda_n^2 \theta^*}$$

d'où

$$I_{\pm n} = 2 \frac{\pi^{1/2}}{v} e^{\pm i v \lambda_n \theta} \cos \lambda_n \xi \frac{e^{-(1 \pm i v \lambda_n) \theta^*}}{\theta^{*1/2}} e^{-\frac{n^2}{4 \theta^*}}$$

II.9. Calcul de $\int_{-\infty}^{\theta} I_{\pm n} d\theta'$

En posant :

$$1 + \lambda_n^2 \pm i v \lambda_n = p_{\pm}$$

et

$$[35] n^2 = a$$

$$\int_{-\infty}^{\theta} I_{\pm n} d\theta' = \frac{2\pi^{1/2}}{v} e^{\pm i v \lambda_n \theta} \cos \lambda_n \xi \int_0^\infty e^{-p_{\pm} \theta^*} \theta^{*-1/2} e^{-\frac{a}{4 \theta^*}} d\theta^*$$

L'intégrale ci-dessus est égale à (78a) :

$$[36] \pi^{1/2} p_{\pm}^{-1/2} e^{-a^{1/2} p_{\pm}^{1/2}}$$

Nous poserons :

$$p_+^{1/2} = \alpha + i\beta$$

$$p_-^{1/2} = \alpha - i\beta$$

.../...

[36] peut s'écrire,

$$[37] \pi^{1/2} \frac{e^{-a^{1/2}\alpha}}{(\alpha^2 + \beta^2)^{1/2}} e^{\mp i[a^{1/2}\beta + \delta_n]}$$

$$\text{où } \delta_n = \text{Arg } p_+^{1/2}$$

Explicitons [37]

$$[38] a^{1/2}\alpha = [(1+\lambda^2_n)^2 + v^2\lambda^2_n]^{1/4} n \cos \delta_n = (1+\lambda^2_n)^{1/2} [1+\Omega_n^2]^{1/4} n \cos \delta_n$$

$$[39] a^{1/2}\beta = [(1+\lambda^2_n)^2 + v^2\lambda^2_n]^{1/4} n \sin \delta_n = (1+\lambda^2_n)^{1/2} [1+\Omega_n^2]^{1/4} n \sin \delta_n$$

$$\text{où } \Omega_n = \frac{v\lambda n}{1+\lambda^2_n} = \text{Tg } 2\delta_n$$

$$\cos \delta_n = \frac{1}{\sqrt{2}} [1+(1+\Omega_n^2)^{-1/2}]^{1/2}$$

$$\sin \delta_n = \frac{1}{\sqrt{2}} [1-(1+\Omega_n^2)^{-1/2}]^{1/2}$$

[38] s'écrit,

$$[40] a^{1/2}\alpha = \frac{1}{\sqrt{2}} n(1+\lambda^2_n)^{1/2} [(1+\Omega_n^2)^{1/2} + 1]^{1/2}$$

et [39],

$$[41] a^{1/2}\beta = \frac{1}{\sqrt{2}} n(1+\lambda^2_n)^{1/2} [(1+\Omega_n^2)^{1/2} - 1]^{1/2} = \gamma_n n$$

$$[42] (\alpha^2 + \beta^2)^{-1/2} = \frac{1}{(1+\lambda^2_n)^{1/2}} \frac{1}{(1+\Omega_n^2)^{1/4}}$$

Compte-tenu de [40][41][42], [37] s'écrit :

$$[43] \pi^{1/2} \frac{e^{-\frac{1}{\sqrt{2}}(1+\lambda^2_n)^{1/2} [(1+\Omega_n^2)^{1/2} + 1]^{1/2} n} e^{\mp i[\gamma_n n + \delta_n]}}{(1+\lambda^2_n)^{1/2} (1+\Omega_n^2)^{1/4}} \dots / \dots$$

L'expression [31] de $u_n(\xi, \eta, \theta)$ s'écrit maintenant,

$$[44] \quad u_n(\xi, \eta, \theta) = 2 \frac{e^{-\frac{1}{\sqrt{2}} \left\{ [(1+\lambda_n^2)^2 + v^2 \lambda_n^2]^{1/2} + (1+\lambda_n^2) \right\}^{1/2} \eta}}{[(1+\lambda_n^2)^2 + v^2 \lambda_n^2]^{1/4}} \times \dots$$

$$\dots \times \cos \lambda_n \xi \cos(v \lambda_n \theta - \gamma_n \eta - \delta_n)$$

Cette expression est celle d'une onde progressive de longueur d'onde $\frac{2\pi}{\gamma_n}$, se propageant dans la direction des y positifs.

Comme, habituellement, $v^2 \lambda_n^2 \gg 1 + \lambda_n^2$, nous admettrons pour l'amplitude de l'onde, l'expression :

$$\frac{2 e^{-\frac{1}{\sqrt{2}} v^{1/2} \lambda_n^{1/2} \eta}}{v^{1/2} \lambda_n^{1/2}} = \frac{2 e^{-\frac{1}{\sqrt{2}} n^{1/2} v^{1/2} \lambda_1^{1/2}}}{n^{1/2} v^{1/2} \lambda_1^{1/2}} \eta$$

Le rapport de l'harmonique "deux" au fondamental est par conséquent :

$$[45] \quad (1/\sqrt{2}) e^{-[(\sqrt{2}-1)/\sqrt{2}] v^{1/2} \lambda_1^{1/2} \eta}$$

Pour les valeurs courantes :

$$k = 4,2 \text{ cm}^{-1} \text{ (voir § 12)}$$

$$\kappa = 5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$T = 10^{-3} \text{ s (valeur utilisée dans les expériences)}$$

$$L = 1 \text{ cm}$$

$$v^{1/2} \lambda_1^{1/2} = \left(\frac{2L}{T} \frac{1}{\kappa k} \right)^{1/2} \left(\frac{\pi}{kL} \right)^{1/2}$$

$$= (2 \times 10^3 \times \frac{1}{5 \cdot 10^{-3}} \times \frac{\pi}{(4,2)^2})^{1/2} = 270.$$

.../...

[45] vaut :

$$e^{-78 \eta / \sqrt{2}}, \text{ soit de l'ordre de } 0,1 \text{ pour } \eta = 2,4 \times 10^{-2}$$

Les harmoniques de rang supérieur ou égal à 2, sont négligeables par rapport au fondamental et l'on peut écrire, au moins pour $\eta > 2,4 \times 10^{-2}$, c'est-à-dire pour $y > 6.10^{-3}$ cm :

$$[46] u(\xi, \eta, \theta) = 2 \frac{e^{-\frac{1}{\sqrt{2}} v^{1/2} \lambda_1^{1/2} \eta}}{v^{1/2} \lambda_1^{1/2}} \cos \lambda_1 \xi \cos(v \lambda_1 \theta - \gamma_1 \eta - \delta_1)$$

II.10. Relation entre la vitesse de recristallisation et la fréquence de balayage.

Le balayage du spot entraîne, comme nous l'avons vu, une fluctuation de température en tout point. Les interfaces liquide - solide de la zone fluctuent dans leur position.

Leur déplacement maximal, $|\Delta \eta|_{\max}$ se déduit de l'expression du gradient de température G :

$$G = \frac{d\theta}{d\eta}$$

Utilisant l'expression simplifiée [29], $|G| = e^{-\eta}$

La fluctuation maximale de température est le double de l'amplitude des variations, données par la relation [46], d'où :

$$\begin{aligned} |\Delta \eta|_{\max} &= \frac{|\Delta \theta|_{\max}}{G} \\ &= \frac{4 \cdot e^{-\frac{1}{\sqrt{2}} v^{1/2} \lambda_1^{1/2} \eta_f}}{v^{1/2} \lambda_1^{1/2} e^{-\eta_f}} \end{aligned}$$

où η_f est la coordonnée moyenne de l'interface par rapport à l'axe de la zone.

.../...

Ce déplacement se produit pendant la durée $T/2$. L'avance de la position moyenne de l'interface est, pendant ce temps,

$$u \text{ } T/2$$

soit en coordonnées réduites,

$$k u \text{ } T/2$$

La relation cherchée doit exprimer que cette quantité est très supérieure à $|\Delta\eta|_{\max}$:

$$k u \text{ } T/2 \gg \frac{4 e^{-\frac{1}{\sqrt{2}}} v^{1/2} \lambda_1^{1/2} \eta_f}{v^{1/2} \lambda_1^{1/2} e^{-\eta_f}}$$

ou encore,

$$[47] \quad u \gg \frac{8 e^{-\frac{1}{\sqrt{2}}} v^{1/2} \lambda_1^{1/2} \eta_f}{v^{1/2} \lambda_1^{1/2} k T e^{-\eta_f}}$$

Avec $v^{1/2} \lambda_1^{1/2} = 270$ (§ précédent)

$$k = 4,2 \text{ cm}^{-1}$$

$$T = 10^{-3} \text{ s}$$

$$\eta_f = 8 \times 10^{-2}$$

On obtient :

$$u \gg \frac{8 e^{-\frac{270 \times 0,08}{\sqrt{2}}}}{270 \times 4,2 \times 10^{-3}} \quad \text{soit environ } u \gg 10^{-6} \text{ cm/s}$$

avec $k = 4,2 \text{ cm}^{-1}$, $\eta_f = 0,08$ correspond à une zone large de $4 \times 10^{-2} \text{ cm}$. Comme les vitesses couramment utilisées sont de l'ordre de 10^{-3} cm/s , la condition [45] est donc bien vérifiée avec une fréquence de 10^3 Hertz.

.../...

II.11. Choix de la valeur optimale de k

Soit u_f^* la température réduite de fusion de l'alliage constituant la couche.

u_o , la température réduite du support d'échantillon.

Posons :

$$u_f = u_f^* - u_o$$

En supposant le faisceau ponctuel,

$$e^{-\eta f} = u_f^* - u_o$$

La largeur de la zone fondue peut subir des modifications résultant de variations, dans la puissance du faisceau, et dans la température du support :

Pour de telles variations supposées petites, on obtient la relation :

$$[48] \quad 2\Delta\eta_f = \left(\left| \frac{\partial u_f^*}{\partial \mathcal{P}} \Delta \mathcal{P} \right| + \left| \frac{\partial u_o}{\partial v_o} \Delta v_o \right| \right) e^{\eta f}$$

où $2\Delta\eta_f$ exprime la variation réduite de largeur de zone.

Or, d'après l'expression de $\overline{u}$ (§ 6),

$$\frac{\partial u_f^*}{\partial \mathcal{P}} = \frac{2KDLkv_f}{\mathcal{P}^2}$$

$$\frac{\partial u_o}{\partial v_o} = \frac{2KDLk}{\mathcal{P}}$$

[48] devient :

$$2\Delta\eta_f = \frac{2KDLk}{\mathcal{P}} \left(\frac{\Delta \mathcal{P}}{\mathcal{P}} v_f + \Delta v_o \right) \dots / \dots$$

Si l'on admet que $\frac{A\mathcal{P}}{\mathcal{P}}$ est une constante, la zone est d'autant plus stable que k est plus petit, et $\mathcal{P}$ plus grand.

$$\text{Comme } v_o = v_f^* - v_f$$

$$\text{Soit } v_o = v_f^* - \frac{\mathcal{P}}{2KDLK} e^{-\eta f}$$

un rapport $\frac{\mathcal{P}}{K}$ élevé conduit à une température basse du support.

En résumé, les résultats précédents, établis pour le faisceau ponctuel, montrent l'intérêt de travailler avec des supports d'échantillons froids, des faisceaux puissants, et de choisir une faible valeur pour k .

Pour une raison de simplicité, les expériences ont été faites avec le support à température ambiante.

II.12. Discussion

Les hypothèses II.5.3, II.5.4, II.5.5 et II.5.6 sont assez bien vérifiées, dans les conditions de l'expérience, et nous nous attacherons plus particulièrement à la discussion des hypothèses 5.1. et 5.2.

L'hypothèse II.5.1. suppose que la température ne dépend pas de la coordonnée suivant l'axe vertical Oz . Cette hypothèse n'est pas vérifiée au voisinage de l'impact des électrons où les surfaces isothermes peuvent, grossièrement, être assimilées à des demi-cylindres de rayon y (fig. II.6, p. 99). La théorie ne s'applique dans cette région.

L'hypothèse II.5.1. ignore également l'effet produit par la couche déposée, dont la conductivité thermique peut être une centaine de fois celle du substrat. Le flux de chaleur transmis par la couche à travers une surface isotherme est, par unité de longueur : $2 K_C e \frac{dv}{dy}$

.../...

Le flux transmis dans le substrat à travers la même isotherme est :

$$\pi K_s y \frac{dv}{dy}$$

où K_c et K_s sont les coefficients de conductibilité thermique, respectivement, de la couche et du substrat.

Le rapport de ces flux est :

$$\frac{2}{\pi} \frac{K_c}{K_s} \frac{e}{y}$$

Comme K_c/K_s est de l'ordre de 10^2 , le rapport des flux est de l'ordre de :

$$60 e/y$$

Dans un domaine où ce rapport est notablement supérieur à l'unité, c'est-à-dire pour $y < 60 e$, la couche agit de manière prépondérante dans la conduction thermique : La température à la surface de l'échantillon est abaissée par la présence de la couche, d'autant plus fortement que l'on se rapproche plus du centre de l'impact.

Lorsque les isothermes, dans l'échantillon, peuvent être assimilées à des portions de plan (c'est-à-dire loin de l'impact), le transfert est proportionnel au terme

$$e K_c + D K_s = K D$$

où,

$$K = K_s + \frac{e}{D} K_c = K_s \left(1 + \frac{e}{D} \frac{K_c}{K_s}\right)$$

K a été défini comme le coefficient global de conductibilité thermique de l'échantillon.

.../...

Avec un substrat en silice de 0,2 mm d'épaisseur, une couche de 5μ d'étain,

$$\frac{e}{D} \frac{K_C}{K_S} = \frac{5}{200} \frac{0,14}{0,0035} = 1 \text{ (à } 100^\circ\text{C)}$$

Le coefficient de conductibilité global est doublé par la présence de la couche d'étain.

L'hypothèse II.5.2. suppose que la conductance de surface de la face inférieure de l'échantillon est constante. Cette hypothèse serait vérifiée, si cette face, ainsi que celle du support d'échantillon, étaient des isothermes, ce qui n'est évidemment pas réalisé. Le calcul proposé pour k est basé sur cette hypothèse, et ne donne par conséquent qu'une "valeur moyenne". Ainsi :

$$2H = \frac{K_G}{e_G}$$

$$\text{et } k^2 = \frac{K_G}{e_G \cdot K \cdot D}$$

$$\text{Pour } K_G = 10^{-4} \text{ cal/}^\circ\text{C.cm.s (graisse Siss à vide)}$$

$$K = 7 \cdot 10^{-3} \text{ cal/}^\circ\text{C.cm.s}$$

$$D = 2 \cdot 10^{-2} \text{ cm}$$

$$e_G = 4 \cdot 10^{-2} \text{ cm}$$

$$k = \sqrt{\frac{10^{-4}}{4 \times 10^{-2} \times 7 \times 10^{-3} \times 2 \times 10^{-2}}} = 4,2 \text{ cm}^{-1}$$

II.13. Vérification expérimentale

L'expérience à laquelle correspondent les figures 5.16 et 5.19 (p.77) donnent pour largeur de zone, la valeur 0,4 cm. La longueur de la zone est de 0,5 cm ; le diamètre du faisceau de 0,02 cm.

.../...

$$\varphi^* = 2,8 \cdot 10^{-2} \text{ et } \varphi^*/2 = 1,4 \times 10^{-2}$$

C'est pratiquement le cas où $\varphi^* = 0$.

La puissance théorique est donnée par la relation [29], et,

$$\mathcal{P} = 2 K D L k v e^{ky_f}$$

où y_f est la 1/2 largeur de zone.

Avec les valeurs déjà citées :

$$K = 7 \cdot 10^{-3} \text{ cal/}^\circ\text{C.cm.s}$$

$$D = 0,02 \text{ cm}$$

$$L = 0,5 \text{ cm}$$

$$v = 210^\circ\text{C}$$

$$y_f = 0,02 \text{ cm}$$

$$k = 4,2 \text{ cm}^{-1},$$

$$\mathcal{P} = 2 \cdot 7 \times 10^{-3} \times 2 \times 10^{-2} \times 0,5 \times 4,2 \times 210 \times e^{4,2 \times 0,02} \times 4,18 = 0,565 \text{ W}$$

Admettant un coefficient de rétrodiffusion, en puissance de 0,2, on obtient :

$$W = 1,2 \times 0,565 = 0,7 \text{ W.}$$

Le courant électronique était de l'ordre de 25 μA , et la tension d'accélération de 45 KV. La puissance réelle du faisceau était donc de 1,1 Watts. Si l'on tient compte des erreurs de mesure et des incertitudes dans le choix de constantes physiques*, la théorie fournit une approximation satisfaisante.

* Les valeurs, pour les constantes physiques, correspondent à la Silice.

A N N E X E III

ETUDE DE LA STABILITE DES ZONES

III.1. Existence d'une pression électronique

Considérons un tube d'électrons monocinétiques frappant la cible en O (fig. III.1, p.120).

Appliquons le théorème de l'impulsion. Soit $F(t)$ l'action verticale de la cible sur un électron qui la pénètre à la vitesse v , entre l'instant τ_1 et l'instant τ_2 pour lequel elle s'annule :

$$\int_{\tau_1}^{\tau_2} F(t) dt = mv \quad *$$

Si n électrons ont pénétré totalement dans l'unité de temps, le théorème de l'impulsion s'écrit :

$$[1] \int_0^1 \sum_{i=1}^n F_i(t) dt = n m v$$

soit encore :

$$[2] F = n m v$$

où F exprime la force moyenne exercée pendant l'unité de temps par les électrons sur l'aire S .

Si N est le nombre moyen d'électrons par unité de volume du tube d'électrons,

$$[3] n = N S v$$

* On néglige la variation relativiste de masse.

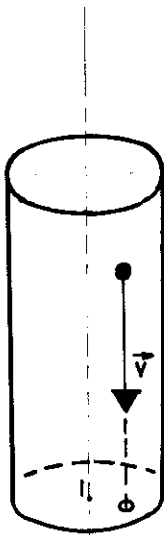


fig III.1

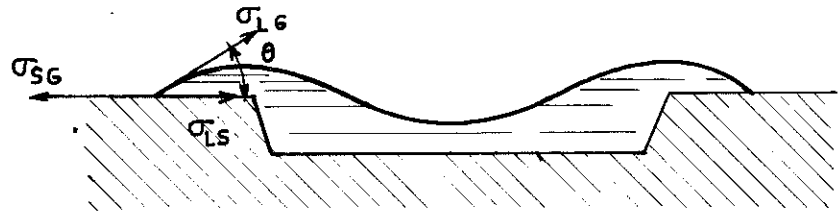


fig III.2

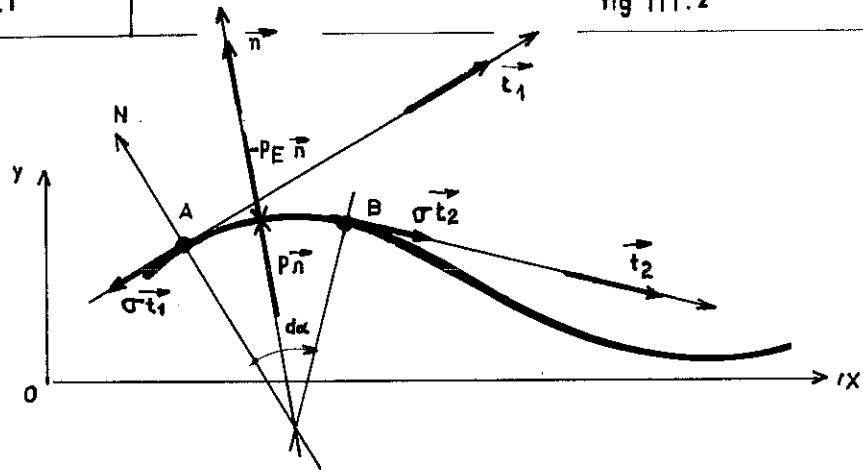


fig III.3

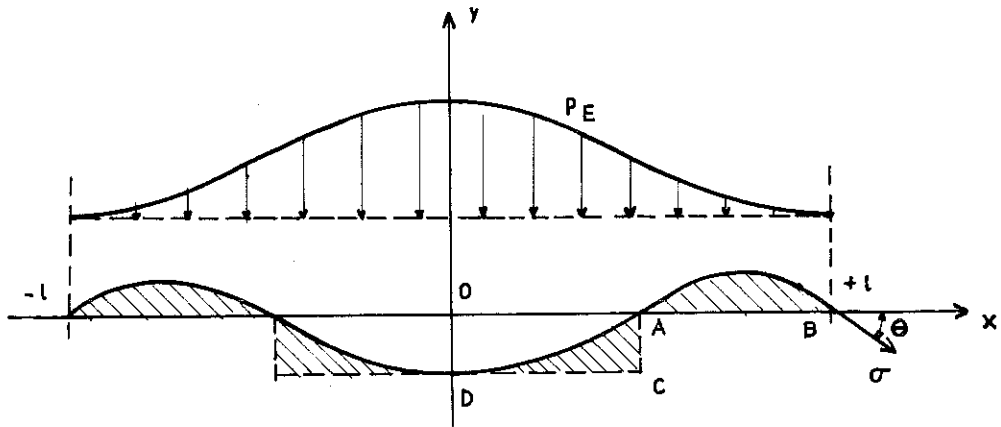


fig III.4

Or la densité de courant est :

$$j = N e v$$

De [2] et [3],

$$[4] \quad F = \frac{j}{e} m S v$$

et la pression moyenne,

$$p = \frac{F}{S} = \frac{j}{e} m v$$

ϕ étant la tension d'accélération des électrons,

$$e\phi = \frac{1}{2} m v^2$$

$$v = \sqrt{\frac{2e\phi}{m}}$$

$$[5] \quad p = j \sqrt{2 \frac{m}{e} \phi}$$

Cette relation traduit la proportionnalité de la pression à la densité de courant.

La densité de puissance w est parfois plus accessible et il est intéressant d'exprimer p en fonction d'elle.

$$w = \frac{d\mathcal{P}}{dS} = j\phi \quad \text{et,}$$

$$[6] \quad p = w \sqrt{2 \frac{m}{e\phi}}$$

Application numérique

w peut être de l'ordre de 10^{10} w/m^2 avec $\phi = 5.10^4 \text{ V}$.

.../...

alors,

$$p = 10^{10} \sqrt{2 \times \frac{9,1 \times 10^{-31}}{1,6 \times 10^{-19} \times 5 \times 10^4}} \approx 2 \cdot 10^2 \text{ pascals}$$

Dans nos expériences, les pressions en jeu sont, toutefois, 100 fois plus faibles, puisque les densités de puissance sont de l'ordre de 10^8 w/m^2 .

III.2. Equilibre de la surface libre

III.2.1. Mise en équation

Nous étudions l'équilibre de la surface libre du liquide de la zone, dans l'hypothèse où le problème est à deux dimensions.

La surface libre se raccorde au solide suivant l'angle θ , défini par l'équilibre des tensions superficielles, σ_{SG} , σ_{LG} , σ_{LS} , tel que :

$$\sigma_{LG} \cos \theta + \sigma_{LS} = \sigma_{SG}$$

$$(\text{à condition que } -1 \leq \frac{\sigma_{SG} - \sigma_{SL}}{\sigma_{LG}} \leq 1) \quad (\text{fig. III.2, p. 120})$$

Un élément de surface $ds \times 1$, de longueur unité suivant la 3e dimension, est en équilibre sous l'action (fig. III.3. p.120) :

- des forces de tension superficielle $\vec{\sigma t_1}, \vec{\sigma t_2}$
- des forces de pression hydrostatique $p \, ds \, \vec{n}$
- des forces de pression électronique $- p_E \, ds \, \vec{n}$

L'équation d'équilibre est :

$$[7] \quad - \vec{\sigma t_1} + \vec{\sigma t_2} + \vec{n}(p - p_E)ds = 0 \quad \dots/...$$

où $\vec{t}_1$, $\vec{t}_2$, $\vec{n}$ sont des vecteurs unitaires.

$$\text{Or } \vec{t}_2 - \vec{t}_1 = \vec{n} d\alpha$$

Par ailleurs,

$$R d\alpha = ds$$

où R est le rayon algébrique mesuré sur l'axe $A N$

$$\text{Comme, } R \sim \frac{1}{y''(x^2)},$$

$$d\alpha = y''(x^2) ds \text{ et } \vec{t}_2 - \vec{t}_1 = -\vec{n} y''(x) ds$$

Par suite, [7] s'écrit :

$$[8] \quad \sigma y''(x^2) + p - p_E = 0$$

$$\text{Or, } p = p_0 - \rho g y(x)$$

où p_0 est la pression hydrostatique pour $y = 0$, ρ , la masse volumique du liquide et g l'accélération de la pesanteur.

[8] s'écrit,

$$[9] \quad y''(x^2) - \frac{\rho g}{\sigma} y = \frac{p_E - p_0}{\sigma}$$

Soit 2ℓ la largeur de la surface libre.

Nous supposons que la pression électronique se répartit suivant une loi du type :

$$[10] \quad p_E = C(1 + \cos \pi x)$$

.../...

où l'on suppose, maintenant, l'axe des y centré sur la zone.

Le choix d'une telle loi est justifié par le fait que toute fonction peut être développée sur un intervalle, en série de Fourier dont on peut superposer les effets de chaque composante, puisque l'équation [9] est linéaire.

Par ailleurs, la fonction [10] n'est pas sans rappeler la répartition gaussienne dont il a été déjà question au chapitre III.

Forme réduite

$$\text{Posons } \frac{pg}{\sigma} = \xi^2 \text{ et } \xi x = t$$

$$\frac{dy}{dx} = \frac{dy}{dt} \frac{dt}{dx} = \xi \frac{dy}{dt}$$

$$\frac{d^2y}{dx^2} = \xi \frac{d}{dx} \left(\frac{dy}{dt} \right) = \xi \frac{d}{dt} \left(\frac{dy}{dt} \right) \frac{dt}{dx} = \xi^2 \frac{d^2y}{dt^2}$$

Posons également,

$$u(t) = \frac{\sigma \xi^2}{p_0} y[x(t)]$$

[9] s'écrit :

$$u''(t) - u(t) = \frac{C}{p_0} - 1 + \frac{C}{p_0} \cos \frac{\xi}{t} t$$

III.2.2. Résolution de l'équation

La solution générale de cette équation est :

$$[12] \quad u(t) = A_{11} e^t + A_{12} e^{-t} + 1 - \frac{C}{p_0} + A_2 \cos \frac{\xi}{t} t$$

où A_{11} , A_{12} , A_2 sont des constantes à déterminer.

.../...

Conditions aux limites

Nous prenons l'origine des y dans le plan supérieur de la couche. Par suite, y s'annule où la surface libre se raccorde à la couche, c'est-à-dire pour $x = \pm \ell$ (2ℓ égale, ici, la largeur de zone).

$$[13] \quad \frac{p_o}{\sigma \xi^2} u(\xi \ell) = \frac{p_o}{\sigma \xi^2} u(-\xi \ell) = 0$$

Exprimons la condition de mouillage :

$$y'_{(x)}(-\ell) = -y'_{(x)}(\ell) = -\operatorname{tg} \theta = a$$

soit :

$$[14] \quad \left[\frac{du(t)}{dt} \right]_{t=-\xi \ell} = - \left[\frac{du(t)}{dt} \right]_{t=\xi \ell} = \frac{\sigma \xi}{p_o} a$$

Ecartons l'hypothèse où $p_o = 0$, dans [13], il vient :

$$0 = A_{11} e^{\xi \ell} + A_{12} e^{-\xi \ell} + 1 - \frac{C}{p_o} + A_2 \cos \zeta \ell$$

$$0 = A_{11} e^{-\xi \ell} + A_{12} e^{\xi \ell} + 1 - \frac{C}{p_o} + A_2 \cos \zeta \ell$$

d'où l'on tire, $A_{11} = A_{12}$, et par suite,

$$[15] \quad \underline{u(t) = A_1 \operatorname{ch} t + 1 - \frac{C}{p_o} + A_2 \cos \frac{\zeta}{\xi} t}$$

pour $t = \pm \xi \ell$, on a :

$$[16] \quad 0 = A_1 \operatorname{ch} \xi \ell + 1 - \frac{C}{p_o} + A_2 \cos \zeta \ell$$

Cette équation fournit une relation entre A_1 et A_2 ,

$$[17] \quad A_2 = \frac{1}{\cos \zeta \ell} \left[\frac{C}{p_o} - 1 - A_1 \operatorname{ch} \xi \ell \right]$$

.../...

L'élimination de $1 - \frac{C}{p_0}$ entre [15] et [16] donne :

$$[18] \quad u(t) = A_1(\cosh t - \cosh \xi \ell) + A_2(\cos \frac{\xi}{\ell} t - \cos \zeta \ell)$$

Dérivons [15],

$$u'(t) = A_1 \sinh t - \frac{\xi}{\ell} A_2 \sin \frac{\xi}{\ell} t$$

La condition [14] s'écrit :

$$[19] \quad u'(\xi \ell) = A_1 \sinh \xi \ell - \frac{\xi}{\ell} A_2 \sin \zeta \ell = - \frac{\sigma \xi}{p_0} a$$

Condition d'incompressibilité

On néglige, au changement d'état, la variation de volume. Il convient toutefois d'exprimer l'incompressibilité du liquide, ce qui donne :

$$[20] \quad \int_{-\ell}^{+\ell} y(x) dx = 0 \quad \text{ou} \quad \int_{-\xi \ell}^{+\xi \ell} u(t) dt = 0$$

$$\int u(t) dt = A_1 \sinh t + (1 - \frac{C}{p_0})t + A_2 \frac{\xi}{\ell} \sin \frac{\xi}{\ell} t + \text{cte}$$

[20] s'exprime donc par la relation :

$$[21] \quad A_1 \sinh \xi \ell + (1 - \frac{C}{p_0})\xi \ell + A_2 \frac{\xi}{\ell} \sin \zeta \ell = 0$$

Eliminant $1 - \frac{C}{p_0}$ entre [16] et [21], on obtient :

$$[22] \quad A_1(\sinh \xi \ell - \xi \ell \cosh \xi \ell) + A_2(\frac{\xi}{\ell} \sin \zeta \ell - \xi \ell \cos \zeta \ell) = 0$$

d'où l'on tire A_1 ,

$$[23] \quad A_1 = - A_2 \frac{(\xi/\ell) \sin \zeta \ell - \xi \ell \cos \zeta \ell}{\sinh \xi \ell - \xi \ell \cosh \xi \ell}$$

.../...

A_1 et A_2 peuvent être calculés en résolvant le système formé par les équations [23] et [17]. Les calculs donnent :

$$[24] A_1 = \left(1 - \frac{C}{p_o}\right) \frac{1}{\frac{\text{sh}\xi\ell - \xi\ell \text{ch}\xi\ell}{(\xi/\zeta)\text{tg}\zeta\ell - \xi\ell} - \text{ch}\xi\ell}$$

posons :

$$E = \frac{\text{sh}\xi\ell - \xi\ell \text{ch}\xi\ell}{(\xi/\zeta)\text{tg}\zeta\ell - \xi\ell}$$

$$[25] A_1 = \left(1 - \frac{C}{p_o}\right) \frac{1}{E - \text{ch}\xi\ell}$$

On obtiendrait de même,

$$[26] A_2 = - \left(1 - \frac{C}{p_o}\right) \frac{E}{(E - \text{ch}\xi\ell) \cos\zeta\ell}$$

et d'après [18]

$$[27] u(t) = \left(1 - \frac{C}{p_o}\right) \frac{1}{E \text{ch}\xi\ell} \left[(\text{cht} - \text{ch}\xi\ell - E \left(\frac{\cos(\zeta/\xi)t}{\cos\zeta\ell} - 1 \right)) \right]$$

Il subsiste 2 inconnues : ℓ et p_o . Il nous faut deux équations pour les déterminer. L'une nous est fournie par la condition de mouillage [19], l'autre en écrivant l'équation globale d'équilibre de la zone hachurée (fig.III.4 p. 120). L'équilibre peut seulement s'écrire pour la moitié droite, par exemple.

Elle est en équilibre, sous l'action :

- des forces de pression électronique $-\int_{DAB} p_E ds$

- des forces de pression hydrostatique $(p_o - \rho g y(0))x_o + p_o(\ell - x_o)$
où $x_o = \overline{DC}$

- de la tension superficielle dont la projection sur l'axe Oy est :

$-\sigma \sin\theta$

.../...

L'équation d'équilibre est :

$$[28] - C \int_0^{\ell} (1 + \cos \frac{\zeta}{\xi} x) dx + (p_o - \rho g y(0)) + p_o(\ell - x_o) - \sigma \sin \theta = 0$$

Ce qui donne :

$$[29] (p_o - C)\ell - \rho g y(0) x_o - \frac{C}{\zeta} \sin \zeta \ell - \sigma \sin \theta = 0$$

L'équation [19] s'écrit :

$$[30] (1 - \frac{C}{p_o}) \frac{1}{E \cosh \xi \ell} \left[\sinh \xi \ell - (\zeta/\xi) E \tanh \zeta \ell \right] = - \frac{\sigma \xi a}{p_o}$$

x_o ne peut pas s'exprimer en fonction de ℓ et p_o . La résolution du système formé par [29] et [30] ne peut être que numérique.

III.3. Solution semi-empirique

Nous allons calculer $y(0)$ en supposant que $\zeta \ell = \pi$

Comme :

$$\rho = 7,3 \text{ g/cm}^3, \quad \sigma \approx 700 \text{ dynes/cm} \quad [79]$$

$$\xi = \sqrt{\frac{\rho g}{\sigma}} \approx 0,3$$

L'expérience a, par ailleurs, montré que ℓ était de l'ordre de 0,05 à 0,1 cm. $\xi \ell$ est donc de l'ordre de 0,015. Cette valeur autorise des développements limités pour les fonctions transcendentes de $\xi \ell$.

[27] s'écrit :

$$[31] \underline{u(t) = (1 - \frac{C}{p_o}) \frac{1}{E \cosh \xi \ell} [(\cosh t - \cosh \xi \ell + E(\cos(\zeta/\xi)t + 1)]}$$

.../...

et :

$$[32] \quad u(0) = \left(1 - \frac{C}{p_0}\right) \frac{1}{E \chi \xi l} [1 - \chi \xi l + 2E]$$

[30] s'écrit :

$$[33] \quad \left(1 - \frac{C}{p_0}\right) \frac{1}{E \chi \xi l} \operatorname{sh} \xi l = - \frac{\sigma \xi a}{p_0}$$

$$[34] \quad \text{et} \quad E = \chi \xi l - \frac{\operatorname{sh} \xi l}{\xi l}$$

Portant [33] et [34] dans [32] on obtient :

$$u(0) = - \frac{\sigma \xi a}{p_0} \frac{1}{\operatorname{sh} \xi l} (1 + \chi \xi l - 2 \frac{\operatorname{sh} \xi l}{\xi l})$$

Développons les sinus et cosinus hyperboliques,

$$\operatorname{sh} \xi l = \xi l + \frac{\xi^3 l^3}{6} + \dots$$

$$\frac{\operatorname{sh} \xi l}{\xi l} = 1 + \frac{\xi^2 l^2}{6} + \dots$$

$$\chi \xi l = 1 + \frac{\xi^2 l^2}{2} + \dots$$

$$\text{Comme } y(0) = \frac{p_0}{\sigma \xi^2} u(0)$$

$$y(0) = - \frac{a}{\xi} \frac{1}{\xi l} \left[2 + \frac{\xi^2 l^2}{2} - 2 \left(1 + \frac{\xi^2 l^2}{6} \right) \right]$$

$$\text{soit : } \boxed{y(0) = - \frac{a l}{6}}$$

Une couche de 5 microns est rompue pour $al > 30 \cdot 10^{-4}$ cm. Les données expérimentales concernant les tensions superficielles sont trop imprécises pour faire une vérification de cette formule. Elles permettent toutefois, de montrer qu'il n'y a pas désaccord entre l'expérience et la théorie :

.../...

Les valeurs trouvées pour les tensions superficielles, exprimées en dynes/cm, sont :

$$\sigma_{LG} = 671 \pm 25 \text{ (ramené à } 232^{\circ}\text{C)} \quad (79)$$

$$\sigma_{LG} = 538 \text{ à } 700^{\circ}\text{C} \quad (80) \text{ soit } 622 \text{ à } 232^{\circ}\text{C}$$

$$\sigma_{SG} = 685 \text{ à } 215^{\circ}\text{C} \quad (80) \text{ soit } 690 \text{ à } 232^{\circ}\text{C}$$

$$\sigma_{LS} = 54,5 \quad (80).$$

Ces données nous fournissent deux valeurs possibles de θ , l'une forcément nulle, l'autre calculée à partir de la relation :

$$\begin{aligned} \cos \theta &= \frac{\sigma_{SG} - \sigma_{LS}}{\sigma_{LG}} \\ &= \frac{690 - 54,5}{671} = 0,9 \end{aligned}$$

d'où,

$$a = \operatorname{tg} \theta = 0,5$$

La figure 5.5. (p.63), nous suggère que $\lambda_r = 0,02 \text{ cm}$, ce qui donne pour a , la valeur 0,15, très plausible.

---oo0oo---

B I B L I O G R A P H I E

- (1) J.L. FRAIMBAULT - Thèse de Docteur-Ingénieur - Faculté des Sciences de Grenoble ; Etude d'une structure épitaxiée Silicium / Corindon, par pyrolyse du silane.
- (2) N.F. TEEDE - Proc. I.R.E.E. (Australia), 28, 115, (1967)
- (3) N.F. TEEDE - Solid State Electr., 10, 1069, (1967)
- (4) S. NAMBA - J. Appl. Phys., 37, 1929, (1966)
et, Proceeding of the electron and laser beam symposium, ed : A.B. EL. KAREH (1965), p. 305
- (5) J. MASERJIAN, Solid State Electr., 6, 477, (1963)
- (6) T.O. POEHLER - Single Crystal Films - Ed : M.H. FRANCOMBE, H. SATO, (1964), p 129
- (7) O.A. WEINREICH, G. DERMIT - J. Appl. Phys., 34, 225, (1962)
- (8) G.B. GILBERT, T.O. POEHLER, C.F. MILLER - J. Appl. Phys., 32, 1597, (1961)
- (9) S. NAMBA - Jap. J. Appl. Phys., 6, 1464, (1967).
- (10) C.T. NABER - J. Electrochem. Soc. Solid State Sci., 114, 406, (1967)
- (11) L.K. BEIZITER - Latv. P.S.R. Zinat Akad Vestis. Fiz. Tehn. Ser. (URSS), 6, 34, (1966)
- (12) L.K. BEIZITER, A. VOVSI, A. PATMALNICKS - Latv.P.S.R. Zinat Akad Vestis Fiz. Tehn. Ser. (URSS), 3, 42, (1968)
- (13) L.K. BEIZITER, I.K. VITOL - Kristallografiya, 9, 308, (1964)
- (14) A.R. CLAWSON - J. Vac. Sci. Techn., 6, 769, (1969)
- (15) W.G. PFANN - Zone Melting - John Wiley and Sons Inc. New-York - London - Sydney, (1966)
 - a) p. 27
 - b) p. 28
 - c) p. 254
- (16) B. CHALMERS - Principles of Solidification - John Wiley and Sons Inc. New-York - London - Sydney, (1964), p. 16

.../...

- (17) C.D. THURMOND, J.D. STUTHERS - J. Phys. Chem. Sol., 57, 831, (1953)
- (18) J.A. BURTON, R.C. PRIM, W.P. SLICHTER - J. Chem. Phys., 21, 1987, (1953)
- (19) J.A. BURTON, E.D. KOLB, W.P. SLICHTER, J.D. STRUTHERS - J. Chem. Phys., 21, 1991, (1953)
- (20) C. WAGNER - J. Met., 6, 154, (1954)
- (21) R.N. HALL - J. Phys. Chem., 57, 836, (1953)
- (22) J.B. MULLIN, K.F. HULME - J. Phys. Sol., 17, 1, (1960)
- (23) A.I. BENNETT, R.L. LONGINI - Phys. Rev., 116, 53, (1959)
- (24) M.A. MEDVEDEV et al. - Sov. Phys. Sol. State, 4, 25, (1962)
- (25) A. TRAINOR, B.E. BARTLETT - Sol. State Electr., 2, 106, (1961)
- (26) L.R. WEISBERG, P.R. CELMER - Trans. Met. Soc. AIME., 221, 889, (1961)
- (27) W.A. TILLER - J. Appl. Phys., 33, 3106, (1963)
- (28) W.J. WILLIAMSON - J. Vac. Sci. Techn., 6, 765, (1969)
voir aussi, Sol. State Electr., 12, 61, (1969)
- (29) G.S. COLE, W.C. WINEGARD - Can. Met. quartely, 1, 29, (1962)
- (30) G.S. COLE, W.C. WINEGARD - J. Inst. Met., 93, 153, (1964-65)
- (31) D.J.T. HURLE - Crystal Growth - Proceedings of the International Conference on Crystal Growth - BOSTON, U.S.A. Ed : H.S. PEISER, (1966), p. 639
- (32) W.R. WILCOX, L.D. FULMER - J. Appl. Phys., 36, 2201, (1965)
- (33) D. DROPKIN, E. SOMERSCALES - J. Heat Transfert., Feb, 77, (1965)
- (34) H.J. FISHER, A. PHILLIPS - J. Met. Trans. AIME., sept, 1060, (1954)
- (35) V.G. SMITH - Can. J. Phys., 33, 723, (1955)
- (36) O.W. MEMELINK, PHILIPS - Res. Rep., 11, 183, (1956)
- (37) K.F. HULME - Proc. Phys. Soc., 68, 393, (1955)
- (38) R.G. POHL - J. Appl. Phys., 25, 1170, (1954)
- (39) W.A. TILLER, K.A. JACKSON, J.W. RUTTER, B. CHALMERS - Acta Met., 1, 428, (1953)

.../...

- (40) H. REISS - J. Met. Trans. AIME., 200, 1053, (1954)
- (41) N.W. LORD - J. Met. Trans. AIME., 197, 1531, (1953)
- (42) K.S. MILLIKEN - J. Met. Trans. AIME., 7, 838, (1955)
- (43) H.F. MATARE - Semi-Conductor Silicon, Ed : R.R. HABERECHT, E.L. KERN,
The Electrochemical Society Inc.
- (44) W.G. PFANN - J. Appl. Phys., 35, 258, (1964)
- (45) J.W. RUTTER, B. CHALMERS - Can. J. Phys., 31, 15, (1953)
- (46) Patent Specification 691.335 (1950)
- (47) K.H. STEIGERWALD - Proceeding Third Symposium Beam Technology -
BOSTON - (1961), p. 269
- (48) L.K. BEIZITER, A.A. PATMALNICKS, Ya. Ya. STRAUMENS - Prib. Tekhn. Eks-
perimenta., 6, 212, (1965)
- (49) R. CASTAING - Adv. Electr., 13, 317, (1962)
- (50) A.B. EL. KAREH - R.C.A. Rev., 24, 5, (1963)
- (51) P.A. EINSTEIN, P.R. HARVEY, P.J. SIMMONS - J. Sci. Instr., 40, 562, (1963)
- (52) L.K. YAKUBOVSKII, E. SKALDNICK-SADOVSKAYA - Prib. Tekhn. Ekspe-
rimenta, 3, 20, (1969)
- (53) E.B. BAS, G. CREMOSNIK - First Int. Conf. Electr. and Ion Beam Science
and Techn. Ed : R. BAKISH, JOHN WILEY AND SONS Inc., p. 108
- (54) M.E. HAINE, P.A. EINSTEIN - Brit. J. Appl. Phys., 3, 40, (1952)
- (55) G.D. ARCHARD - J. Appl. Phys., 32, 1505, (1961)
- (56) L. HOLLAND - Vacuum deposition of thin films - CHAPMAN AND HALL Ltd,
(1961), p. 152
- (57) Contrat 67, CNES, 221
- (58) D.F. SPICER, J.A. BALDREY - Le Vide ; N° Sp. AVISEM (oct. 1966), p. 8
- (59) A.R. BILLIGS - J. Vac. Sci. Techn., 6, 757, (1969)
- (60) S.C. BRITTON, K. BRIGHT - Metallurgica, 56, 163, (1957)
- (61) J.J. TRILLAT, L. TERTIAN, S.C. BRITTON - Met. Corr. Ind. Fr., 32,
475, (1967)

.../...

- (62) R.K. HART - Proc. Phys. Soc., 65B, 955, (1952)
- (63) TIMOSCHENKO-GOODIER - Théorie de l'Elasticité - Librairie Polytechnique Ch. BERANGER., 1961, p. 436
- (64) J. PHILIBERT - l'Analyse Quantitative en Microanalyse par Sonde Electronique, série B, N° 51 (fév. 1965) ; Publications de l'IRSID.
- (65) Solid State Physics., Vol. 6, (1958), Ed : F. SEITZ, D. TURNBULL - Academic Press Inc Publishers
- (66) A. GUINIER - Théorie et Technique de la Radiocristallographie - DUNOD, p. 5
- (67) W.E. SPEAR - Proc. Phys. Soc., (London), B68, 991, (1955)
- (68) J.E. HOLLIDAY, E.S. STERNGLASS - J. Appl. Phys., 28, 1189, (1957)
- (69) E.S. STERNGLASS - Phys. Rev. 95, 345, (1954)
- (70) R.C. PALLUEL - C.R. Acad. Sci. Paris, 224, 1492, (1947)
- (71) G.D. ARCHARD - J. Appl. Phys., 32, 1505, (1961)
- (72) B.W. SCHUMACHER - First Int. Conf. Electr. and Ion Beam Sci. and Techn. Ed : R. BAKISH, JOHN WILEY AND SONS Inc., p. 5
- (73) J. VINE, P.A. EINSTEIN - Proc. IEE., 111, 921, (1964)
- (74) L.G. PITTAWAY - Brit. J. Appl. Phys., 15, 967, (1964)
- (75) TUNGPOLIN - IBM Journal, 11, 527, (1967)
- (76) J.A. MORRISON, J.P. MORGAN - Bell System Techn. J., XLV, 661, (1966)
- (77) CARSLAW and JAEGER - Conduction of Heat in Solid, 2nd Edition, Oxford at the Clarendon Press
 - a) p. 169 § 5.4.
 - b) p. 258
- (78) A. ERDELYI - Tome I - Mc GRAW-HILL-BOOK Company Inc., (1954)
 - a) p. 146
 - b) p. 147
 - c) p. 15
- (79) P. PASCAL - Nouveau Traité de Chimie Minérale - Tome VIII, fasc. 3 - MASSON et Cie., (1963), p. 301
- (80) A. BONDI - Chem. Rev., 52.2, 417, (1953)

.../...

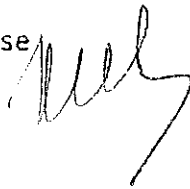
- (81) J.C. GILLE, P. DECAULNE, M. PELLEGRIN - Théorie et Calcul des Asservis-
sements - DUNOD, Paris (1963)
- (82) WILLARDSON-GOERING - Compound Semiconductors - REINHOLD Publishing
Corporation - New-York, Vol. 1, p. 313
- (83) M. BRAUNSTEIN, R.R. HENDERSON, A.I. BRAUNSTEIN - Appl. Phys. Letters,
33, 66, (1968)
- (84) C. CONSTANTIN - Communication personnelle.

---oo0oo---

VU,

Grenoble, le 22 Octobre 1971

Le Président de la Thèse

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'M. L.' or similar, written over the text 'Le Président de la Thèse'.

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

Le Président de l'Université