



Contribution à l'étude des matériaux piézoélectriques de synthèse LGS et LGT pour des applications micro-résonateurs basse fréquence

Gabrielle Douchet

► **To cite this version:**

Gabrielle Douchet. Contribution à l'étude des matériaux piézoélectriques de synthèse LGS et LGT pour des applications micro-résonateurs basse fréquence. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Franche-Comté, 2010. Français. <tel-00580729>

HAL Id: tel-00580729

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00580729>

Submitted on 29 Mar 2011

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

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

THESE

Présentée à

L'U.F.R. des Sciences et Techniques
de l'Université de Franche-Comté

Pour obtenir le

Grade de Docteur de l'Université de Franche-Comté

Spécialité

Microtechniques

**Contribution à l'étude des matériaux
piézoélectriques de synthèse LGS et LGT pour des
applications micro-résonateurs basse fréquence.**

Par : Gabrielle DOUCHET

Soutenue le **10 décembre 2010** devant la commission d'examen :

Rapporteurs

- **Olivier CAMBON** : Maître de conférences HDR, Université de Montpellier II, Institut Charles Gerhardt, UM2.
- **Jaroslav NOSEK** : Professeur des Universités, Université des Sciences et de la Technologie de Liberec, Faculté de Mécatronique, Informatique et des Etudes Interdisciplinaires, KEL FM.

Examineurs

- **Emmanuel BIGLER**, Professeur des Universités, ENSMM, FEMTO-ST.
- **Thérèse LEBLOIS**, Professeur des Universités, Université de Franche-Comté, FEMTO-ST.
- **Daniel ROYER** : Professeur Emérite, Université Denis Diderot (Paris 7), Laboratoire Ondes et Acoustique, ESPCI.
- **Fabrice STHAL**, Professeur des Universités, ENSMM, FEMTO-ST.

Avant-propos

L'ensemble des travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués au sein du département Temps Fréquence de l'institut de Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies (FEMTO-ST). Cet institut est une Unité Mixte de Recherches (UMR 6174) associée au Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) et rattachée simultanément à l'Université de Franche-Comté (UFC), l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et de Microtechniques (ENSMM), et l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM). FEMTO-ST a été créé le premier janvier 2004. Ses activités se situent dans les domaines de la mécanique, de l'optique et des télécommunications, de l'électronique, du temps-fréquence, de l'énergétique, de la fluidique, de l'automatique et de la microrobotique, et enfin des matériaux et surfaces.

Au sein du CNRS, l'institut FEMTO-ST est rattaché à l'Institut des Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes (INSIS). Il regroupe des compétences variées et complémentaires, et cultive la pluridisciplinarité, le souci de l'excellence scientifique et de l'innovation.

L'effectif total de FEMTO-ST est d'environ 500 personnes dont 270 permanents (175 chercheurs ou enseignants chercheurs et 95 ingénieurs, techniciens et administratifs). Les recherches sont conduites avec l'aide de 180 doctorants recevant une formation de haut niveau par la recherche.

FEMTO-ST est organisé autour de 6 départements de recherche qui sont :

- le département Automatique et Systèmes Micromécatroniques
- le département Energie et Ingénierie des Systèmes Multiphysiques
- le département de Mécanique Appliquée
- le département Micro Nano Sciences et Systèmes
- le département d'Optique
- le département Temps Fréquence

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été financés par une allocation de thèse ministérielle. La région de Franche-Comté a financé l'achat de matériel.

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire se sont déroulés au sein du département Temps-Fréquence de l'institut FEMTO-ST (UMR-CNRS 61174) à Besançon.

En premier lieu, je tiens à remercier Monsieur Roger BOURQUIN, professeur émérite à l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques de Besançon (ENSMM) et ancien directeur du Laboratoire de Chronométrie Electronique et Piézoélectricité (LCEP), de m'avoir accueillie dans son laboratoire. En même temps, je remercie vivement Monsieur Bernard DULMET, professeur à l'ENSMM, qui lui a succédé en temps que directeur du département Temps-Fréquence.

Je souhaite remercier Messieurs Olivier CAMBON, maître de conférences HDR à l'Université de Montpellier II, et Jaroslav NOSEK, professeur à l'Université de Liberec, de m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ce mémoire.

Je remercie aussi tout particulièrement Messieurs Daniel ROYER, professeur émérite de l'Université Denis Diderot (Paris 7), et Emmanuel BIGLER, professeur à l'ENSMM, d'avoir accepté d'examiner ces travaux.

Je tiens également à remercier Monsieur Fabrice STHAL, professeur à l'ENSMM et directeur de cette thèse, pour me l'avoir proposée et pour m'avoir accompagnée dans mes travaux tout au long de ces trois années.

Je remercie aussi Madame Thérèse LEBLOIS, professeur à l'Université de Franche-Comté, qui s'est jointe à notre étude et dont les connaissances, notamment en matière d'usinage chimique, ont été très utiles. Je la remercie d'avoir accepté de prendre place dans le jury.

Je remercie Monsieur Pascal VAIRAC, professeur à l'ENSMM, pour nous avoir orientés vers ses applications en microscopie champs proche.

Mes remerciements vont également vers Monsieur Jean-Pierre ROMAND, assistant ingénieur à l'ENSMM, pour son aide précieuse, son dévouement et son travail rigoureux pour l'amincissement et le polissage des plaques de langasite. J'en profite pour remercier aussi Monsieur Ludovic GAUTHIER-MANUEL, assistant ingénieur, pour avoir aminci et poli certaines plaques.

Je remercie Monsieur Samuel QUESTE, ingénieur de recherche au département MN2S de FEMTO-ST, pour le temps qu'il a consacré aux essais d'usinage des matériaux par DRIE, et Monsieur Pascal BLIND, ingénieur de recherche à l'Institut Pierre Vernier, pour tous les dépôts d'oxyde qu'il a effectué pour moi.

J'adresse également mes remerciements et ma sympathie à Fabienne CORNU, Philippe ABBE, Thomas BARON et toutes les personnes ayant participé de près ou de loin à mes travaux.

Finalement je remercie ma famille pour leur soutien et leurs encouragements et tout particulièrement mes parents Michèle et Didier, mes sœurs Raphaëlle et Emmanuelle et le compagnon de celle-ci Hervé.

Table des matières

Introduction.....	13
I. Généralités	16
I.1. Présentation des Matériaux.....	16
I.1.1. La piézoélectricité	16
I.1.2. Origine et fabrication des cristaux de langasite et de langatate	18
I.1.3. Structure cristallographique	19
I.1.4. Coefficients des matériaux.	20
I.1.5. Qualité des matériaux	21
I.1.6. Comparaison avec d'autres matériaux piézoélectriques	26
I.1.7. Applications	28
I.1.8. Usinage chimique	29
I.2. Modes de vibration	30
I.2.1. Conventions.....	30
I.2.2. Modes d'extension et de flexion dans le plan	31
I.2.3. Coupes compensées en température.....	32
II. Analyse des modes d'extension et de flexion dans le plan.....	36
II.1. Modèles analytiques	36
II.1.1. Elongation libre-libre	36
II.1.2. Flexion dans le plan encastré-libre.....	37
II.1.3. Influence de la température	38
II.1.4. Coupes compensées en température.....	40
II.2. Simulations par éléments finis.....	55
II.2.1. Barreaux en langasite : élongation libre-libre	55
II.2.2. Diapasons en langasite : flexion dans le plan.....	57
II.2.3. Micro-résonateurs.....	61
II.3. Fabrication des dispositifs expérimentaux	67
II.3.1. Barreaux en langatate pour vibration en extension	67
II.3.2. Diapasons en langasite pour vibration en flexion	68
II.4. Mesures électriques	71
III. Fabrication de micro-dispositifs	80
III.1. Les applications en instrumentation	80
III.1.1. La microscopie à force atomique par modulation de fréquence.....	80
III.1.2. La microscopie acoustique à pointe vibrante	82
III.2. Méthodes d'usinage.....	84

III.2.1.	L'usinage mécanique.....	84
III.2.2.	Les ultra-sons.....	84
III.2.3.	La DRIE (Gravure Ionique Réactive Profonde)	84
III.2.4.	L'usinage chimique	86
III.3.	Présentation des résonateurs à poutres en élongation et poutres en flexion	86
III.3.1.	Résonateurs en langasite : vibration en élongation libre-libre	86
III.3.2.	Résonateurs en langasite : vibration en flexion dans le plan encastré-libre ...	87
III.4.	Procédé de micro-fabrication par usinage chimique	88
III.4.1.	Choix du bain d'attaque et dispositif expérimental	88
III.4.2.	Conception des masques.....	90
III.4.3.	Préparation des surfaces	99
III.4.4.	Photolithographie.....	100
III.4.5.	Usinage chimique	106
III.4.6.	Défauts.....	107
III.4.7.	Formes obtenues	109
III.5.	Mesures	114
III.5.1.	Mesures avec les résonateurs en extension.....	114
III.5.2.	Mesures avec les résonateurs en flexion.....	117
Conclusion	121
Conclusion sur l'analyse des modes	121
Conclusion sur l'usinage de micro-résonateurs en langasite.....		121
Perspectives.....		122
Bibliographie		125
Annexes		131
A.	Calcul des CTF en extension	131
B.	Calcul des CTF en flexion	133
C.	Conception des masques avec Layout Editor	135
Index des figures.....		137
Index des tableaux		141

INTRODUCTION

Le quartz est le mieux connu des cristaux piézoélectriques monocristallins dans le domaine temps-fréquence, aussi bien du point de vue de ses propriétés que de ses applications, de ses méthodes d'usinage et de ses performances. Il existe cependant d'autres cristaux piézoélectriques similaires qui n'ont pas encore bénéficié d'une étude aussi approfondie. Des études ont déjà été menées avec l'orthophosphate de gallium (GaPO_4), et les travaux présentés dans ce mémoire se placent dans leur continuité et concerne la langasite (LGS) et la langatate (LGT).

Le Chapitre I rappelle des généralités sur la piézoélectricité. Les cristaux de langasite et de langatate ainsi que leurs caractéristiques y sont présentés. Une comparaison est faite avec le quartz et le GaPO_4 . Quelques applications des matériaux sont exposées. Les conventions relatives à l'orientation des matériaux sont fournies et les modes étudiés sont évoqués. La notion de coupe compensée en température est également introduite.

Dans le Chapitre II, un modèle analytique simple est proposé pour l'étude des modes d'extension et de flexion dans le plan pour la langasite et la langatate. Ce modèle est également appliqué au quartz et au GaPO_4 pour comparer les résultats. Ce modèle a permis de déterminer l'orientation théorique des coupes compensées en température pour ces modes de vibration. Des simulations par éléments finis ont été menées pour vérifier la validité du modèle. Enfin, des barreaux et diapasons macroscopiques ont été fabriqués et des mesures électriques ont été réalisées pour prouver l'existence de telles coupes.

Le Chapitre III concerne la fabrication de micro-résonateurs en langasite pour des applications en microscopie. Différentes méthodes d'usinage sont envisagées et l'usinage chimique est la solution retenue. Le procédé de fabrication est détaillé et les formes obtenues sont étudiées. Des mesures électriques sont effectuées pour caractériser les résonateurs.

Chapitre I

GENERALITES

I. GENERALITES

I.1. PRESENTATION DES MATERIAUX

L'ensemble de notre étude est centré autour des matériaux piézoélectriques de synthèse que sont la langasite et la langatate. De part leurs propriétés piézoélectriques, ils s'avèrent intéressants pour des applications en tant que capteurs ou systèmes résonnants.

I.1.1. La piézoélectricité

La piézoélectricité est un phénomène physique mis en évidence par les frères Pierre et Jacques CURIE à Paris en 1880. Ils avaient en effet démontré que certains cristaux généraient une polarisation électrique sous l'effet de contraintes mécaniques. En 1881, Gabriel LIPPMANN déduit des principes fondamentaux de la thermodynamique l'effet piézoélectrique inverse [1]. Cela fut confirmé expérimentalement par les frères CURIE [2].

La piézoélectricité est le couplage entre les phénomènes mécaniques et les phénomènes électriques. On distingue les deux effets piézoélectriques : l'effet piézoélectrique direct et l'effet piézoélectrique inverse. La piézoélectricité est en fait un phénomène réversible.

- *Effet piézoélectrique direct* : Phénomène caractérisé par l'apparition de charges électriques à la surface de certains cristaux soumis à une contrainte mécanique.
- *Effet piézoélectrique inverse* : Phénomène caractérisé par l'apparition de contraintes mécaniques dans certains cristaux soumis à des charges électriques.

La piézoélectricité n'apparaît que pour des cristaux et des céramiques anisotropes ne possédant pas de centre de symétrie au niveau de l'arrangement atomique élémentaire (Figure 1). S'il y a un centre de symétrie, si on soumet le matériau à une compression, le centre de symétrie des charges positives et des charges négatives restera le même ce qui empêche l'apparition d'un dipôle élémentaire (Figure 2). En effet, les propriétés physiques représentées par des tenseurs de rang impair ne se manifestent pas dans les cristaux appartenant aux classes centro-symétriques ; c'est le cas de la piézoélectricité [3].

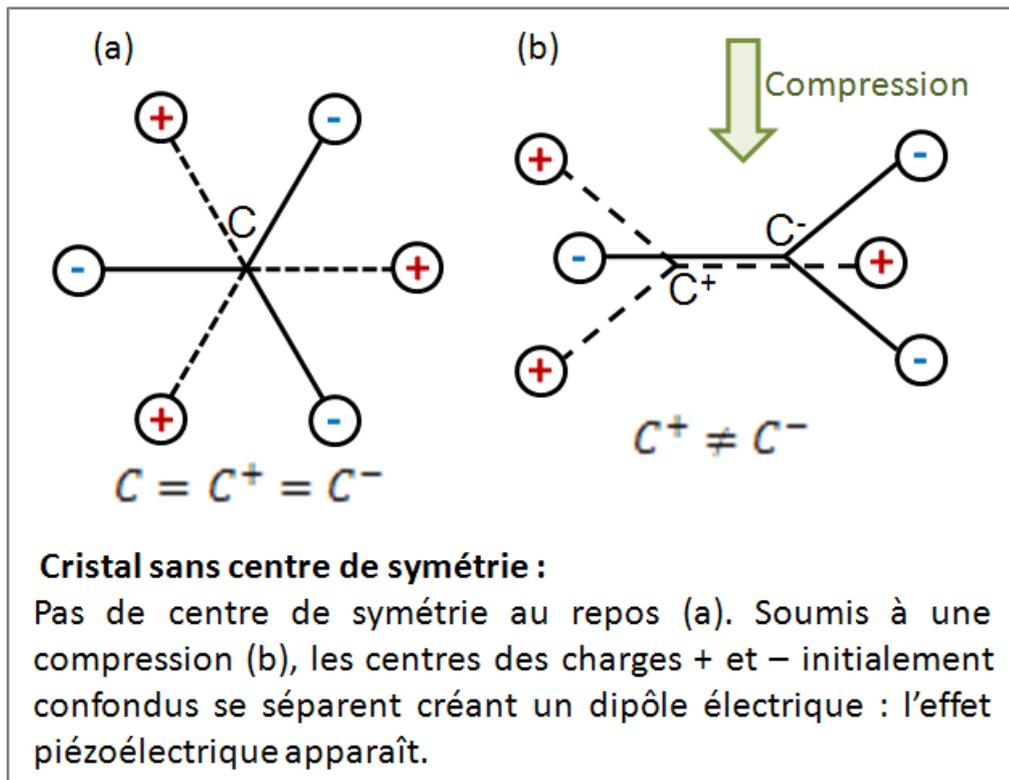


Figure 1 : Matériau sans centre de symétrie

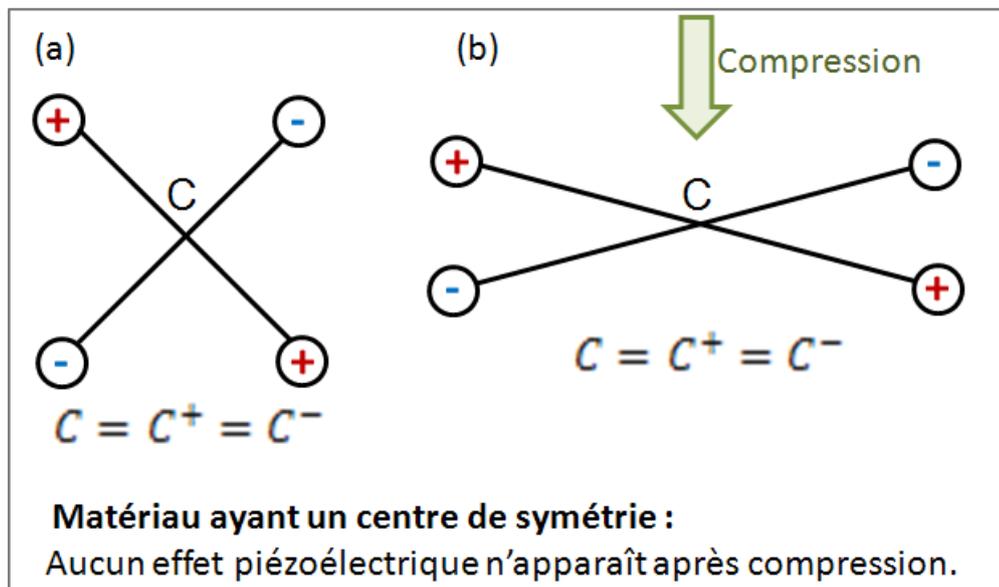


Figure 2 : Matériau ayant un centre de symétrie

Soient T_{ij} et S_{ij} les composantes des tenseurs des contraintes et des tenseurs des déformations respectivement et soient E_i et D_i les coordonnées du champ électrique et du déplacement électrique respectivement. On adopte les notations standards [4] et la convention de sommation d'Einstein. Les équations constitutives de la piézoélectricité s'écrivent alors :

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E T_{kl} + d_{ijk} E_k \quad (1)$$

$$D_i = d_{ikl} T_{kl} + \varepsilon_{ij}^T E_j \quad (2)$$

Les d_{ijk} sont les coefficients piézoélectriques directs, les s_{ijkl}^E sont les coefficients de souplesse et les ε_{ij}^T sont les coefficients de permittivité.

Ces équations expriment le couplage électromécanique du matériau piézoélectrique.

I.1.2. Origine et fabrication des cristaux de langasite et de langatate

La langasite, ou LGS, est l'oxyde mixte de lanthane, de gallium et silicium. Sa formule est $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$. La langatate, ou LGT, est un dérivé de la langasite. Sa formule est $\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$. La langasite, la langatate ainsi que la langanate, ou LGN ($\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_{14}$), font partie de la famille dite des langasites, ou LGX.

Ces matériaux ont été créés et développés en Russie au début des années 1980 avec la collaboration de l' « Institute of Crystallography of the Russian Academy of Sciences » et de la « Moscow State University ».

Contrairement au quartz qui peut être naturel ou synthétique, la langasite et la langatate sont toujours synthétiques. Les monocristaux utilisés sont fabriqués selon la méthode de Czochralski (Figure 3) [5][6][7][8] qui consiste en une solidification orientée à partir d'un germe de petite taille. Le matériau est fondu à une température juste au dessus du point de fusion avec un gradient de température contrôlé ; le germe est déposé dans une navette juste au dessus du liquide. Ce dernier se solidifie sur le germe et garde la même organisation cristalline par épitaxie. On tire peu à peu le germe tout en le faisant tourner à vitesse très lente.

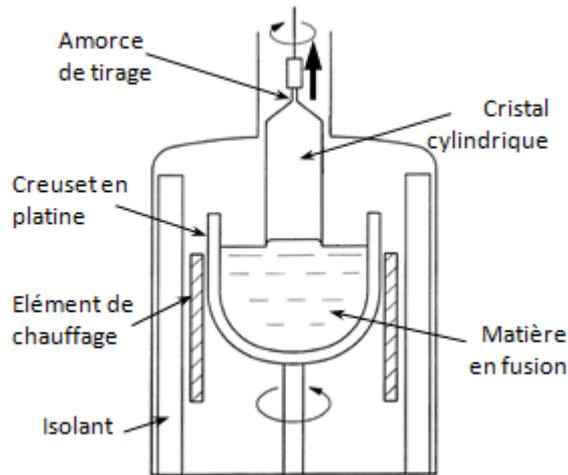


Figure 3 : Procédé de tirage de la méthode de Czochralski.

La Figure 4 représente des monocristaux de langasite et de langatate du fabricant russe Fomos [9].



Figure 4 : Monocristal de langasite (à gauche) et monocristal de langatate (à droite) © 2010 Fomos-Materials.

I.1.3. Structure cristallographique

Les cristaux de la famille des langasites ont une formule chimique du type $A_3BC_3DO_{14}$, où A, B, C et D correspondent à des cations. A représente un site décaédrique entouré par 8 atomes d'oxygène, B un site octaédrique entouré par 6 atomes d'oxygène, C et D des sites tétraédriques entourés par 4 atomes d'oxygène [10].

Dans le cas de la langasite, les sites A, B, C et D sont occupés par :

- A : des atomes de lanthane La ;
- B, C et la moitié de D : des atomes de gallium Ga ;
- La moitié de D : des atomes de silicium Si.

Dans le cas de la langasite, les sites A, B, C et D sont occupés par :

- A : des atomes de lanthane La ;
- B, C et trois quarts de D : des atomes de gallium Ga ;
- Un quart de D : des atomes de tantale Ta.

L'axe X est un axe de symétrie binaire, l'axe Z est un axe de symétrie ternaire.

I.1.4. Coefficients des matériaux.

Le quartz, les langasites et le GaPO_4 sont des cristaux appartenant à la classe 32. Rappelons les matrices de constantes établies pour de tels cristaux dans le repère cristallographique [4].

Matrice des coefficients de raideur :

$$[C_{ij}] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & -C_{14} & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ C_{14} & -C_{14} & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & C_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{14} & C_{66} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Avec :

$$C_{66} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \quad (4)$$

Matrice des coefficients de souplesse :

$$[S_{ij}] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{13} & -S_{14} & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{13} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ S_{14} & -S_{14} & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 2S_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2S_{14} & S_{66} \end{bmatrix} \quad (5)$$

Avec

$$s_{66} = 2(s_{11} - s_{12}) \quad (6)$$

Matrices des coefficients piézoélectriques inverses et directs :

$$[e_{ij}] = \begin{bmatrix} e_{11} & -e_{11} & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -e_{14} & -e_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (7)$$

$$[d_{ij}] = \begin{bmatrix} d_{11} & -d_{11} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -d_{14} & -2d_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (8)$$

Matrice des coefficients diélectriques :

$$[\varepsilon_{ij}] = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad (9)$$

Matrice des coefficients de dilatation à l'ordre k :

$$[\alpha_{ij}^k] = \begin{bmatrix} \alpha_{11}^k & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_{11}^k & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_{33}^k \end{bmatrix} \quad (10)$$

I.1.5. Qualité des matériaux

Selon les fournisseurs, on remarque des différences dans la qualité des matériaux [11]. On peut constater par exemple que la couleur de ceux-ci varie de l'orange foncé au vert-jaune. La coloration est liée en partie à la présence de certaines impuretés [12][13][14], en particulier à celle de rhodium dans le creuset de platine (Pt/Rh) qui est soluble dans le mélange et peut donc être incorporé dans le réseau et donner la couleur rouge orange. La quantité d'oxygène présente lors de la synthèse joue également un rôle important dans la coloration du cristal [15][16].

Il existe d'autres défauts ou impuretés qui entraînent des variations dans la qualité des matériaux tels que les impuretés chimiques, les inclusions, les fissures, les variations de la composition, les zones de croissances, les dislocations, et les macles [17].

La découpe et le polissage de nos plaques a fait apparaître certains défauts comme des zones où l'état de surface est différent (Figure 5) et des fissures. La langasite étant un matériau dur et fragile ainsi qu'un mauvais conducteur de chaleur, les conditions de température lors de la synthèse du matériau peuvent engendrer la formation de fissures résultant des contraintes internes [18].

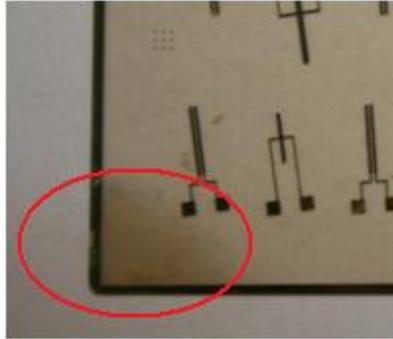


Figure 5 : Défaut apparu après le polissage.

Cette diversité de qualité des matériaux entraîne une incertitude sur les valeurs des coefficients des matériaux et pose des problèmes de reproductibilité de leur comportement. Les résultats issus des modèles sont obtenus avec des coefficients donnés dans la littérature [19] mais ceux-ci peuvent ne pas correspondre au matériau utilisé pour nos mesures.

Selon les sources de la littérature, les coefficients des matériaux varient. Par exemple, les constantes de souplesse de la LGS (cf. Tableau 1) varient de 0,11 à 13 % par rapport aux valeurs fournies dans [19]. Les écarts les plus significatifs sont par rapport à [20] qui est la plus ancienne source de valeurs ; les valeurs des autres sources ne varient pas de plus de 2 %.

Tableau 1 : Constantes élastiques linéaires de souplesse de la LGS (en $10^{-12}m^2/N$).

S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	Réf.
8,75	-4,02	-1,88	-	5,31	21,99	25,54	[20]
8,73	-4,24	-1,66	-3,47	5,05	20,67	25,94	[19]
8,74	-4,24	-1,64	-3,40	5,02	20,34	26,07	[21]
8,78	-4,29	-1,66	-3,48	5,04	20,55	26,11	[22]

Les sensibilités thermiques des constantes de souplesse au premier et au deuxième ordre (Tableau 2 et Tableau 3) varient de façon beaucoup plus significative d'une source à l'autre, c'est pourquoi nous utiliserons les valeurs mesurées au laboratoire pour le même cristal de même origine que celui de nos expériences [23].

Tableau 2 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGS (au premier ordre).

Premier ordre : $T_S^{(1)}$ (en $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)							Réf.
S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	
-24,4	-89,0	-2,51	-164	69,3	27,4	-42,2	[12]
-96,1	-337	165	-249	151	43,5	-175	[24]
-58,5	-156	-2,37	-430	61,7	-41,2	-109	[25]
-4,88	-79	81	-172	102	28,1	-29,2	[26]
-10,5	-117	109	-317	102	4,21	-45,1	[27]
-31,0	-146	109	-355	110	3,91	-69,7	[23]

Tableau 3 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGS (au deuxième ordre).

Deuxième ordre : $T_S^{(2)}$ (en $10^{-9}/^{\circ}\text{C}^2$)							Réf.
S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	
1257,6	3112	-666,47	2221	-239,6	144	1832	[24]
167	281	62,3	492	71,8	148	205	[23]

Tableau 4 : Coefficients de permittivité relatifs de la LGS.

$\epsilon_{11}^S / \epsilon_0$	$\epsilon_{33}^S / \epsilon_0$	$\epsilon_{11}^T / \epsilon_0$	$\epsilon_{33}^T / \epsilon_0$	Réf.
18,90	50,44	18,99	50,44	[19]
-	-	18,91	52,1	[28]
18,1	50,3	18,7	-	[21]
19,04	50,51	-	-	[22]

Tableau 5 : Coefficients piézoélectriques inverses (en C/m^2) de la LGS.

e_{11}	e_{14}	Réf.
-0,402	0,130	[29]
-0,456	0,150	[19]
-0,431	0,108	[30]
-0,438	0,104	[31]

Les coefficients piézoélectriques directs sont calculés à partir des coefficients piézoélectriques inverses (Tableau 6).

Tableau 6 : Coefficients piézoélectriques directs de la LGS ($10^{-12}C/N$).

d_{11}	d_{14}	Réf.
-6,36	5,85	Calculés d'après [19]

Seule la source [32] donne les coefficients de dilatation de la langasite au second ordre (Tableau 7).

Tableau 7 : Coefficients de dilatation au premier (en $10^{-6}/^{\circ}C$) et au second ordre (en $10^{-9}/^{\circ}C^2$) de la LGS.

α_{11}^1	α_{33}^1	α_{11}^2	α_{33}^2	Réf.
5,68	4,08	5,43	2,48	[32]
5,07	3,60	-	-	[33]
5,11	3,61	-	-	[34]
5,84	4,03	-	-	[24]

Les valeurs des coefficients retenues pour les calculs concernant la LGS sont celles des sources [19], [23] et [32]. Les valeurs de la source [23] ont été mesurées au sein même du laboratoire.

Les Tableaux ci-après donnent les coefficients de la langatate. Il existe moins de références pour ce matériau que pour la langasite dans la littérature.

Tableau 8 : Constantes élastiques linéaires de souplesse de la LGT (en $10^{-12}m^2/N$).

S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	Réf.
9,13	-4,47	-1,838	-3,597	5,271	21,47	27,21	[29]
9,81	-3,756	-3,099	-3,626	6,856	21,45	27,13	[35]

Tableau 9 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGT (au premier ordre).

Premier ordre : $T_S^{(1)}$ (en $10^{-6}/^{\circ}C$)							Réf.
S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	
1,192	-75,76	66,02	-405,34	89,76	-89,414	-24,128	[29]
-43,3	-209	151	-515	136	-101	-97,7	[23]

Tableau 10 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGT (au deuxième ordre).

Deuxième ordre : $T_S^{(2)}$ (en $10^{-9}/^{\circ}C^2$)							Réf.
S_{11}^E	S_{12}^E	S_{13}^E	S_{14}^E	S_{33}^E	S_{44}^E	S_{66}^E	
921,18	2124,33	-686,875	2951,15	-227,82	430,43	1316,9	[29]
231	428	29,2	827	70,2	318	296	[23]

Tableau 11 : Coefficients de permittivité relatifs de la LGT.

$\epsilon_{11}^S / \epsilon_0$	$\epsilon_{33}^S / \epsilon_0$	$\epsilon_{11}^T / \epsilon_0$	$\epsilon_{33}^T / \epsilon_0$	Réf.
18,271	78,950	19	78,950	[29]
18,5	60,9	-	-	[35]
19,0	52,0	-	-	[30]

Tableau 12 : Coefficients piézoélectriques inverses (en C/m^2) de la LGT.

e_{11}	e_{14}	Réf.
-0,456	0,094	[29]
-0,54	0,07	[35]

Tableau 13 : Coefficients piézoélectriques directs de la LGT ($10^{-12}C/N$).

d_{11}	d_{14}	Réf.
-6,54	5,30	Calculés d'après [29]
-7,58	5,42	Calculés d'après [35]

Tableau 14 : Coefficients de dilatation au premier (en $10^{-6}/^{\circ}C$) et au second ordre (en $10^{-9}/^{\circ}C^2$) de la LGT.

α_{11}^1	α_{33}^1	α_{11}^2	α_{33}^2	Réf.
6,087	3,827	4,736	5,030	[29]
6,17	3,93	4,77	4,01	[32]

Les valeurs des coefficients retenues pour les calculs concernant la LGT sont celles des sources [23], [29] et [32].

I.1.6. Comparaison avec d'autres matériaux piézoélectriques

Comme le quartz, la langasite et la langatate appartiennent à la classe cristalline 32. La langasite et ses dérivés possèdent un réseau hexagonal pour lequel $\alpha = \beta = 90^\circ$ et $a = b \neq c$. Le Tableau 15 présente une comparaison entre quelques propriétés du quartz, du GaPO₄, de la LGS et de la LGT.

Les matériaux tels que la langasite et la langatate ont l'avantage par rapport au quartz de pouvoir être utilisés à des températures élevées. En effet, le quartz perd ses propriétés piézoélectriques au delà de sa température de transition de phase α vers β autour de 573 °C (température de Curie), la phase β n'étant pas piézoélectrique. La langasite et la langatate n'ont pas de température de transition de phase et gardent quant à elles leur propriétés piézoélectriques jusqu'à leur température de fusion [33].

Ils permettent aussi d'obtenir des dispositifs résonnants ayant de forts coefficients de couplage électromécanique. Les coefficients piézoélectriques d_{11} et d_{14} sont respectivement 3 et 10 fois plus élevés que ceux du quartz.

Tableau 15 : Comparaison des propriétés du quartz à celles d'autres matériaux piézoélectriques analogues.

Matériau	Quartz SiO₂	Ortho-phosphate de gallium GaPO₄	Langasite La₃Ga₅SiO₁₄	Langatate La₃Ga_{5,5}Ta_{0,5}O₁₄
Classe de symétrie	32	32	32	32
Point de fusion, °C	1650	1670	1470	1510
Température de transition de phase, °C	573 $\alpha \rightarrow \beta$	933 Transformation $\alpha \rightarrow \beta_{\text{cristo}}$	Pas de transition de phase	Pas de transition de phase
Paramètres de la maille, Å	a = b = 4,913 c = 5,406[36]	a = b = 4,901 c = 11,048	a = b = 8,1685 c = 5,0920	a = b = 8,2470 c = 5,1303[34]
Densité, kg/m³	2648,6	3570	5742,4	6126
Coefficient de couplage électromécanique pour des poutres issues de coupes X vibrant en extension selon Y, %	10,9	14,5	16,6	16,7
d₁₁, 10⁻¹²C/N	2,31 [37]	4,5 [38]	-6,36 [19]	-6,54 [29]
d₁₄, 10⁻¹²C/N	-0,726 [37]	1,9 [38]	5,85 [19]	5,30 [29]

I.1.7. Applications

Le quartz est le plus connu et le plus utilisé des cristaux piézoélectriques monocristallins. Cependant des études ont été menées avec d'autres matériaux comme le GaPO_4 , la LGS et la LGT.

Il a été envisagé de créer des filtres à ondes acoustiques de surface, dits filtres SAW (Surface Acoustic Waves), avec le GaPO_4 [39] et la langasite [40], ainsi que des résonateurs à ondes acoustiques de volume ou BAW (Bulk Acoustic Waves)[41] en langasite et en langatate. Au sein du laboratoire ont été réalisés des prototypes d'oscillateurs équipés de résonateurs langatate qui ont montré qu'il est possible de descendre au moins à des stabilités de $5 \cdot 10^{-13}$ sur des temps d'intégration allant de 1 à 40 s [11].

Les formes les plus courantes des résonateurs à ondes acoustiques de volume sont les barreaux, les diapasons et les plaques (Figure 6). Il existe aussi des résonateurs de type BVA (Boîtier à Vieillissement Amélioré), une version plus évoluée des résonateurs de type disques (Figure 7) [42]. Les barreaux et diapasons vibrent en extension ou en flexion tandis que les plaques vibrent en cisaillement d'épaisseur. Ces résonateurs ont tous pour point commun d'exploiter une vibration mécanique qui est entretenue. Celle-ci est reliée au potentiel électrique grâce aux propriétés piézoélectriques.

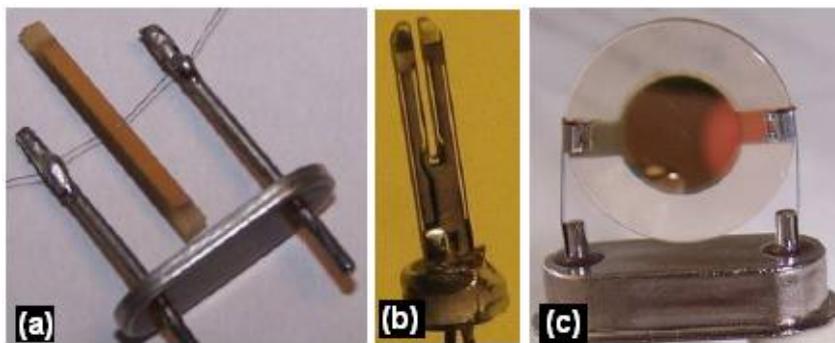


Figure 6 : Résonateurs de type (a) barreau, (b) diapason et (c) plaque.



Figure 7 : Résonateur de type BVA. Détail des pièces constitutives d'un tel résonateur.

Dans la suite de ces travaux, nous nous intéresserons uniquement aux résonateurs de types barreaux et diapasons.

I.1.8. Usinage chimique

Les premiers essais d'attaque chimique anisotrope des cristaux datent du début du XX^{ème} siècle [43]. L'étude portait alors sur le contrôle des formes et des symétries des figures de dissolution se développant en surface du cristal pour en vérifier son orientation, révéler des défauts de la structure cristalline et/ou la présence d'impuretés.

Le procédé d'attaque chimique permet d'amincir [44] ou de polir [45][46] les échantillons en complément des procédés de rodage et de polissage mécanique. L'usinage chimique anisotrope est également utilisé pour la fabrication de microstructures par gravure et découpe [47]. Il a pour avantages le fait que le procédé est atraumatique et n'engendre pas de contraintes dans le matériau, la reproductibilité des résultats et le faible coût lié au fait que c'est un procédé collectif.

L'usinage chimique du GaPO₄ a déjà été abordé par certains travaux [48]. Takeda[49] a effectué un travail expérimental en mesurant les taux de dissolution de la langasite pour les trois orientations X, Y et Z par diverses solutions acides inorganiques (HCl, HF, HNO₃, H₂SO₄, H₃PO₄, HCl + HNO₃, HCl + H₃PO₄, HCl + HF) ; il a également évalué la rugosité de surface et fourni la forme des états géométriques de surface. Des essais d'usinabilité des matériaux de la famille des langasites ont été effectués au sein même du laboratoire [17][50][51][52]. Assoud [17] a étudié la dissolution contrôlée de lames de LGS en vue de leur amincissement pour la réalisation de résonateurs haute fréquence de type « anti-mésa » ; elle a démontré l'anisotropie de dissolution du point de vue de la cinétique d'attaque. Akil [50] a réalisé pour la langasite une analyse des formes usinées 2D par des bains de H₃PO₄, H₂SO₄ et HCl, afin de constituer une base de données.

I.2. **MODES DE VIBRATION**

I.2.1. **Conventions**

Selon la norme IEEE 176-1987 [4], il existe, pour les matériaux piézoélectriques, une convention permettant de connaître le sens de l'axe X, lorsque l'on connaît sa direction.

Cette convention dit que la normale sortante X est la face où apparaissent les charges négatives lorsque l'on comprime le cristal (Figure 8).

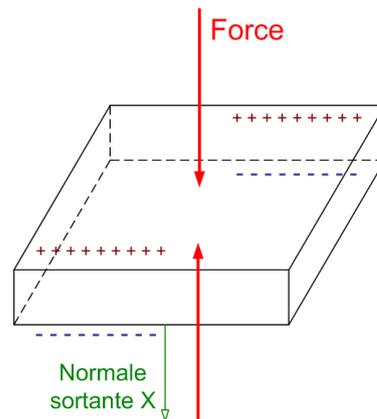


Figure 8 : Convention de la normale sortante X pour les matériaux piézoélectriques.

Pour l'ensemble de notre étude, nous utiliserons des coupes X (coupes à simple rotation) de langasite et de langatate, c'est-à-dire que la direction X est normale aux plaques et le sens est donné par la Figure 8. Les dispositifs obtenus dans ces plaques sont orientés dans des repères tournés autour de l'axe X.

On note ainsi $(XY)0^\circ$, l'orientation d'un dispositif dont la longueur est selon l'axe Y du repère cristallographique $(OXYZ)$. L'orientation $(XYX')\theta^\circ$ correspond à une rotation de θ° autour de l'axe X par rapport à $(XY)0^\circ$ (Figure 9). On notera $(OX'Y'Z')$ le repère tourné obtenu après une rotation d'angle θ autour de $(X = X')$.

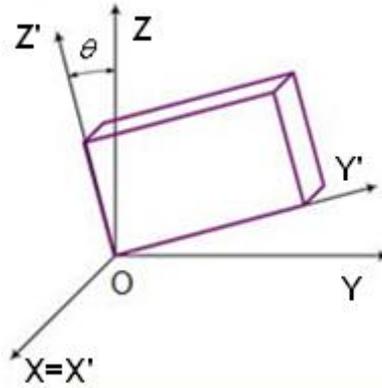


Figure 9 : Illustration de l'orientation à simple rotation de θ° autour de l'axe $(X=X')$: $(XYX')\theta^\circ$.

Outres les coupes X à simple rotation, il existe des travaux réalisés avec des coupes à double rotation ou des coupes Y.

Pour le quartz, la convention de 1949 adoptée par le « Institute of Radio Engineers » [53] est encore utilisée. Elle précise que le sens positif de l'axe électrique (axe X) est déterminé, pour un quartz droit, par le côté où les charges négatives apparaissent lors d'une traction suivant la direction OX [54].

I.2.2. Modes d'extension et de flexion dans le plan

Les dispositifs obtenus à partir de coupes X et ayant des électrodes déposées sur les faces supérieures et inférieures de la lame d'origine peuvent résonner selon des modes d'extension et de flexion dans le plan.

Pour le mode d'extension, il suffit de deux électrodes, une sur chaque face de normale X (cf. Figure 10). Pour le mode de flexion, il faut des électrodes croisées, deux par face de normale X (cf. Figure 11).

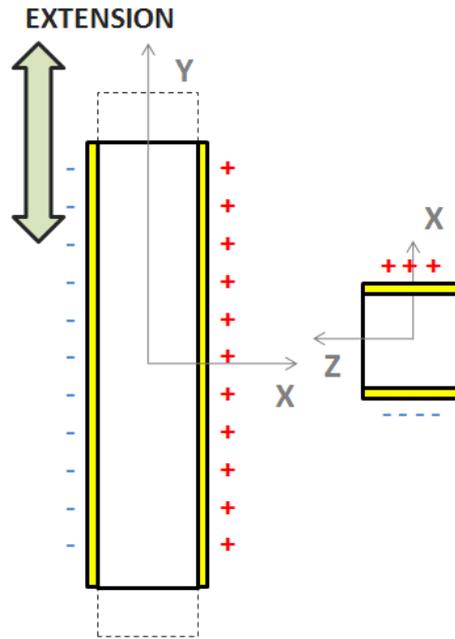


Figure 10 : Configuration des électrodes pour la vibration en extension [55].

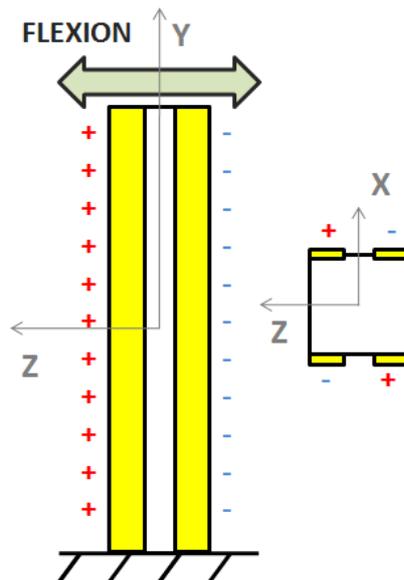


Figure 11 : Configuration des électrodes pour la vibration en flexion autour de X [55].

Ces configurations s'expliquent par la forme des matrices des coefficients piézoélectriques et des coefficients diélectriques dont le nombre de composantes non nulles limite les possibilités de couplage électromécanique (cf. I.1.3).

I.2.3. Coupes compensées en température

La sensibilité des résonateurs à la température dépend principalement de la coupe dont ils sont issus. Les coupes compensées en température sont choisies afin de minimiser la

dépendance fréquence/température. Des coupes spéciales ayant un comportement en température linéaire peuvent être utilisées pour des applications capteurs ; par exemple la coupe LC du quartz sert à faire des thermomètres à quartz [56]. La Figure 12 donne la variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes coupes de quartz et la Figure 13 la sensibilité relative en fonction de la température d'une lame de quartz de coupe LC.

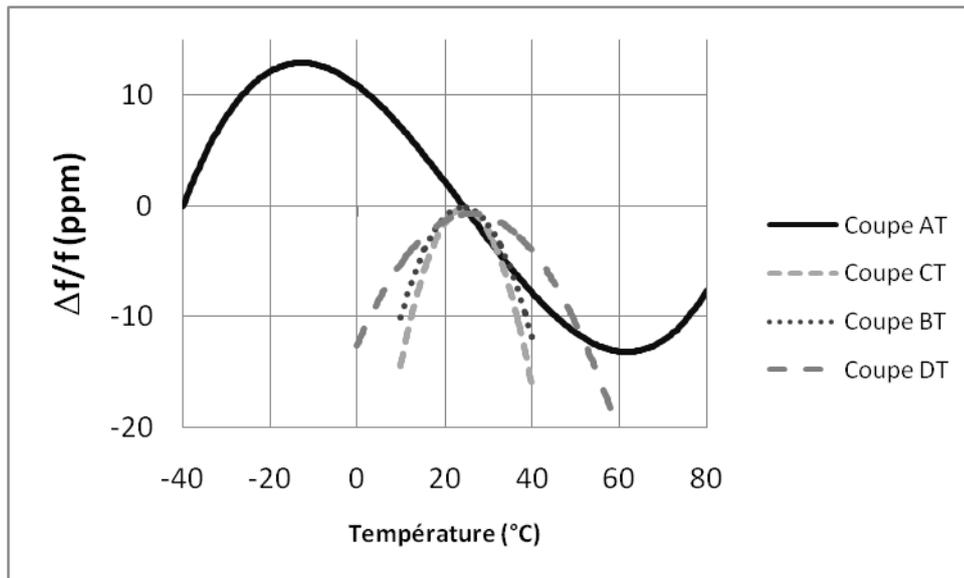


Figure 12 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes coupes de quartz (d'après [57]).

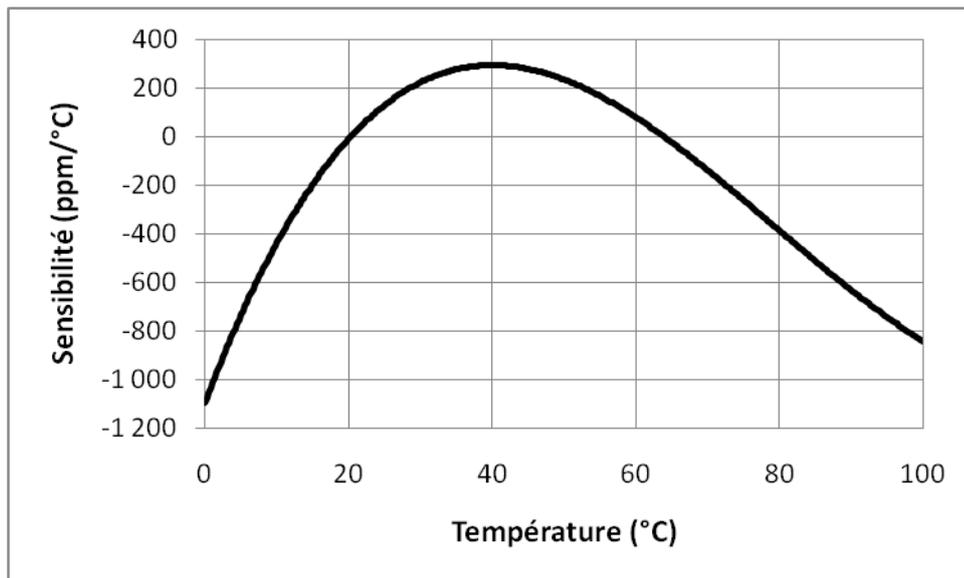


Figure 13 : Sensibilité relative en fonction de la température d'une lame de quartz de coupe LC (d'après [57]).

Chapitre II

ANALYSE DES MODES D'EXTENSION ET DE FLEXION DANS LE PLAN

II. ANALYSE DES MODES D'EXTENSION ET DE FLEXION DANS LE PLAN

Dans ce chapitre, nous avons utilisé un modèle analytique simple pour les modes d'extension et de flexion dans le plan de poutres en langasite et en langatate. Grâce à ce modèle, nous avons déterminé l'orientation des coupes compensées en température pour ces modes de vibration. Nous avons ensuite fabriqué des dispositifs pour confronter les résultats théoriques aux résultats expérimentaux. L'objectif n'était pas d'avoir un modèle très fin mais de déterminer les coupes compensées en température rapidement [58][59][60][61][62][63].

II.1. MODELES ANALYTIQUES

Nous ne tiendrons pas compte des effets piézoélectriques dans les modèles suivants et nous nous placerons dans le cas de coupes à simple rotation car nous disposons de plaques de fabrication industrielle en coupe X.

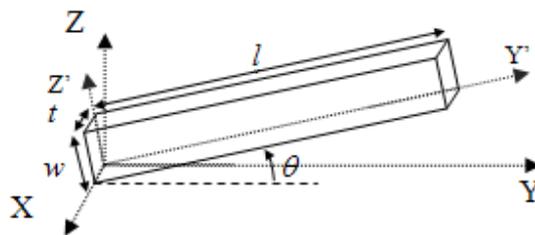


Figure 14 : Orientation d'une poutre ayant un angle de rotation θ dans le repère cristallin (XYZ) .

Tous les calculs sont effectués pour une poutre d'épaisseur t selon X' , de longueur l selon Y' et de largeur w selon Z' dans le repère $(X'Y'Z')$ tourné de θ autour de X .

II.1.1. Elongation libre-libre

Pour une poutre libre-libre, la fréquence de résonance à $T = T_0$ sur le mode fondamental est [64] :

$$f_0 = \frac{1}{2l_0} \sqrt{\frac{1}{\rho_0 s'_{22}}} \quad (11)$$

Avec :

l_0 : longueur du barreau à la température T_0 ;

ρ_0 : masse volumique du matériau piézoélectrique à la température T_0 ;

s'_{22} : composante 22 de la matrice $[s_{ij}]$ des souplesses à la température T_0 dans le repère tourné.

$T_0 = 25^\circ C$.

II.1.2. Flexion dans le plan encastré-libre

Si on se place dans le cadre de l'hypothèse de Bernoulli (la poutre est élancée et au cours de la déformation, les sections droites restent perpendiculaires à la courbe moyenne), la fréquence de résonance à $T = T_0$ sur le mode fondamental pour une poutre encastrée-libre s'écrit [64] :

$$f_0 = \frac{\lambda^2}{2\pi l_0^2} \sqrt{\frac{I}{S_0 \rho_0 s'_{22}}} \quad (12)$$

Avec :

l_0 : longueur du barreau à la température T_0 ;

ρ_0 : masse volumique du matériau piézoélectrique à la température T_0 ;

s'_{22} : composante 22 de la matrice $[s_{ij}]$ des souplesses à la température T_0 dans le repère tourné ;

$S_0 = w_0 t_0$: section rectangulaire de la poutre à la température T_0 ;

I : moment d'inertie à la température T_0 ($I = \frac{w_0^3 t_0}{12}$) ;

λ : une constante dépendant des conditions d'encastrement. Dans le cas d'une poutre encastrée-libre, $\lambda = 1,8751$.

$T_0 = 25^\circ C$.

Soit :

$$f_0 = \frac{\lambda^2 w_0}{2\pi l_0^2} \frac{1}{\sqrt{12\rho_0 s'_{22}}} \quad (13)$$

II.1.3. Influence de la température

II.1.3.1. Mode d'extension

On sait que les variations de température modifient les propriétés physiques du matériau. Elles engendrent aussi une déformation du cristal qui fait changer les dimensions et donc la masse volumique du résonateur.

Si on dilate les dimensions d'un barreau dont l'orientation est définie par l'angle θ , on a au deuxième ordre :

$$t(T) = t_0(1 + \alpha'_{11}(T - T_0) + \alpha'^2_{11}(T - T_0)^2) \quad (14)$$

$$l(T) = l_0(1 + \alpha'_{22}(T - T_0) + \alpha'^2_{22}(T - T_0)^2) \quad (15)$$

$$w(T) = w_0(1 + \alpha'_{33}(T - T_0) + \alpha'^2_{33}(T - T_0)^2) \quad (16)$$

Où :

$$[\alpha'^k_{ij}] = [r][\alpha^k_{ij}][r]^t \quad (17)$$

$$[r] = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & -\sin \theta \\ 0 & \sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \quad (18)$$

Avec :

α'^k_{ij} : coefficients de dilatation à l'ordre k dans le repère tourné ;

$[r]$: matrice de rotation

Pour la masse volumique, on obtient :

$$\rho(T) = \frac{t_0 l_0 w_0}{t(T)l(T)w(T)} \rho_0 \quad (19)$$

Pour $s'_{22}(T)$, on a :

$$s'_{22}(T) = s'_{22}(1 + T^1_{s_{22}}(T - T_0) + T^2_{s_{22}}(T - T_0)^2) \quad (20)$$

Si on réinjecte ces équations dans l'équation de la fréquence de résonance, on obtient la fréquence en fonction de la température.

Cette fréquence peut être écrite sous la forme d'un développement limité autour de la température de référence $T_0 = 25 \text{ °C}$ [65] :

$$f(T) = f_0 \left(1 + T_{cf}^{(1)}(T - T_0) + T_{cf}^{(2)}(T - T_0)^2 + T_{cf}^{(3)}(T - T_0)^3 + \dots + T_{cf}^{(i)}(T - T_0)^i \right) \quad (21)$$

Avec :

$T_{cf}^{(i)}$: Coefficient de Température de la Fréquence (CTF) du i-ème ordre ou "Temperature Coefficient of Frequency" (TCF) en anglais.

$$T_{cf}^{(i)} = \frac{1}{i! f_0} \frac{\partial^i f(T)}{\partial T^i} \Bigg|_{T=T_0} \quad (22)$$

Les CTF s'expriment en fonction des coefficients de dilatation et des coefficients de température de la souplesse. Le développement au deuxième ordre donne (voir Annexe A pour le détail des calculs) :

$$T_{cf}^{(1)} = \frac{1}{2} (\alpha'_{11} + \alpha'_{33} - T_{s22}^1 - \alpha'_{22}) \quad (23)$$

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{4} \left(2\alpha'_{11}{}^2 - (\alpha'_{11})^2 + 2\alpha'_{33}{}^2 - (\alpha'_{33})^2 - 2T_{s22}^2 + (T_{s22}^1)^2 - 2\alpha'_{22}{}^2 + (\alpha'_{22})^2 \right) + \frac{1}{2} (T_{cf}^{(1)})^2 \quad (24)$$

Pour le quartz et le GaPO₄, la formule (21) peut être développée au troisième ordre. Ce n'est pas le cas pour la langasite et la langatate faute de disposer des coefficients nécessaires pour calculer $T_{cf}^{(3)}$.

II.1.3.2. Mode de flexion

Pour une poutre orientée selon l'axe Y' soumise à une variation de température $\Delta T = T - T_0$, on obtient la dilatation suivante :

$$t(T) = t_0 (1 + \alpha'_{11}(T - T_0) + \alpha'_{11}(T - T_0)^2) \quad (25)$$

$$l(T) = l_0 (1 + \alpha'_{22}(T - T_0) + \alpha'_{22}(T - T_0)^2) \quad (26)$$

$$w(T) = w_0(1 + \alpha'_{33}(T - T_0) + \alpha'^2_{33}(T - T_0)^2) \quad (27)$$

Pour la masse volumique on obtient alors :

$$\rho(T) = \frac{t_0 l_0 w_0}{t(T)l(T)w(T)} \rho_0 \quad (28)$$

Pour $s'_{22}(T)$, on a :

$$s'_{22}(T) = s'_{22}(1 + T^1_{s_{22}}(T - T_0) + T^2_{s_{22}}(T - T_0)^2) \quad (29)$$

$$f(T) = f_0 \left(1 + T^{(1)}_{cf}(T - T_0) + T^{(2)}_{cf}(T - T_0)^2 + T^{(3)}_{cf}(T - T_0)^3 + \dots \right. \\ \left. + T^{(i)}_{cf}(T - T_0)^i \right) \quad (30)$$

On calcule les coefficients de température de la fréquence de la même manière que pour le mode d'élongation [65] (voir Annexe B pour le détail du calcul). On a donc au premier ordre :

$$T^{(1)}_{cf} = \frac{1}{2} (\alpha'_{11} + 3\alpha'_{33} - T^1_{s_{22}} - 3\alpha'_{22}) \quad (31)$$

Et au second ordre :

$$T^{(2)}_{cf} = \frac{1}{4} \left(2\alpha'^2_{11} - (\alpha'_{11})^2 + 6\alpha'^2_{33} - 3(\alpha'_{33})^2 - 2T^2_{s_{22}} + (T^1_{s_{22}})^2 - 6\alpha'_{22} \right. \\ \left. + 3(\alpha'_{22})^2 \right) + \frac{1}{2} (T^{(1)}_{cf})^2 \quad (32)$$

II.1.4. Coupes compensées en température

A partir du modèle, nous avons tracé les coefficients de température de la fréquence du premier et du second ordre en fonction de l'angle de rotation θ pour des barreaux en langasite et en langatate résonnant en élongation et en flexion. Ces courbes nous ont permis de déterminer théoriquement les coupes compensées en température au premier ordre.

II.1.4.1. Mode d'extension LGS

Les coupes compensées en température sont celles qui ont un angle de rotation θ tel que $T_{cf}^{(1)}$ s'annule. Dans le cas de la langasite en extension, ces coupes sont obtenues pour $\theta = -7,1^\circ$ et $\theta = 61,9^\circ$ (Figure 15).

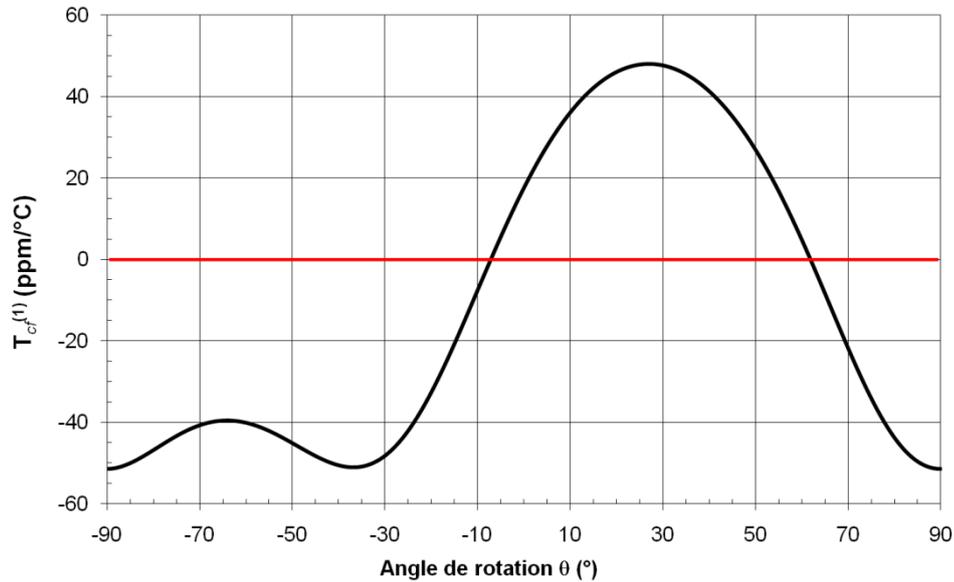


Figure 15 : $T_{cf}^{(1)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en extension.

Au second ordre, les coefficients de température de la fréquence correspondants à ces angles sont $T_{cf}^{(2)} = -64,9 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$ et $T_{cf}^{(2)} = -73,6 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$, respectivement (Figure 16).

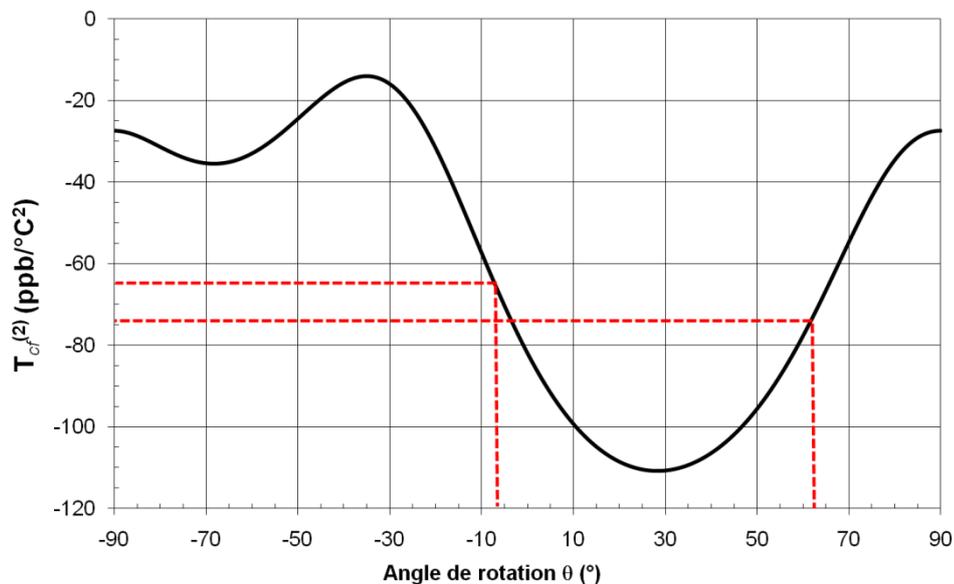


Figure 16 : $T_{cf}^{(2)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en extension.

Le Tableau 16 récapitule ces résultats.

Tableau 16 : Coefficients de température de la fréquence du 2nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en extension (LGS).

Extension	LGS	
θ (degré)	-7,1	61,9
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ\text{C}^2$)	64,9	73,6

Les $T_{cf}^{(2)}$ sont du même ordre de grandeur pour les deux orientations (écart d'une dizaine de %). L'orientation $\theta = -7,1^\circ$ donnera tout de même une meilleure compensation en température.

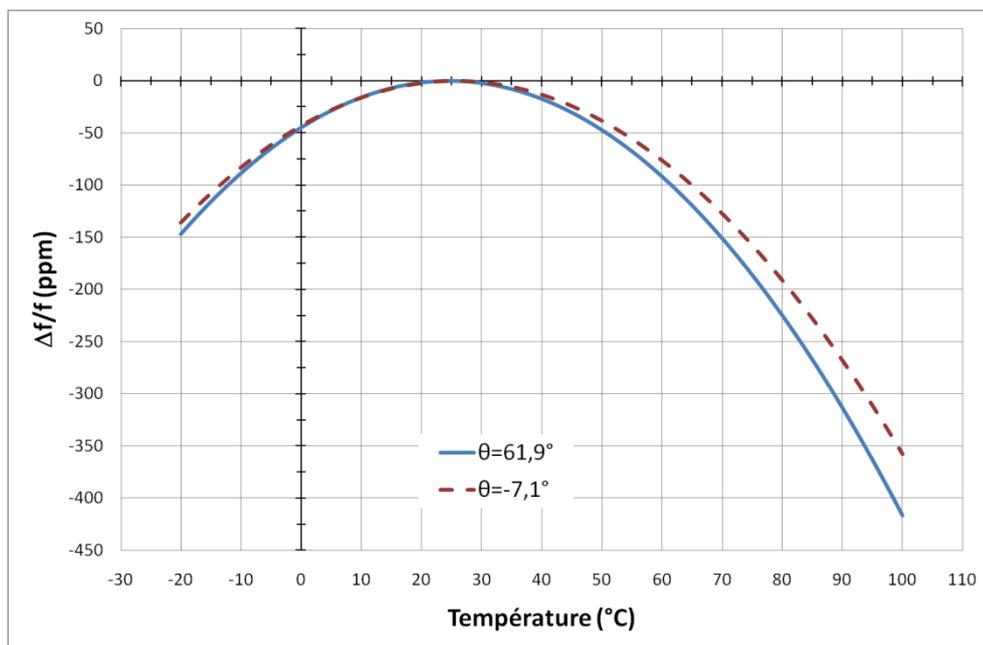


Figure 17 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGS en flexion).

La fréquence de résonance varie de moins de 150 ppm pour un écart de 40 $^\circ\text{C}$ par rapport à l'ambiante dans le cas de barreaux orientés selon les coupes compensées en température (Figure 17).

II.1.4.2. Mode d'extension LGT

Dans le cas de la langatate en extension, les coupes compensées sont obtenues pour $\theta = -7,3^\circ$ et $\theta = 68,6^\circ$ (Figure 18).

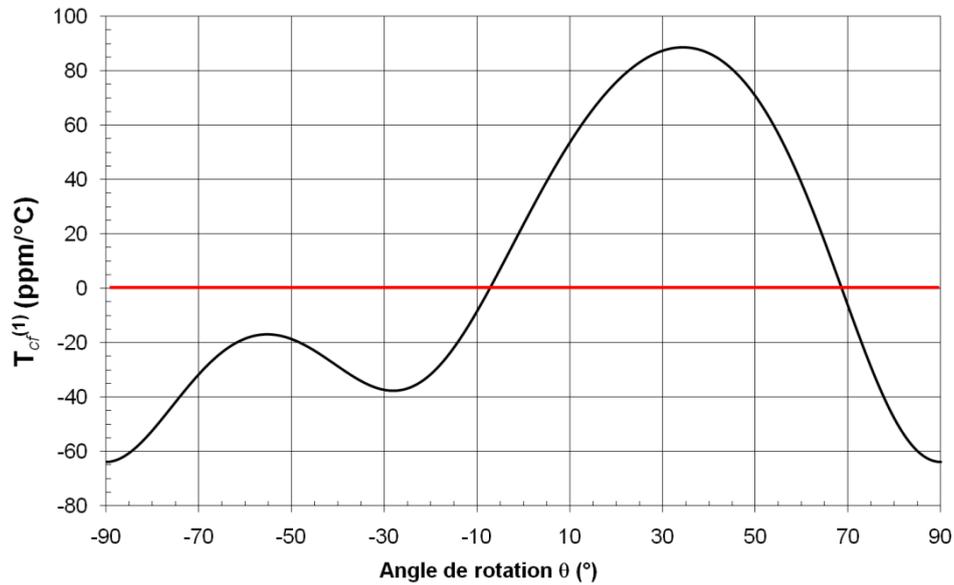


Figure 18 : $T_{cf}^{(1)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en extension.

Au second ordre, les coefficients de température de la fréquence correspondants à ces angles sont $T_{cf}^{(2)} = -83,7 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$ et $T_{cf}^{(2)} = -101,9 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$, respectivement (Figure 19).

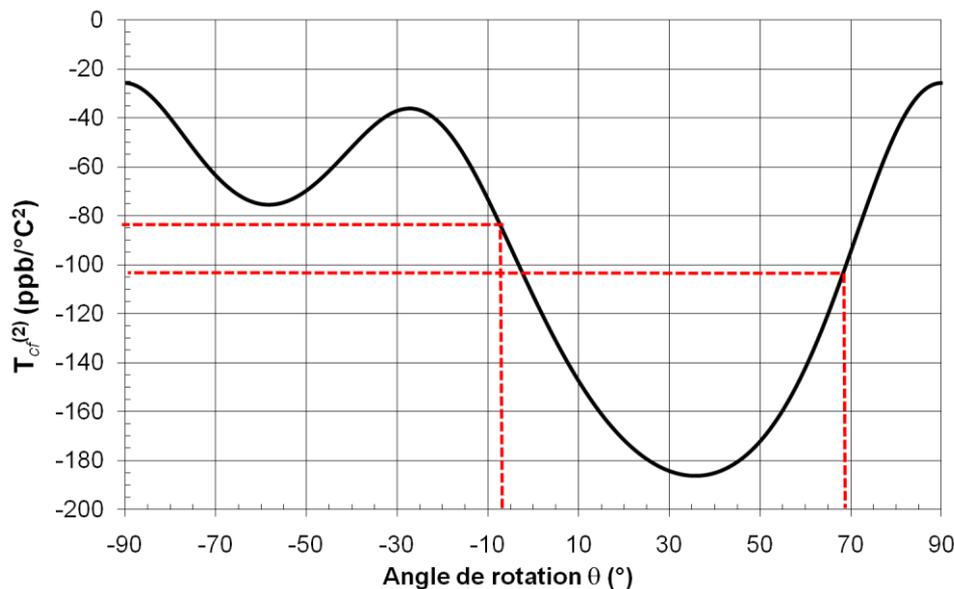


Figure 19 : $T_{cf}^{(2)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en extension.

Le Tableau 17 récapitule ces résultats.

Tableau 17 : Coefficients de température de la fréquence du 2nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en extension (LGT).

Extension	LGT	
θ (degré)	-7,3	68,6
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ\text{C}^2$)	83,7	101,9

Le $T_{cf}^{(2)}$ est plus faible pour $\theta = -7,3^\circ$ que pour $\theta = 68,6^\circ$ (écart 20 %). L'orientation $\theta = -7,3^\circ$ sera donc à privilégier si on veut une bonne compensation en température.

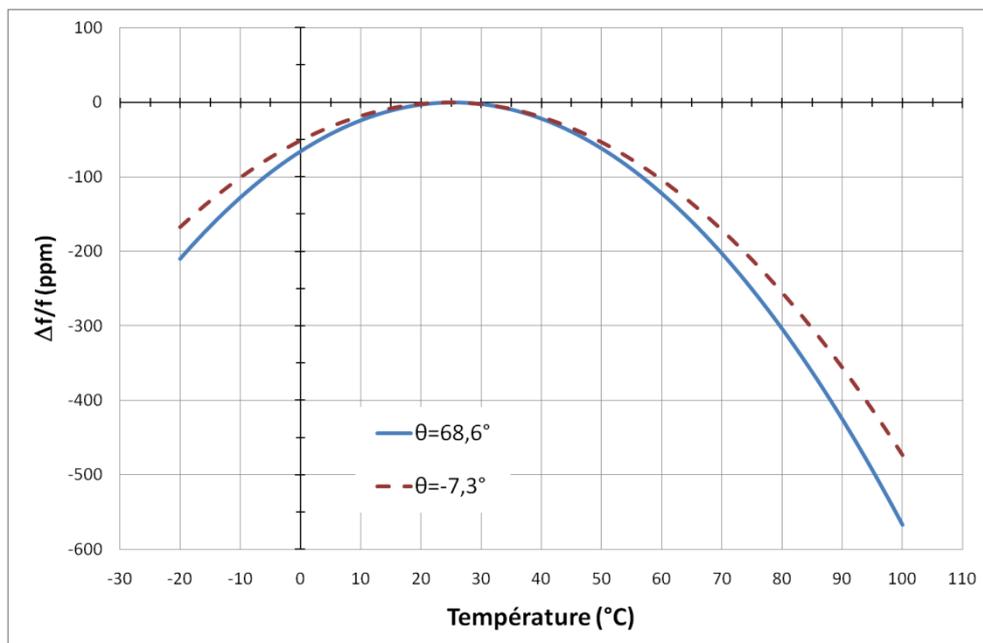


Figure 20 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGT en extension).

La variation de la fréquence de résonance est inférieure à 200 ppm pour un écart de 40 °C par rapport à l'ambiante dans le cas de barreaux orientés selon les coupes compensées en température (Figure 20).

La Figure 21 donne la variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ pour des barreaux en LGS et LGT vibrant en extension. On constate que ces variations sont presque les mêmes pour les deux matériaux.

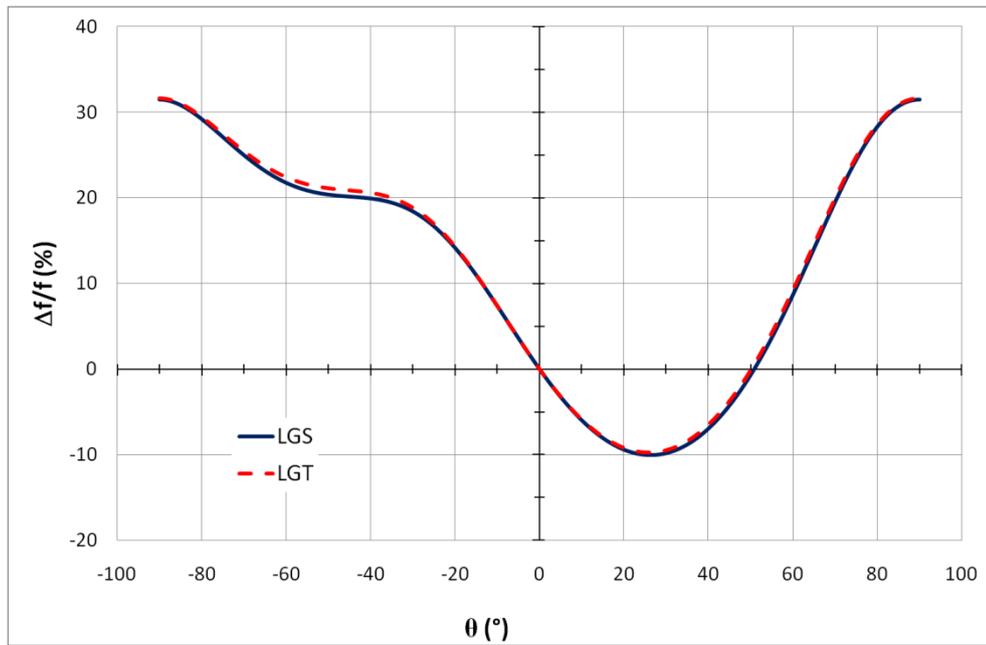


Figure 21 : Variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ (LGS et LGT en extension à $T = 25^\circ\text{C}$).

II.1.4.3. Mode de flexion LGS

Pour la langasite en flexion, les coupes compensées correspondent à $\theta = -6,5^\circ$ et $\theta = 62,2^\circ$ (Figure 22).

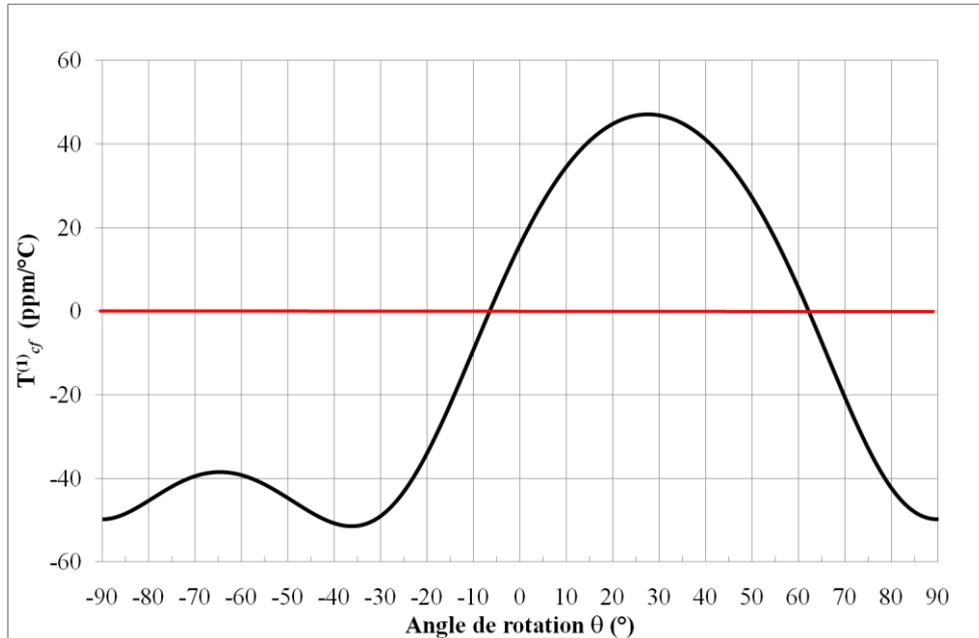


Figure 22 : $T_{cf}^{(1)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en flexion.

Au second ordre, les coefficients de température de la fréquence correspondants à ces angles sont $T_{cf}^{(2)} = -69,3 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$ et $T_{cf}^{(2)} = -71,2 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$, respectivement (Figure 23).

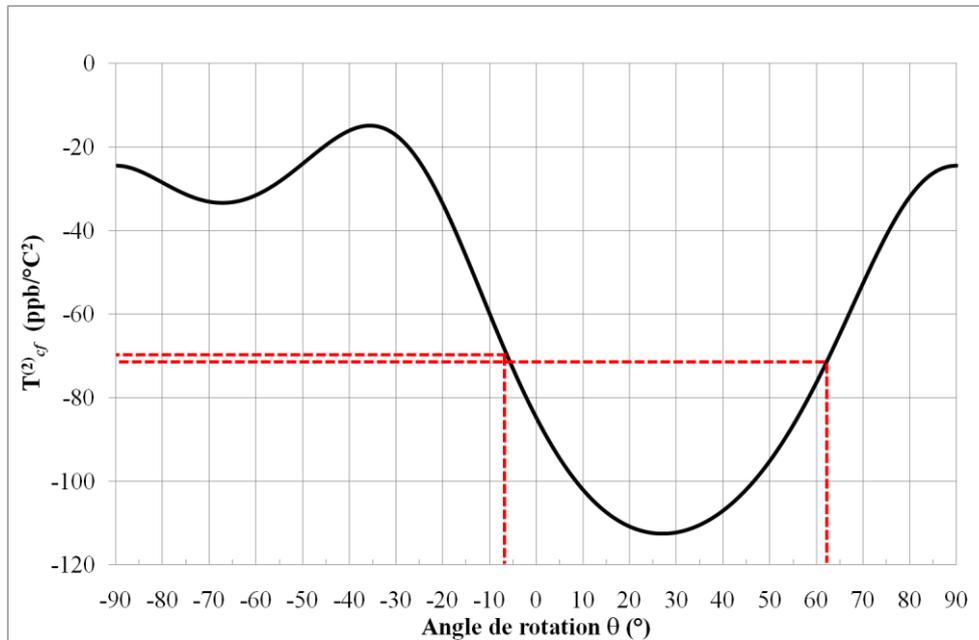


Figure 23 : $T_{cf}^{(2)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en flexion.

Le Tableau 18 récapitule ces résultats.

Tableau 18 : Coefficients de température de la fréquence du 2nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en flexion (LGS).

Flexion	LGS	
θ (degré)	-6,5	62,2
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ\text{C}^2$)	69,3	71,2

Les $T_{cf}^{(2)}$ ont le même ordre de grandeur pour les deux orientations (écart 3 %).

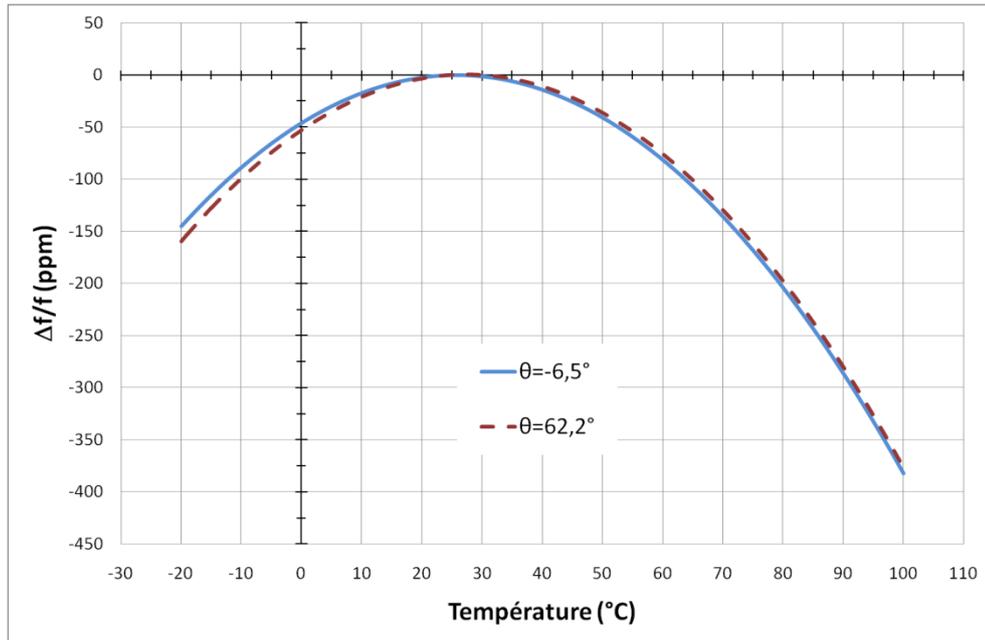


Figure 24 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGS en flexion).

La variation de la fréquence de résonance est inférieure à 200 ppm pour un écart de 40 °C par rapport à l'ambiante dans le cas de barreaux orientés selon les coupes compensées en température (Figure 24).

II.1.4.4. Mode de flexion LGT

Pour la langatate en flexion, les coupes compensées en température sont obtenues pour $\theta = -6,6^\circ$ et $\theta = 69^\circ$ (Figure 25).

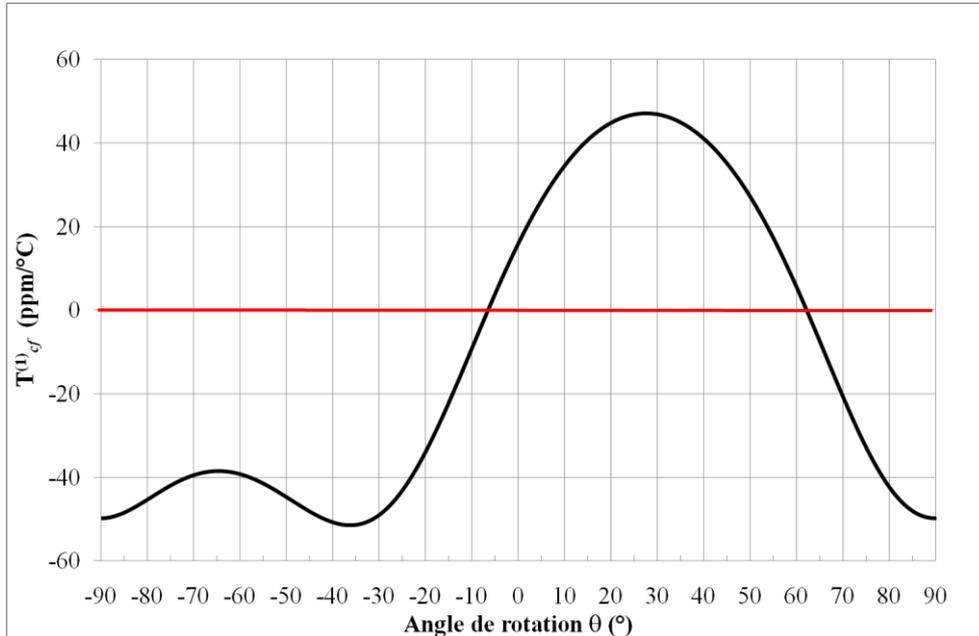


Figure 25 : $T_{cf}^{(1)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en flexion.

Au second ordre, les coefficients de température de la fréquence correspondants à ces angles sont $T_{cf}^{(2)} = -87,2 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$ et $T_{cf}^{(2)} = -99,3 \cdot 10^{-9} / ^\circ C^2$, respectivement (Figure 26).

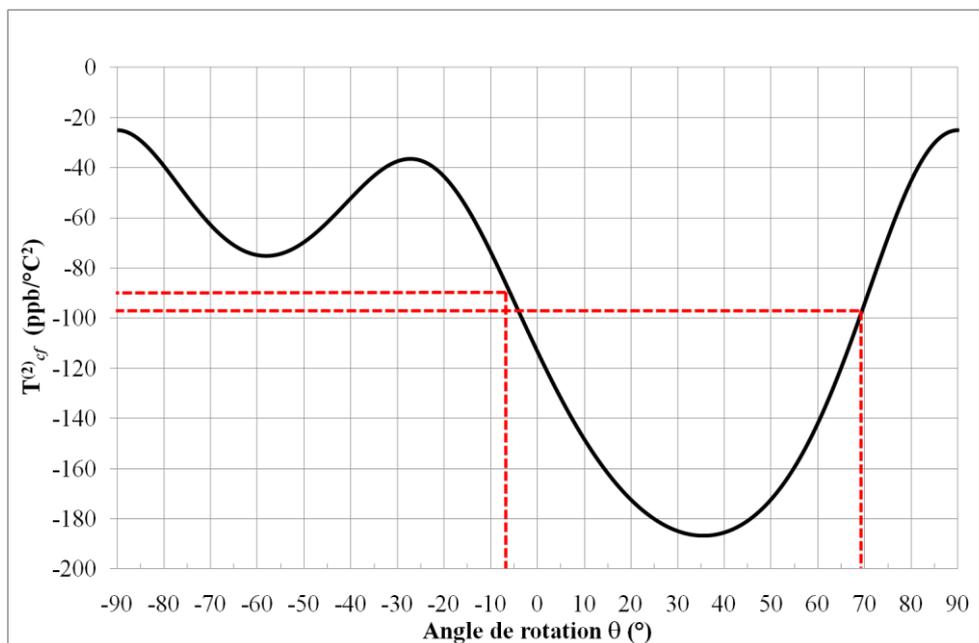


Figure 26 : $T_{cf}^{(2)}$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en flexion.

Le Tableau 19 récapitule ces résultats.

Tableau 19 : Coefficients de température de la fréquence du 2nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en flexion (LGT).

Flexion	LGT	
θ (degré)	-6,6	69
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ\text{C}^2$)	87,2	99,3

Le $T_{cf}^{(2)}$ est plus faible pour $\theta = -6,6^\circ$ que pour $\theta = 69^\circ$ (écart d'une dizaine de %). On obtiendra donc une meilleure compensation en température pour avec l'orientation $\theta = -6,6^\circ$.

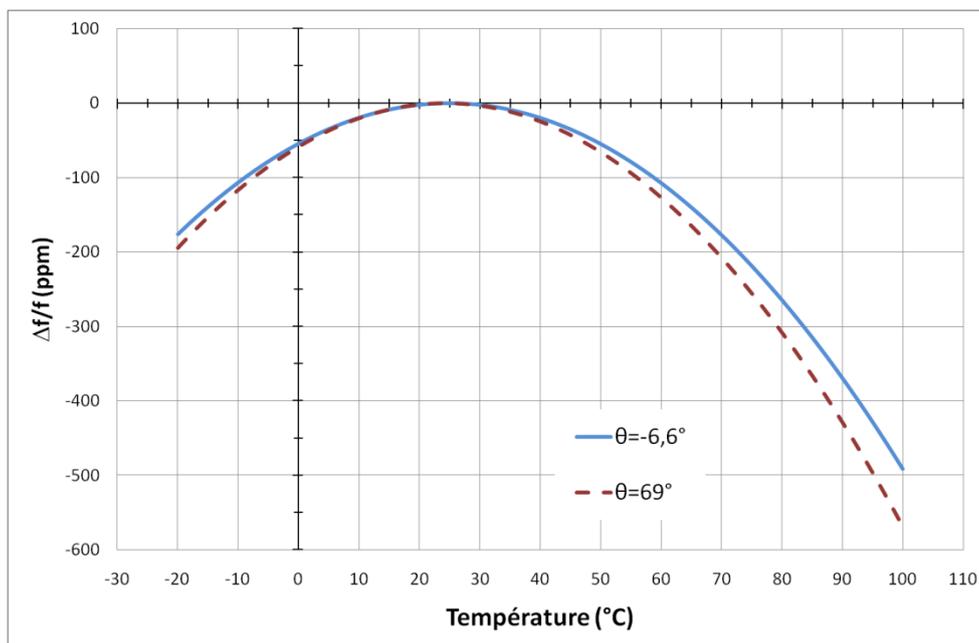


Figure 27 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGT en flexion).

La variation de la fréquence de résonance est inférieure à 200 ppm pour un écart de 40 °C par rapport à l'ambiante dans le cas de barreaux orientés selon les coupes compensées en température (Figure 27).

La Figure 28 montre la variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ pour des barreaux en LGS et LGT vibrant en flexion. Comme dans le cas des barreaux vibrant en extension, ces variations sont similaires pour les deux matériaux.

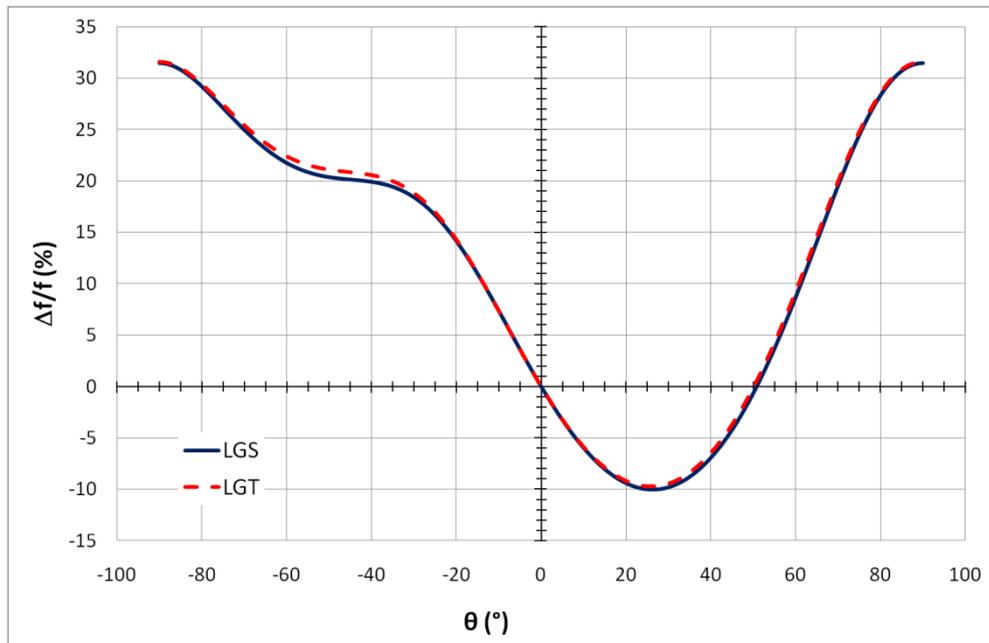


Figure 28 : Variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ (LGS et LGT en flexion à $T = 25^\circ\text{C}$).

II.1.4.5. Comparaison avec le quartz et le GaPO₄

➤ Extension

Comme la LGS et la LGT, le GaPO₄ a des coupes compensées en température au premier ordre. Celles-ci ont d'ailleurs un T_{cf}^2 plus faible que pour les langasites. En revanche, le quartz n'a pas de coupe compensée en température ; on utilise donc la coupe pour laquelle la valeur absolue du $T_{cf}^{(1)}$ est minimale (Tableau 20 et Figure 29), soit $|T_{cf}^{(1)}| = 1,1 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$. Les coupes compensées en température au premier ordre de l'orthophosphate de gallium ont des coefficients de température de la fréquence du second ordre 10 à 75 fois plus faibles que les langasites (Tableau 20 et Figure 31). Une petite variation de l'angle de coupe de ce matériau sera donc moins critique quant à son comportement en température.

Tableau 20 : Comparaison des coupes compensées en température de la LGS et de la LGT avec le quartz et le GaPO₄ (extension).

Extension	Quartz [53]	GaPO ₄ [4]		LGS [4]		LGT [4]	
θ (degré)	7,2 (minimisation)	-52,6	-8	-7,1	61,9	-7,3	68,6
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ\text{C}^2$)	44,7	1,4	7,5	64,9	73,6	83,7	101,9

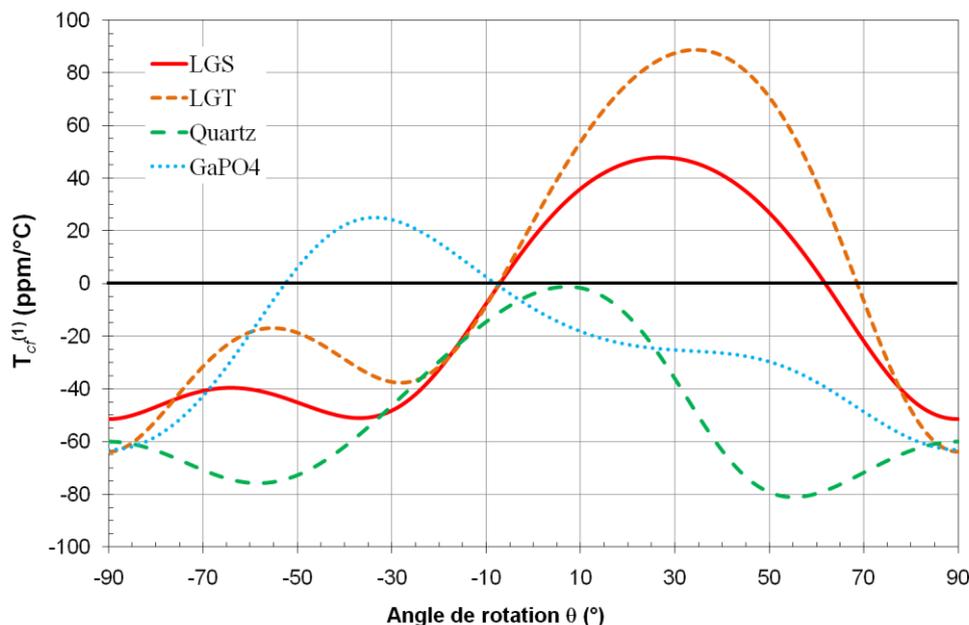


Figure 29 : Comparaison des $T_{cf}^{(1)}$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO₄.

Sur la Figure 30, on constate que, au premier ordre, un écart de l'orientation θ autour de la coupe compensée en température aura le plus d'influence pour la LGT, puis la LGS et le GaPO_4 .

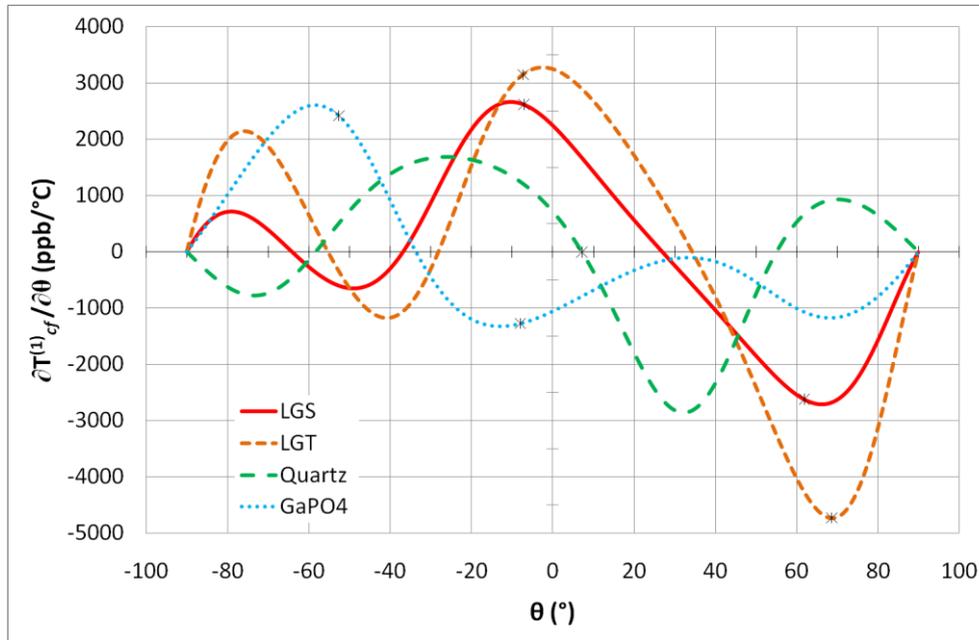


Figure 30 : Dérivée par rapport à θ des $T_{cf}^{(1)}$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO_4 .

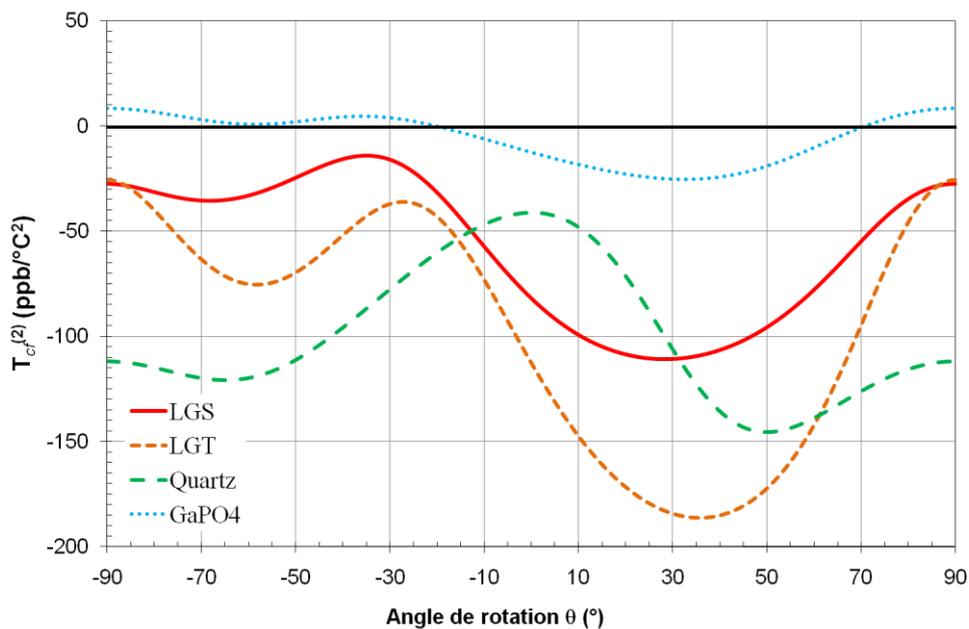


Figure 31 : Comparaison des $T_{cf}^{(2)}$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO_4 .

➤ Flexion

Comme en extension, le quartz n'a pas de coupes compensées en température au premier ordre et on utilise la coupe pour laquelle le coefficient de température de la fréquence

à l'ordre 1 est le plus faible en valeur absolue (Tableau 21 et Figure 32), c'est-à-dire $|T_{cf}^{(1)}| = 7,1 \cdot 10^{-6} / ^\circ C$. Le GaPO₄ a encore une fois des coefficients de température de la fréquence à l'ordre 2 plus faibles que la langasite et la langatate pour ses coupes compensées en température au premier ordre (Tableau 21 et Figure 34).

Tableau 21 : Comparaison des coupes compensées en température de la LGS et de la LGT avec le quartz et le GaPO₄ (flexion).

Flexion	Quartz [53]	GaPO ₄ [4]		LGS [4]		LGT [4]	
θ (degrés)	7,7 (minimisation)	-53,7	-14,1	-6,5	62,2	-6,6	69
$ T_{cf}^{(2)} $ ($10^{-9} / ^\circ C^2$)	48,6	2,9	8,5	69,3	71,2	87,2	99,3

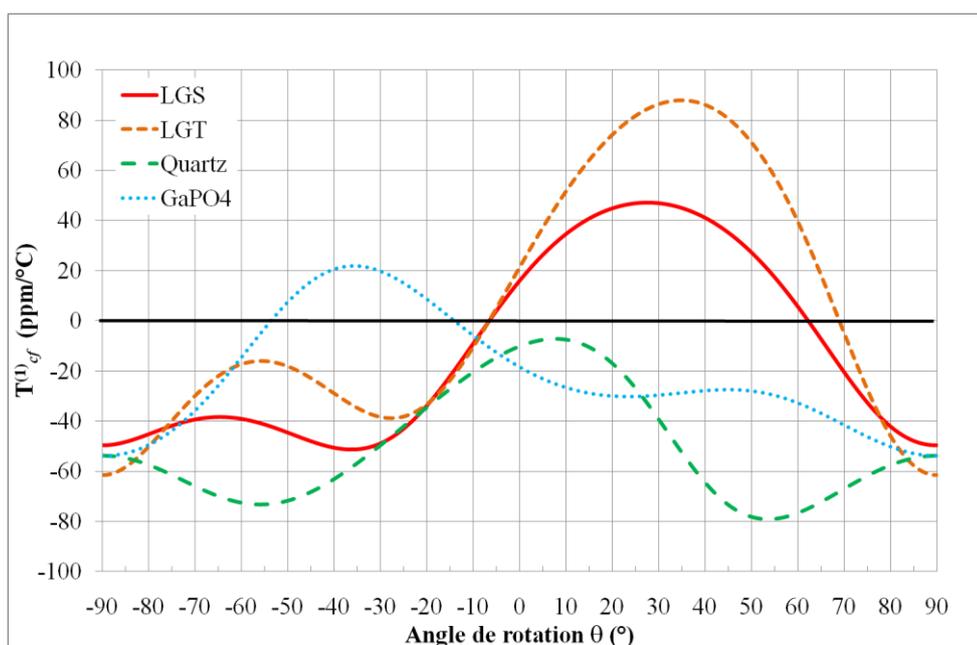


Figure 32 : Comparaison des $T_{cf}^{(1)}$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO₄.

La Figure 33 donne la dérivée des $T_{cf}^{(1)}$ en fonction de θ . On constate qu'un petit écart de l'angle d'orientation de la coupe aura le plus d'influence, au premier ordre, pour les coupes compensées en température de la LGT, puis pour celles de la LGS et du GaPO₄.

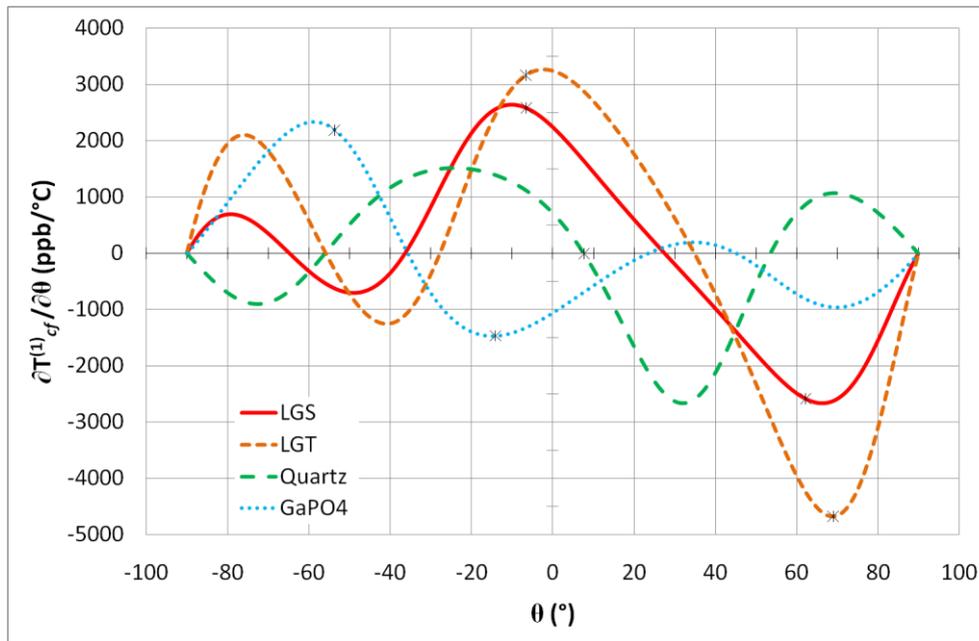


Figure 33 : Dérivée par rapport à θ des $T_{cf}^{(1)}$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO_4 .

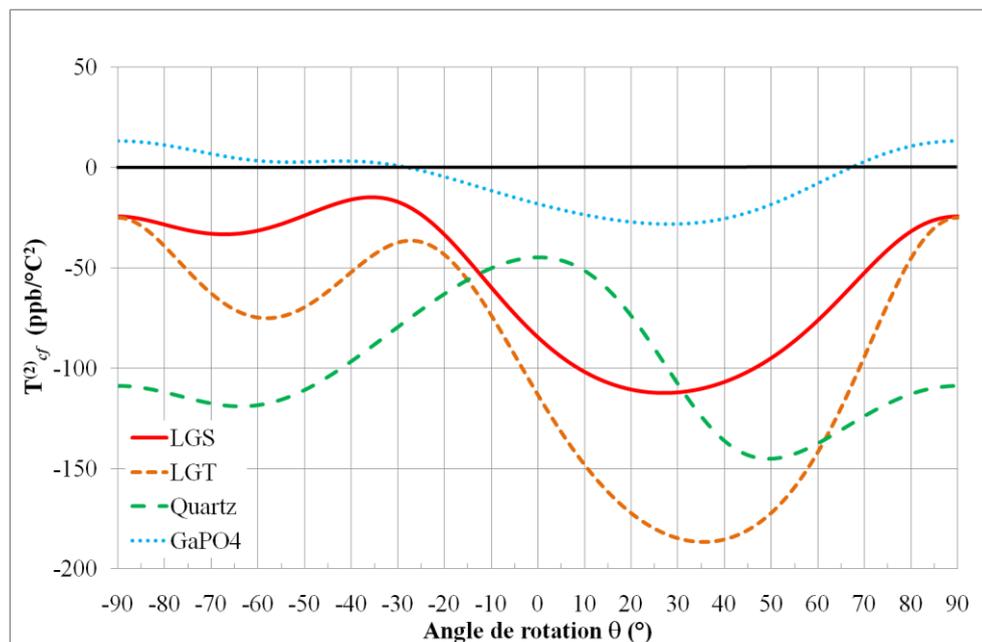


Figure 34 : Comparaison des $T_{cf}^{(2)}$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du GaPO_4 .

II.2. SIMULATIONS PAR ELEMENTS FINIS

Pour tous les dispositifs réalisés, nous avons procédé à une simulation par éléments finis avec les logiciels de simulation ANSYS et principalement COMSOL Multiphysics (MEMS Module). Nous avons ainsi pu obtenir par une analyse modale les fréquences de résonance théoriques pour les modes qui nous intéressaient, le mode d'élongation ou le mode de flexion selon le cas.

Le maillage utilisé dans COMSOL consiste en une interpolation d'éléments de type Lagrange quadratique. Les calculs sont effectués avec un solveur de systèmes linéaires direct SPOOLES (Sparse Object-Oriented Linear Equations Solver).

Dans un premier temps, les simulations ont été faites sans tenir compte de l'effet piézo-électrique. Un chargement électrique a ensuite été ajouté pour représenter les électrodes.

II.2.1. Barreaux en langasite : élongation libre-libre

Les barreaux sont des poutres à section rectangulaires d'épaisseur t selon X, de longueur l selon Y' et de largeur w selon Z'. Dans la pratique, ils sont connectés par des fils rapportés au milieu des faces supérieure et inférieure ; nous pouvons donc considérer que le mode de vibration est du type libre-libre. Pour la simulation, on a $t = 1 \text{ mm}$, $l = 20 \text{ mm}$ et $w = 2 \text{ mm}$ et le point de collage des fils est modélisé par un encastrement de 1 mm de côté au milieu de la poutre et de part et d'autre de celle-ci (voir Figure 35).

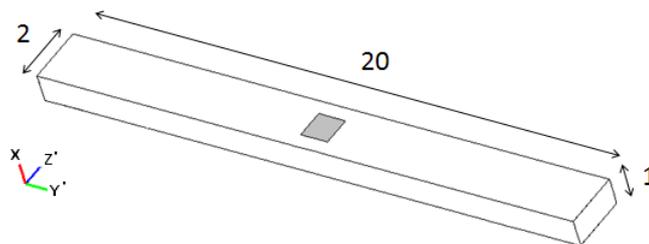


Figure 35 : Dimensions en mm du barreau en LGS et encastrement (en gris).

Dans un premier temps, on effectue une analyse modale pour connaître la fréquence du mode d'extension sans l'effet piézoélectrique. Cette fréquence est notée f_{EF} . La Figure 36 montre la déformée du barreau à la fréquence de résonance.

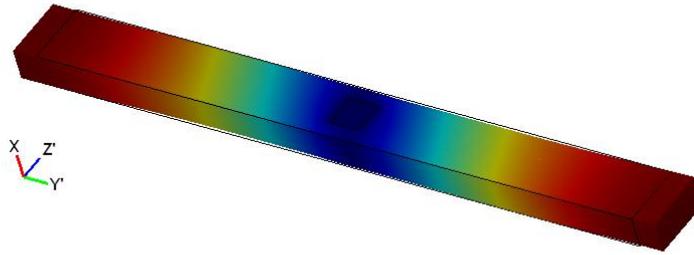


Figure 36 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un barreau de LGS en extension : déformée.

La Figure 37 représente le potentiel électrique qui apparaît en surface du barreau pour ce mode. Le potentiel sur la face supérieure est opposé à celui sur la face inférieure. Métalliser les faces de normale X constitue donc bien des électrodes adaptées pour l'excitation de ce mode.

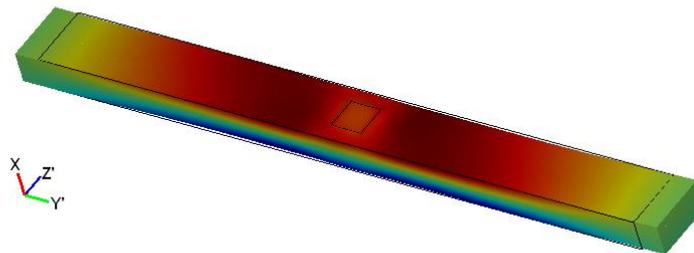


Figure 37 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un barreau de LGS en extension : potentiel électrique.

On a ensuite appliqué un chargement électrique sur les faces de normale X pour simuler les électrodes. Le potentiel appliqué est choisi arbitrairement à 1 V. La fréquence de résonance alors obtenue est notée f_{EF_elec} . f_{MA} est la fréquence calculée à partir du modèle analytique. Le Tableau 22 présente une comparaison des fréquences obtenues par le calcul et les simulations par éléments finis.

Tableau 22 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ .

	$\theta = 0^\circ$	$\theta = -15^\circ$	$\theta = +15^\circ$
f_{MA} (Hz)	111 657	123 919	102 669
f_{EF} (Hz)	115 940	127 430	107 034
erreur f_{EF} vs. f_{MA} (%)	3,8	2,8	4,3
f_{EF_elec} (Hz)	114 453	126 452	105 441
erreur f_{EF_elec} vs. f_{EF} (%)	1,3	0,8	1,5

Les variations entre les fréquences calculées à l'aide du modèle analytique et celles obtenues par la simulation par éléments finis sont de 3 à 4 %. Les variations entre ces dernières et celles obtenues en prenant en compte la piézoélectricité sont de moins de 1,5 %. Ces variations sont suffisamment faibles pour valider le modèle analytique.

II.2.2. Diapasons en langasite : flexion dans le plan

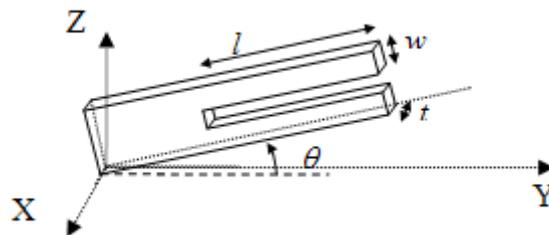


Figure 38 : Orientation d'un diapason ayant un angle de rotation θ dans le repère cristallographique (XYZ).

Dans le modèle de base, les deux bras du diapason ont la même épaisseur t – qui correspond à l'épaisseur de la plaque dans laquelle sont découpés les dispositifs – la même longueur l et la même largeur w (Figure 38).

On ne modélise d'abord qu'un seul bras du diapason encastré à une de ses extrémités. Ce bras mesure 13 mm de long et a une section droite carrée de 1 mm de côté. La fréquence de résonance pour le mode de flexion autour de X est notée f_{bras} . On constate sur la Figure 39 que le potentiel électrique correspond bien à la configuration des électrodes de la Figure 11.

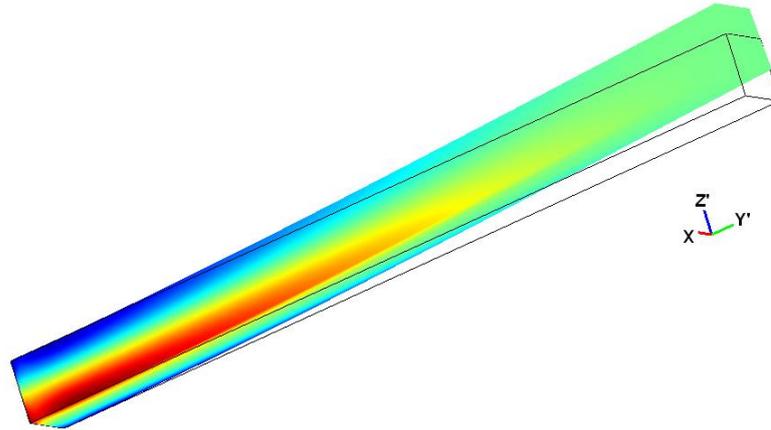


Figure 39 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un bras du diapason en LGS en extension : potentiel électrique.

On simule ensuite ce même bras en appliquant un chargement électrique pour représenter les électrodes et on obtient la fréquence f_{bras_elec} . Le Tableau 23 compare les fréquences obtenues par simulation aux résultats du calcul avec le modèle analytique. La fréquence obtenue par la simulation ne varie que de 1 % par rapport à celle calculée ; notre modèle analytique est donc valide et on peut ne pas tenir compte de la piézoélectricité dans celui-ci. En outre, l'ajout des électrodes ne fait varier la fréquence que de 0,5 %.

Tableau 23 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ , pour un bras du diapason.

	$\theta = 0^\circ$	$\theta = -15^\circ$	$\theta = +15^\circ$
f_{MA} (Hz)	4 269	4 737	3 925
f_{bras} (Hz)	4 309	4 755	3 973
erreur f_{bras} vs. f_{MA} (%)	0,9	0,4	1,2
f_{bras_elec} (Hz)	4 287	4 740	3 950
erreur f_{bras_elec} vs. f_{bras} (%)	0,5	0,3	0,6

On simule alors le diapason entier dont les dimensions sont indiquées sur la Figure 40. La fréquence de résonance du mode étudié est f_{EF} .

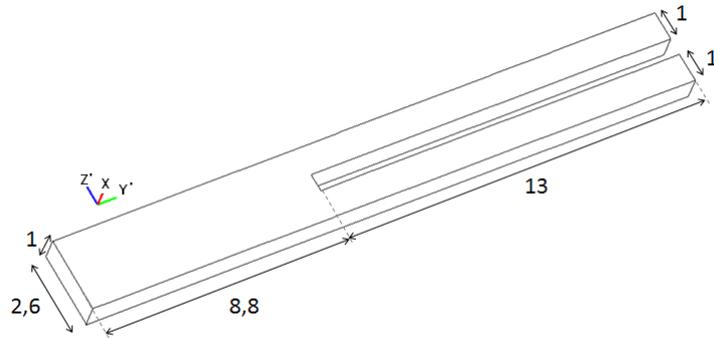


Figure 40 : Dimensions en mm du diapason simulé.

Les conditions d'encastrement sont simplifiées. Ainsi on considère que le diapason est encastré au niveau du talon et sur les deux tiers du contour de l'embase. Cela correspond à la partie grisée du diapason sur la Figure 41.

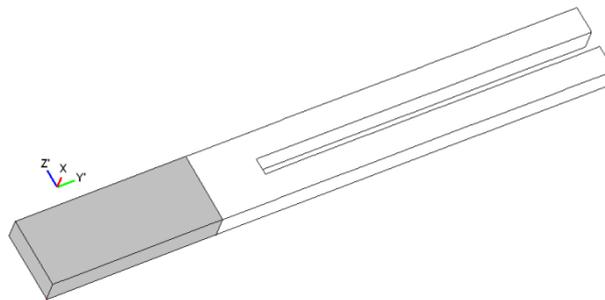


Figure 41 : Encastrement du diapason (en gris).

Le mode qui nous intéresse est celui pour lequel les bras du diapason fléchissent dans le plan, symétriquement par rapport à la moitié du dispositif comme c'est le cas sur la Figure 42.

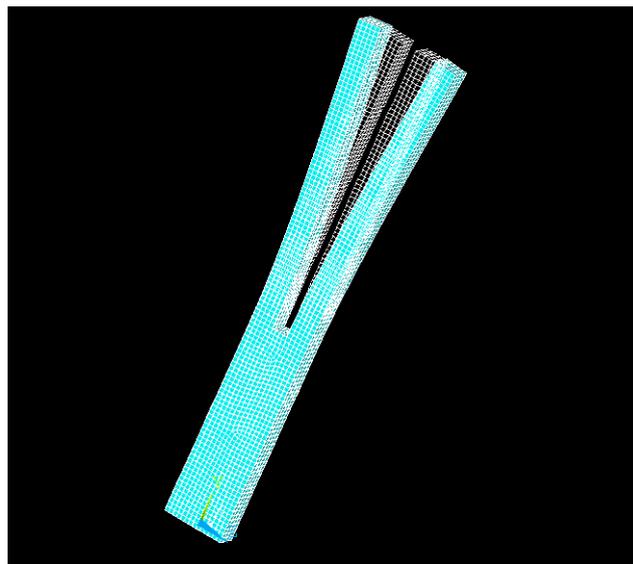


Figure 42 : Modélisation par éléments finis avec ANSYS d'un diapason vibrant selon un mode de flexion dans le plan.

La fréquence de résonance pour la configuration du chargement électrique présenté dans la Figure 43 est f_{EF_elec} . La variation de celle-ci par rapport à f_{EF} est négligeable.

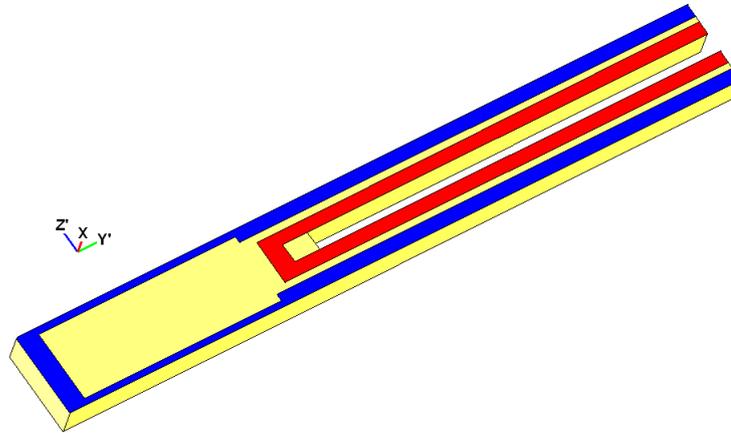


Figure 43 : Configuration du chargement électrique utilisé lors de la simulation.

Le Tableau 24 compare f_{EF} à f_{bras} et à la fréquence calculée à l'aide du modèle analytique. La fréquence de résonance du diapason varie de 6 à 8,5 % par rapport à celles-ci. Cela s'explique par les conditions d'encastrement et le couplage mécanique des deux bras.

Tableau 24 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ , pour le diapason entier.

	$\theta = 0^\circ$	$\theta = -15^\circ$	$\theta = +15^\circ$
f_{EF} (Hz)	3 979	4 357	3 682
erreur f_{EF} vs. f_{MA} (%)	6,8	8,0	6,2
erreur f_{EF} vs. f_{bras} (%)	7,7	8,4	7,3
f_{EF_elec} (Hz)	3 986	4 374	3 680
erreur f_{EF_elec} vs. f_{EF} (%)	0,2	0,4	0,1

En pratique, les diapasons étant coupés à la scie, leurs deux bras n'ont pas exactement la même largeur (Figure 44). Pour s'approcher du comportement réel du diapason nous avons modifié le modèle en prenant en compte les largeurs w_1 et w_2 des bras.

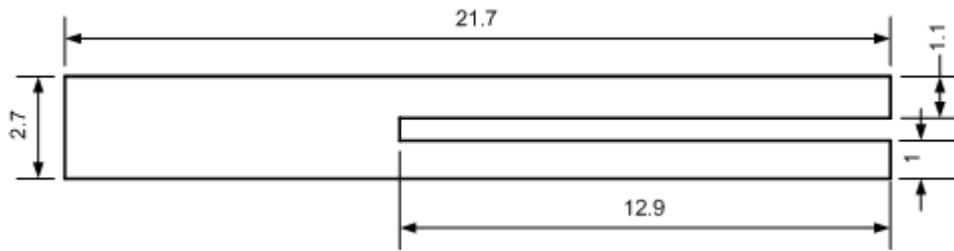


Figure 44 : Dimensions réelles en mm du diapason en LGS (épaisseur 1 mm).

Le Tableau 25 compare la fréquence de résonance f_{diap_dis} du diapason dissymétrique à f_{EF} . La variation est de 8 à 9 %.

Tableau 25 : Comparaison de la fréquence de résonance du diapason dissymétrique à celle du diapason symétrique.

	$\theta = 0^\circ$	$\theta = -15^\circ$	$\theta = +15^\circ$
f_{diap_dis} (Hz)	4 302	4 705	4 025
erreur f_{bras_dis} vs. f_{EF} (%)	8,1	8,0	9,3

Il est à noter que le mode de vibration en flexion dans le plan des deux bras dans le même sens a une fréquence de résonance très proche du mode de vibration en flexion dans le plan des deux bras en sens opposés.

II.2.3. Micro-résonateurs

Des simulations par éléments finis ont été effectuées pour les micro-résonateurs dont la fabrication est abordée dans le chapitre III.

II.2.3.1. Résonateurs en extension

Ces résonateurs sont présentés dans le paragraphe III.3.1 et les dimensions utilisées pour la simulation sont celles fournies par la Figure 92. On néglige les effets de sous-gravure et on considère donc que la poutre a les dimensions du masque de gravure (soit une longueur totale de 6 350 μm , une largeur de 400 μm pour une épaisseur de 230 μm) Les conditions d'encastrement sont fournies par la Figure 45.

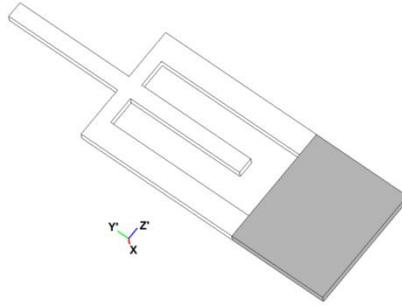


Figure 45 : Encastrement du résonateur vibrant en extension (en gris).

La Figure 46 représente la déformée du mode d'extension libre-libre de la poutre (fréquence f_{EF}).

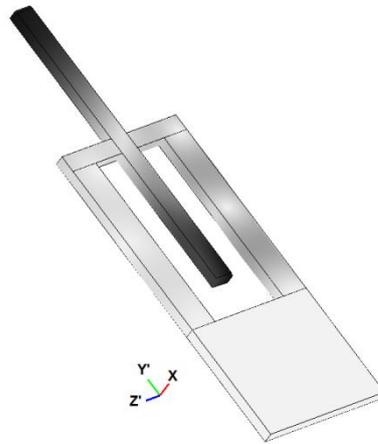


Figure 46 : Déformée du résonateur vibrant en extension.

Les bras de maintien de la poutre ont des dimensions similaires à celles de la poutre et ils se déforment (Figure 47) et vibrent à une fréquence de résonance proche de la fréquence propre du mode d'extension libre-libre étudié. Pour $\theta = 0^\circ$, ces fréquences sont 348 310 Hz et 359 380 Hz, respectivement.

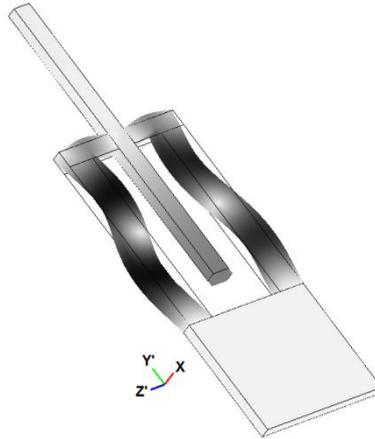


Figure 47 : Déformée pour un mode proche du mode d'extension.

La Figure 48 représente le potentiel électrique correspondant au mode d'extension libre-libre de la poutre. Cela correspond aux résultats précédents (Figure 37).

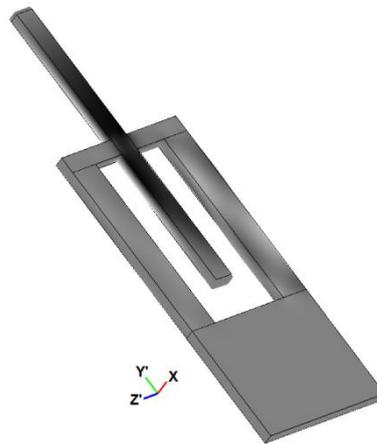


Figure 48 : Potentiel électrique.

Une comparaison des résultats obtenus par éléments finis et analytiquement pour la poutre en extension libre-libre et la demi-poutre en extension encasté-libre est présentée sur la Figure 49. On a comparé les valeurs obtenues par la simulation aux fréquences obtenues par le modèle analytique pour l'ensemble de la poutre vibrant en extension libre-libre, et la demi-poutre vibrant en extension encasté-libre (la demi-poutre ne mesure pas la moitié de la longueur totale de la poutre à cause de la largeur du point d'attache). La simulation par éléments finis et le modèle analytique sont cohérents.

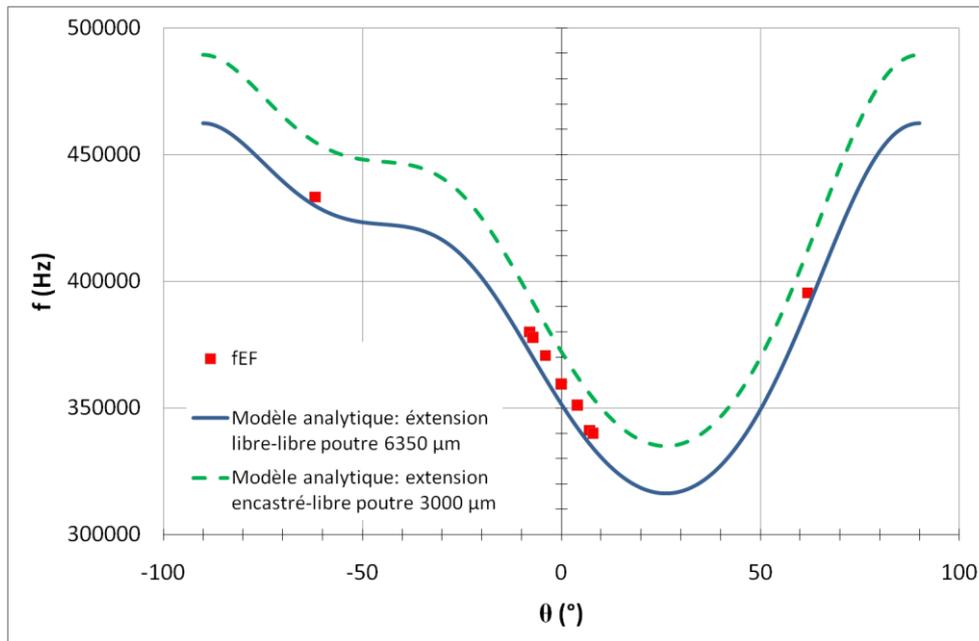


Figure 49 : Comparaison des valeurs obtenues par simulation EF au modèle analytique (extension).

II.2.3.2. Résonateurs en flexion

Les cantilevers vibrant en flexion sont présentés au paragraphe III.3.2. Les dimensions sont celles de la Figure 94 (longueur 4 200 μm , largeur 500 μm , épaisseur 230 μm). On encastre la base du résonateur. Le mode qui nous intéresse et qui est excité par les électrodes appliquées sur le dispositif (Figure 11 et Figure 96) est celui de flexion dans le plan. La déformée et le potentiel électrique correspondants sont représentés par la Figure 50 et la Figure 51, respectivement.

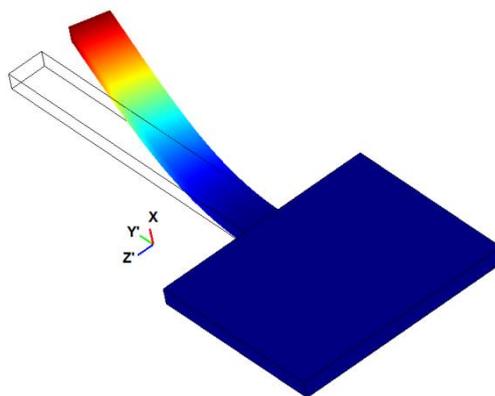


Figure 50 : Déformée d'un cantilever : flexion dans le plan.

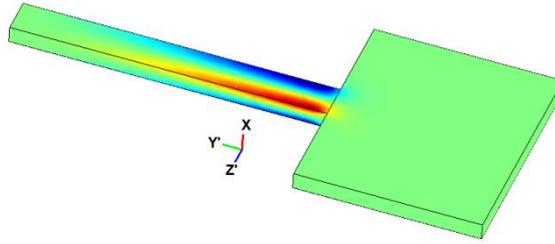


Figure 51 : Potentiel électrique correspondant à la flexion dans le plan.

La Figure 52 montre que les fréquences obtenues par simulation avec et sans les électrodes (f_{EF_elec} et f_{EF}) sont cohérentes avec le modèle analytique.

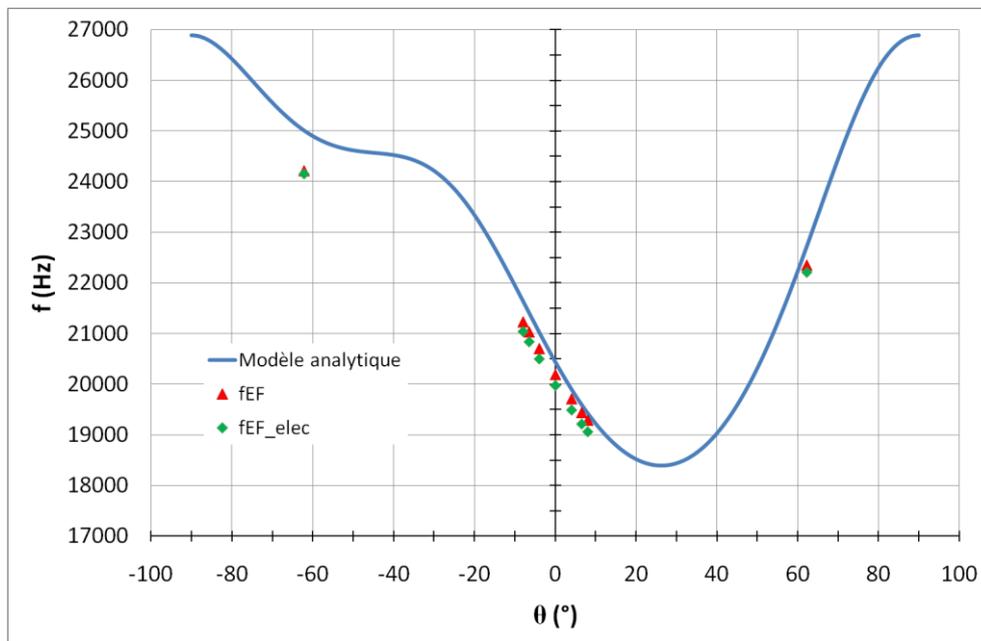


Figure 52 : Comparaison des valeurs obtenues par simulation EF au modèle analytique (extension).

En modifiant la configuration des électrodes, on pourrait exciter le mode de flexion hors plan (Figure 53).

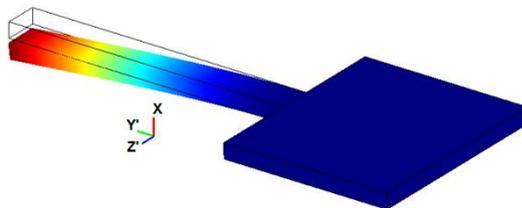


Figure 53 : Déformée d'un cantilever : flexion hors plan.

D'après le potentiel électrique observé pour ce mode (Figure 54), on en déduit la configuration des électrodes qui serait nécessaire pour l'exciter (Figure 55).

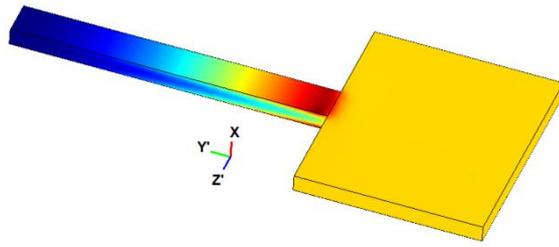


Figure 54 : Potentiel électrique correspondant à la flexion hors plan.

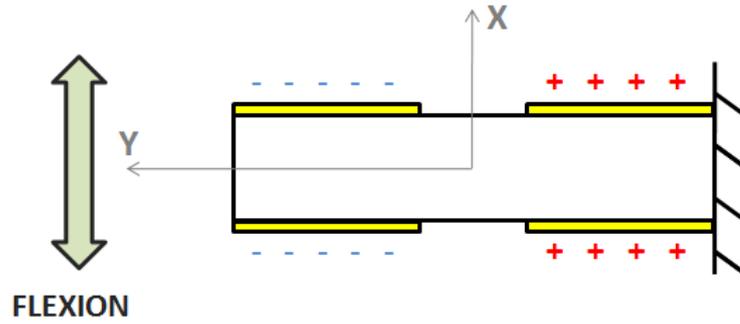


Figure 55 : Configuration des électrodes nécessaire pour obtenir la flexion hors plan (flexion autour de Z).

Pour exciter ce mode, il faudrait donc un masque spécifique pour réaliser les électrodes. Nous n'avons créé que le masque permettant d'exciter la poutre en flexion autour de X.

II.3. FABRICATION DES DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

II.3.1. Barreaux en langatate pour vibration en extension

Les barreaux en LGT sont découpés selon les orientations des coupes $(XYX') + 15^\circ$, $(XY)0^\circ$ et $(XYX') - 15^\circ$. Ces deux dernières orientations permettent d'encadrer l'orientation de la coupe compensée en température qui est de $-7,3^\circ$.

Les dimensions des barreaux ont une longueur l de 20 mm, une largeur w de 2 mm et une épaisseur t de 1 mm. Cette épaisseur est celle de la plaque dans laquelle ils sont découpés.

Une fois coupés à la scie annulaire, les barreaux sont métallisés, par évaporation sous vide, sur leurs faces supérieures et inférieures. Cette métallisation en or (350 nm d'épaisseur) sur une accroche de chrome (60 nm d'épaisseur) qui recouvre toute la surface du barreau constituera les électrodes qui permettront l'excitation du matériau sur le mode de vibration souhaité.

Pour pouvoir assurer les branchements, des fils sont rapportés et collés à la laque d'argent au milieu des électrodes. Un dispositif permet de guider le fil de sorte qu'il soit bien au milieu de la poutre. La laque d'argent (mélange à quantités égales d'argent et d'agent durcisseur) est recuite à 130°C pendant 15 minutes puis les autres extrémités des fils sont soudées à un support de mesure.

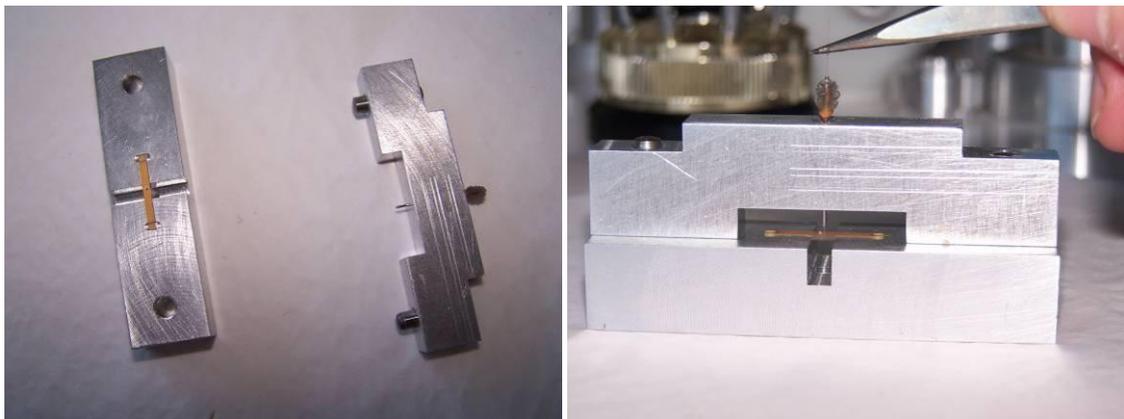


Figure 56 : Dispositif pour le collage des fils.

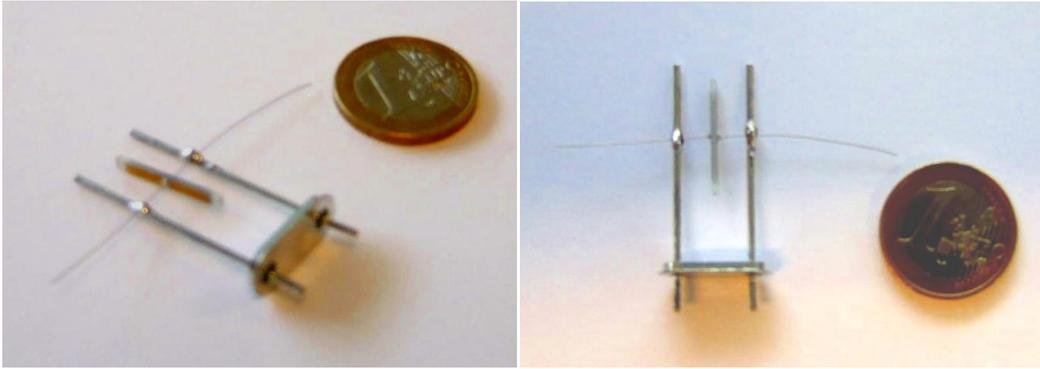


Figure 57 : Barreau soudé sur un support

II.3.2. Diapasons en langasite pour vibration en flexion

II.3.2.1. Conception des masques

La contrainte principale lors de la conception des masques des électrodes pour les diapasons fut de pouvoir positionner le plus grand nombre possible de dispositifs avec les orientations $(XYX') + 15^\circ$ et $(XYX') - 15^\circ$ sur une seule plaque de 38 mm de côté.

En outre, ces diapasons devaient avoir les mêmes dimensions que ceux déjà réalisés selon l'orientation $(XYX') 0^\circ$.

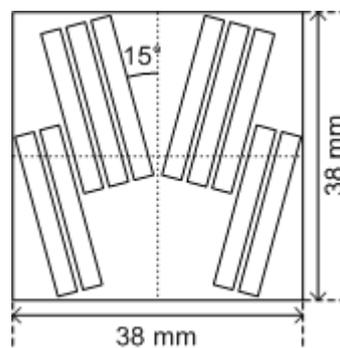


Figure 58 : Emplacement des électrodes de chaque diapason sur la plaque.

Cette conception a abouti à la réalisation de deux masques verre-chrome – pour une photolithographie double face – d'une taille standard de 4 pouces de côté.

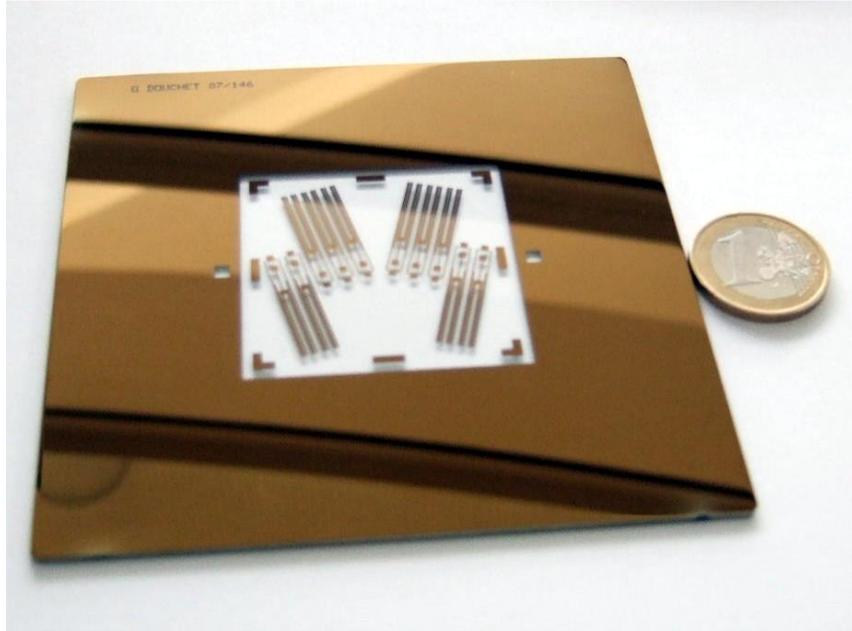


Figure 59 : Masque des électrodes pour les diapasons.

II.3.2.2. Photolithographie double face

Une fois métallisée par évaporation sous vide (une couche d'accroche de chrome de 60 nm d'épaisseur et d'une couche d'or de 350 nm d'épaisseur), la plaque de langasite est soumise à une procédure de photolithographie double face avec une résine photosensible positive (S1813 Shipley).

La plaque est ensuite plongée dans un bain d'attaque chimique spécifique à l'or (etch Au) puis au chrome (etch Cr) pour ne garder la métallisation qu'au niveau des électrodes.

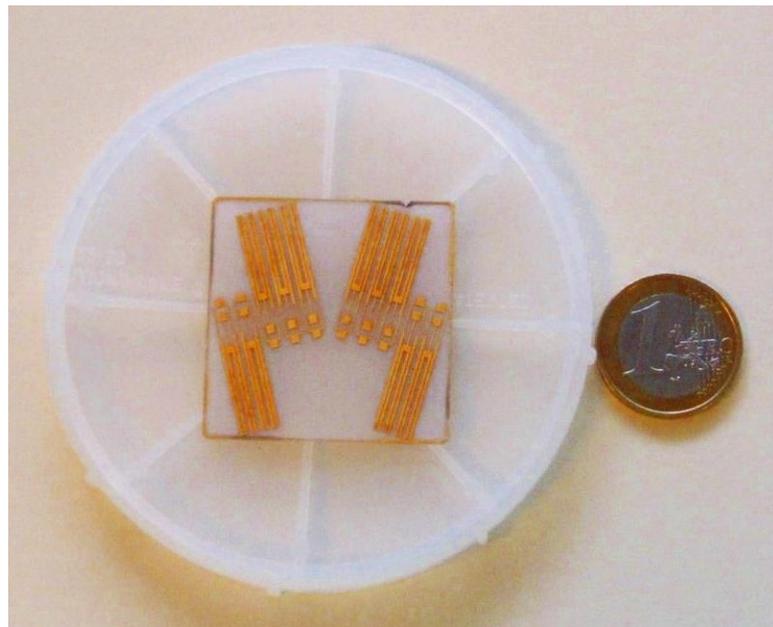


Figure 60 : Echantillon après la photolithographie.

II.3.2.3. Découpe à la scie et collage des fils

Les diapasons sont ensuite détournés à la scie annulaire. L'écartement des bras des diapasons correspond à l'épaisseur du trait de scie qui est égal à 0,6 mm.

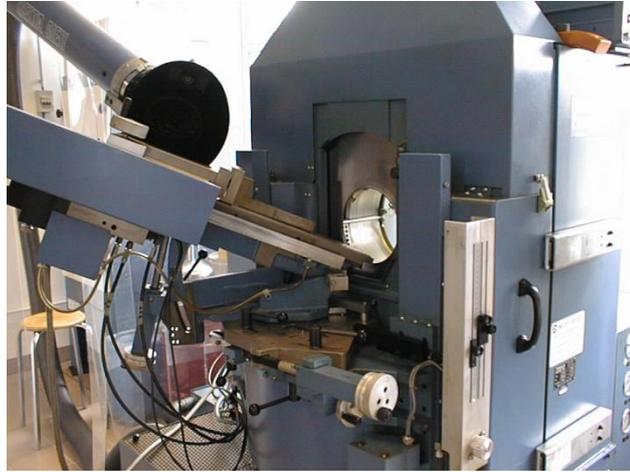


Figure 61 : Scie annulaire.

Enfin, comme pour les barreaux, des fils sont collés avec de la colle d'argent et soudés sur un support en veillant à ce qu'ils soient croisés pour les électrodes du dessus et du dessous.

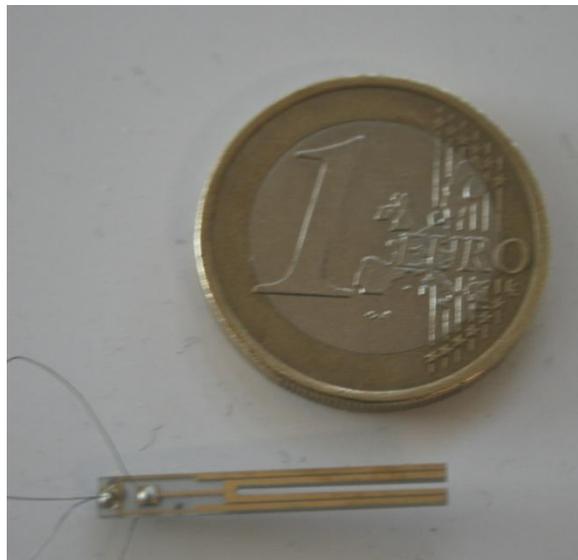


Figure 62 : Diapason découpé sur lequel ont été collés des fils.

II.4. MESURES ELECTRIQUES

On mesure les fréquences propres des barreaux et des diapasons placés dans une étuve à l'aide d'un analyseur de réseau. Les mesures sont faites entre $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ tous les $10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

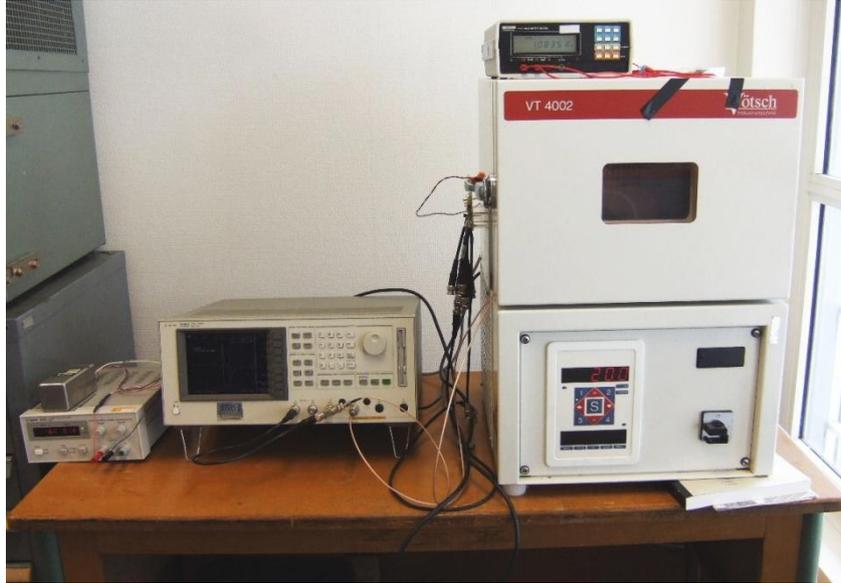


Figure 63 : Dispositif de mesure.

L'analyseur de réseau est un analyseur Agilent E5 100A 1600 points (Figure 64).

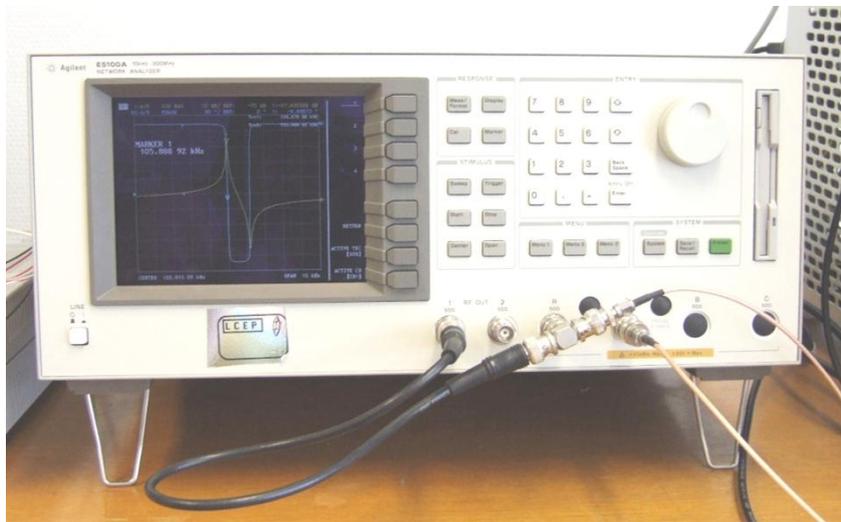


Figure 64 : Analyseur de réseau.

Les résonateurs peuvent être modélisés autour de la résonance par un circuit électrique équivalent [57]. La capacité statique C_0 est en parallèle de C_1 , R_1 et L_1 , la capacité, la résistance et l'inductance motiionnels (Figure 65). L'analyseur de réseau permet de déterminer ces paramètres.

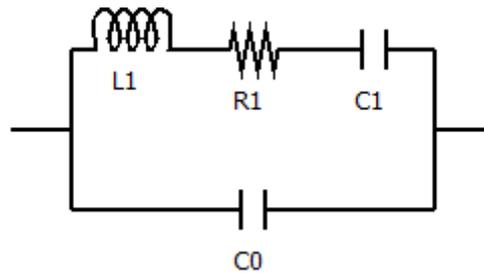


Figure 65 : Circuit électrique équivalent d'un résonateur.

Dans ces conditions, le facteur de qualité à la résonance est calculé à partir des paramètres motionnels selon la formule :

$$Q = \frac{2 \pi f L1}{R1} \quad (33)$$

II.4.1.1. Mode d'extension LGS

Les mesures effectuées sur les barreaux en langasite [58] indiquent qu'il existe bien une orientation θ pour laquelle il y a compensation en température au premier ordre en extension pour la langasite coupe X. Sur la Figure 66 on constate que cet angle devrait être entre $\theta = 0^\circ$ et $\theta = -4^\circ$. Ces résultats ne correspondent pas aux résultats du modèle analytique mais rappelons que celui-ci avait été calculé avec des coefficients dont on n'est pas certain qu'ils s'appliquent au matériau utilisé pour les expériences. De plus, le fait que les CTF du deuxième ordre soient non nuls implique qu'une variation de l'angle de coupe conduira à une variation de la fréquence mesurée. Elle sera d'autant plus importante que le CTF du deuxième ordre est grand.

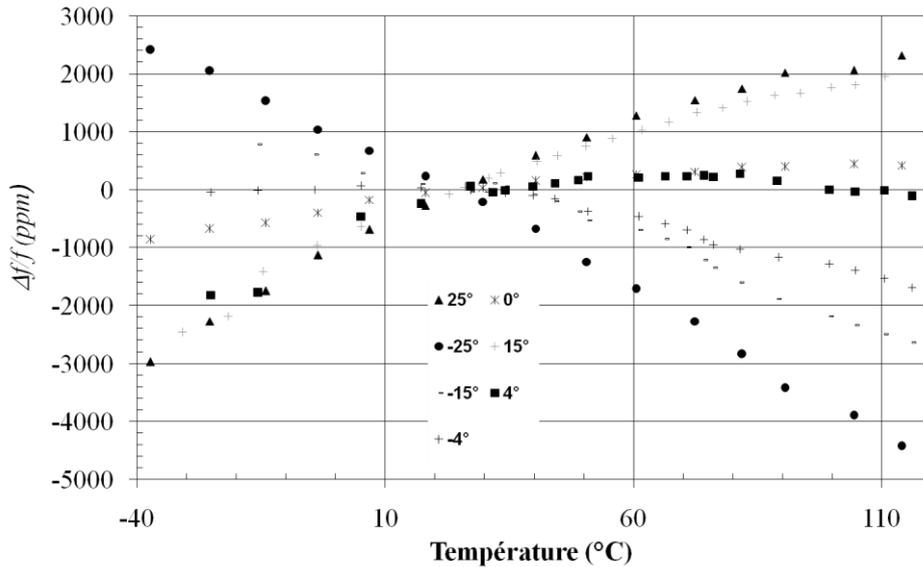


Figure 66 : Variation de fréquence de résonance relative en fonction de la température des barreaux en LGS.

Le Tableau 26 donne une comparaison des mesures effectuées sur des barreaux en langasite pour différentes valeurs de θ . Les fréquences de résonance sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par la théorie. Le coefficient de qualité est de 18 000 à 20 000 à l'air. Il pourrait être augmenté si les barreaux étaient équilibrés (collage des fils net et précisément au milieu de la poutre...).

Tableau 26 : Comparaison des mesures effectuées sur des barreaux en LGS pour différentes valeurs de θ .

	$\theta = -25^\circ$	$\theta = 25^\circ$	$\theta = 0^\circ$	$\theta = 0^\circ$ ($7 \cdot 10^{-6}$ Torr)
Fréquence (Hz)	130 144	100 691	111 427	111 435
R1 (Ω)	2 112	1 300	550	515
L1 (H)	39	16	16	17
C1 (fF)	38	152	127	120
C0 (pF)	1	9	68	60
Q	18 200	18 900	20 500	23 000

II.4.1.2. Mode d'extension LGT

Sur la Figure 67 on constate que l'évolution de la fréquence de vibration en extension est quasi-linéaire entre -10 °C et 60 °C pour les trois coupes. Le changement de signe de la

la pente indique qu'il doit y avoir une coupe compensée en température autour de l'ambiante entre la coupe (XY)0° et la coupe (XYX')-15°.

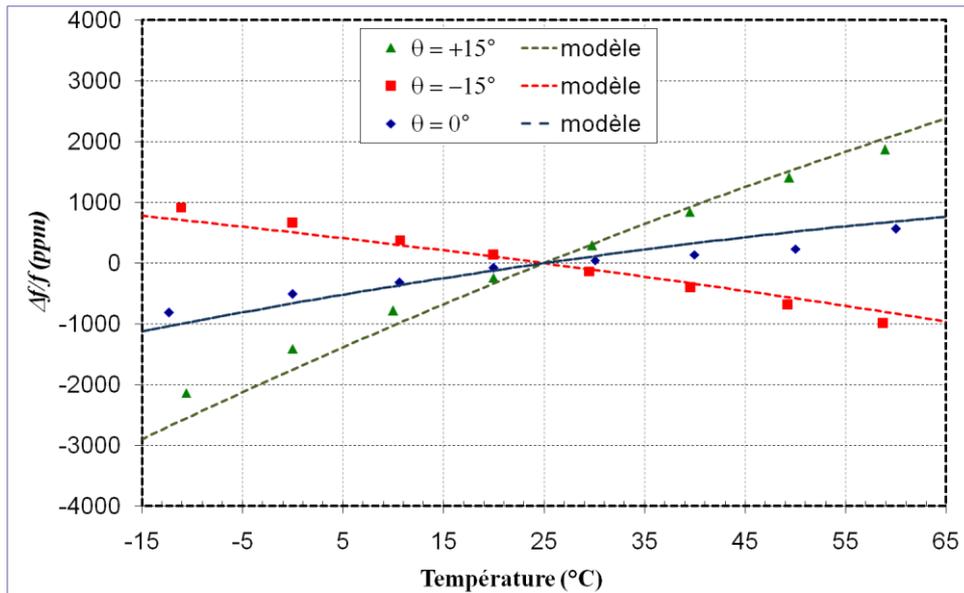


Figure 67 : Variation de fréquence de résonance relative en fonction de la température des barreaux en LGT.

Les fréquences mesurées sont proches des fréquences théoriques (Tableau 27), le modèle est cohérent avec la réalité. Le coefficient de qualité n'est pas très élevé. Cela est dû entre autres, au fait qu'il soit mesuré à l'air et aux conditions de collage des fils. Il est plus faible pour les barreaux en langatate que pour les barreaux en langasite car les faces latérales de ceux-ci avaient été repolies après la découpe à la scie.

Tableau 27 : Comparaison des mesures effectuées sur des barreaux en LGT pour différentes valeurs de θ .

	$\theta = -15^\circ$	$\theta = 0^\circ$	$\theta = 15^\circ$
f_{theo} (Hz)	117 374	105 710	97 367
f_{exp} (Hz)	117 695	105 895	97 627
erreur (%)	0,3	0,18	0,26
R1 (Ω)	1 300	5 449	2 090
L1 (H)	17,7	14,52	17,64
C1 (fF)	103,3	155	150,7
C0 (pF)	5,2	6	4,8
Q (à l'air)	9 412	1 773	5 423

II.4.1.3. Mode de flexion LGS

La Figure 68 donne les mesures de fréquences relatives en fonction de la température des diapasons en langasite pour les deux angles de coupe. Ces courbes indiquent qu'il existe une coupe compensée en température à l'ambiante (25 °C) entre 0 ° et 15 °. La coupe à 0 ° est compensée en température autour de 0 °C.

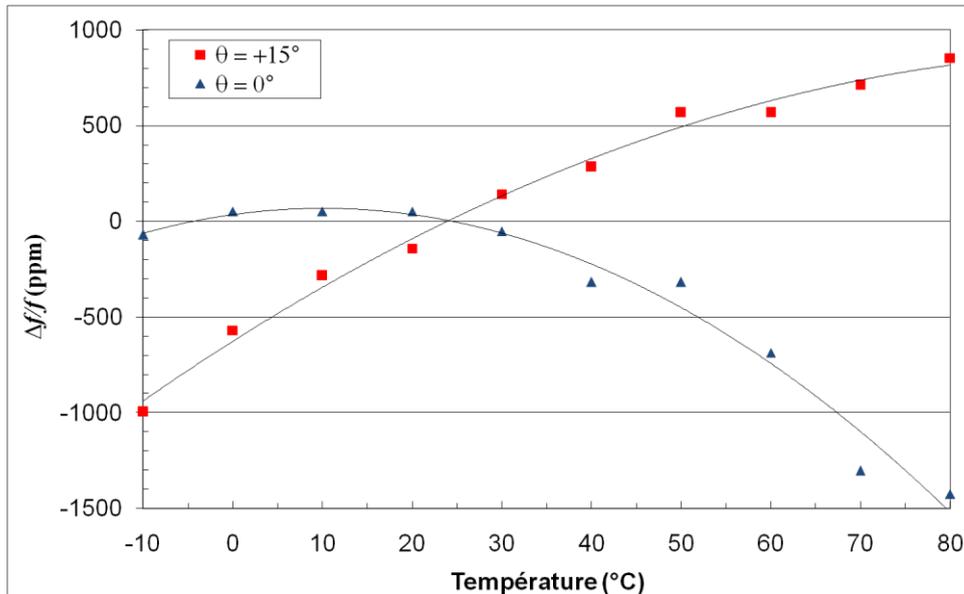


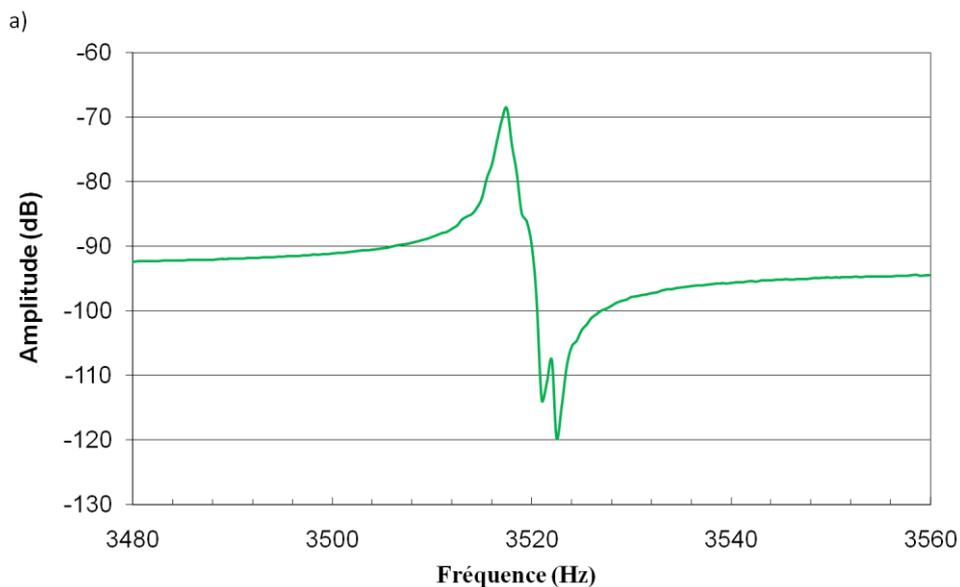
Figure 68 : Fréquence relative en fonction de la température de diapasons en LGS orientés à $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 15^\circ$.

Le Tableau 28 donne les valeurs expérimentales de $T_{cf}^{(1)}$ et $T_{cf}^{(2)}$ et les compare aux valeurs théoriques. Les valeurs obtenues expérimentalement sont très éloignées des valeurs théoriques.

Tableau 28 : Valeurs expérimentales de $T_{cf}^{(1)}$ et $T_{cf}^{(2)}$ pour un diapason en LGS vibrant en flexion et comparaison à la théorie.

Flexion	LGS	
θ (degré)	0	+15
$T_{cf}^{(1)}$ exp. (10^{-6} /°C)	-9,5	22,5
$T_{cf}^{(2)}$ exp. (10^{-9} /°C ²)	-320	-142
$T_{cf}^{(1)}$ théorique (10^{-6} /°C)	15,9	40,7
Erreur exp. vs théorie (%)	160	45
$T_{cf}^{(2)}$ théorique (10^{-9} /°C ²)	-84,8	-107
Erreur exp. vs théorie (%)	280	33

La Figure 69 donne un exemple de l'amplitude et de la phase de la vibration d'un diapason mesurés avec l'analyseur de réseau à 20 °C. Le coefficient de qualité est d'environ 4 500. Il pourrait être amélioré si la longueur et la largeur des bras étaient équilibrées. En effet, pour un diapason, la symétrie des deux bras est très importante pour obtenir un bon coefficient de qualité.



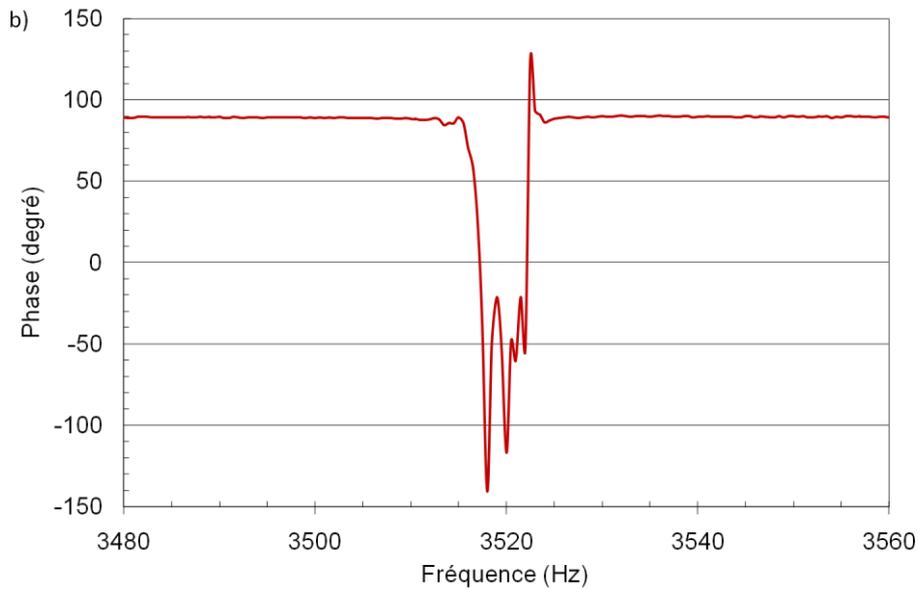


Figure 69 : Amplitude (a) et phase (b) de la vibration en flexion d'un diapason en LGS.

Le Tableau 29 compare les mesures de fréquences à la théorie. L'erreur avec le modèle analytique est d'environ 10 %. L'erreur avec la simulation par éléments finis est moindre.

Tableau 29 : Comparaison des mesures effectuées sur des diapasons en LGS pour différentes valeurs de θ .

θ (degré)	0	+15
f_{Theo} (Hz)	4 269	3 925
f_{EF} (Hz)	3 980	3 680
f_{Exp} (Hz)	4 062	3 517
Erreur <i>Exp vs. Theo</i> (%)	4,9	10,4
Erreur <i>Exp vs. EF</i> (%)	2	4,4

Chapitre III

FABRICATION DE MICRO-DISPOSITIFS

III. FABRICATION DE MICRO-DISPOSITIFS

III.1. *LES APPLICATIONS EN INSTRUMENTATION*

Une fois l'existence des coupes compensées en température démontrée, nous avons pu envisager la réalisation de micro-dispositifs en langasite [63][66][67]. Ces micro-dispositifs pourraient être utilisés comme résonateurs dans deux types d'application :

III.1.1. **La microscopie à force atomique par modulation de fréquence**

La microscopie à force atomique par modulation de fréquence (Frequency Modulation Atomic Force Microscopy ou FM-AFM), utilise un résonateur à poutre vibrant en extension au bout de laquelle une pointe est rapportée. Le principe se base sur les interactions entre l'échantillon et la pointe. Celle-ci balaie la surface à représenter, et l'on agit sur sa hauteur selon un paramètre de rétroaction. Un ordinateur enregistre cette hauteur et peut ainsi reconstituer une image de la surface. Ce type de microscope permet la résolution atomique grâce aux petites oscillations du cantilever qui détectent efficacement les faibles forces de van der Waals. De tels résonateurs ont déjà été fabriqués en quartz (Figure 70) [68][69][70]. Dans cette expérience, un système STM/AFM à vide poussé est utilisé et modifié de telle sorte que les deux électrodes du résonateur soient connectées à l'extérieur de l'enceinte sous vide. La position de la pointe peut être stabilisée dans un régime de force répulsive quand la force d'attraction devient plus petite que la valeur définie par le contrôleur de la boucle de rétroaction.

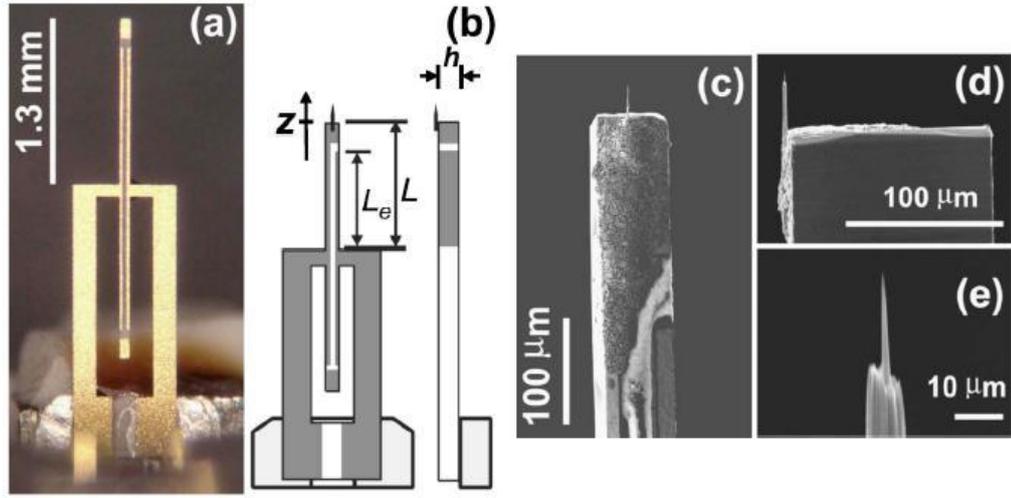


Figure 70 : (a) Résonateur en quartz utilisé pour la microscopie à force atomique par modulation de fréquence. (b) La poutre centrale oscille selon la direction Z, symétriquement au point d'attache. (c) Image MEB de l'extrémité de la poutre avec pointe en tungstène. (d) Vue latérale de l'extrémité de la poutre. (e) Pointe en tungstène usinée par sonde ionique focalisée.

A partir de l'étude analytique du fonctionnement du microscope faite dans [68], nous avons démontré que l'usage de la langasite devrait permettre d'obtenir une meilleure sensibilité du courant S_c au déplacement du microscope. S_c est donnée par l'équation (34).

$$S_c = 4 \pi f E d_{12} t \left(1 - \cos \frac{L_e \pi}{2L} \right) \quad (34)$$

f est la fréquence de résonance du dispositif, E le module d'Young dans la direction de la poutre, d_{12} le coefficient piézoélectrique, t l'épaisseur de la poutre, L sa demi-longueur et L_e la demi-longueur de l'électrode.

S_c est calculée à partir de la charge q induite sur un côté des électrodes. $y(\tau)$ est le déplacement en fonction du temps de l'extrémité de la poutre dont l'amplitude est A_0 . $\epsilon(\tau)$ et $\sigma(\tau)$ représentent déformée et contrainte, respectivement.

$$S_c = (dq/d\tau)/y \quad (35)$$

$$q(\tau) = 2t \int_0^{l_e} \sigma(\tau) d_{12} dl = 2E d_{12} t \left(1 - \cos \frac{l_e \pi}{2L} \right) y(\tau) \quad (36)$$

$$\sigma(\tau) = \epsilon(\tau) E \quad (37)$$

$$\epsilon(\tau) = \frac{\pi A_0}{2L} \sin \frac{l\pi}{2L} \sin 2\pi f \tau = \frac{\pi}{2L} y \sin \frac{l\pi}{2L} \quad (38)$$

$$y(\tau) = A_0 \sin 2\pi f \tau \quad (39)$$

La fréquence de résonance théorique a été calculée avec le modèle analytique (f_{MA} , cf. chapitre 2) et simulée par éléments finis avec le logiciel ANSYS (f_{EF}) selon les angles de rotation des coupes compensées en température du quartz, de la LGS, de la LGT et du GaPO₄ (Tableau 30).

Tableau 30 : Comparaison des sensibilités du quartz, de la LGS, de la LGT et du GaPO₄.

Dimensions du résonateur 2,76 mm×70 μm×130 μm	Quartz		LGS		GaPO ₄		LGT	
	θ [degrés]	5	0	-7,1	61,9	-8	-52,6	-7,3
E [10^{10} N/m ²]	8,4	7,83	12,67	14	5,88	9,15	12,15	15,4
d_{12} [10^{-12} C/N]	2,23	2,31	5,54	3,84	4,67	2,58	5,76	2,67
f_{MA} (Hz)	1 018 676	984 987	851 130	895 777	735 344	917 084	806 835	907 733
f_{EF} (Hz)	1 035 165	1 000 640	869 939	911 337	752 672	931 205	825 260	919 789
$(f_{EF} - f_{MA})/f_{EF}$ [%]	1,6	1,6	2,2	1,7	2,3	1,5	2,2	1,3
S_c [nA/nm]	227	212	705	568	238	255	666	440

Il apparaît que la LGS avec un angle de rotation $\theta = -7,1^\circ$ est non seulement compensée en température mais en plus devrait permettre d'obtenir une sensibilité S_c bien supérieure à celle d'un résonateur en quartz en élongation en application FM-AFM.

III.1.2. La microscopie acoustique à pointe vibrante

Le microscope champ proche à pointe vibrante ou microscope acoustique à pointe vibrante (SMM : Scanning Microdeformation Microscopy en anglais) [71] fait partie des microscopes à sonde locale. Il utilise une pointe vibrant en basse fréquence, en contact avec l'échantillon à tester, qui engendre des microdéformations à la surface et dans le volume de celui-ci. Les contraintes mécaniques sont détectées sur la face opposée avec un transducteur piézoélectrique dans le cas du fonctionnement en transmission (Figure 71) [72]. Le mode de fonctionnement en réflexion utilise la même face de l'échantillon pour l'excitation et la détection [73][74]. La pointe, associée à une poutre et un transducteur piézoélectrique, est

utilisée en tant que résonateur dans un oscillateur. La variation de fréquence de cet oscillateur renseigne sur le couplage pointe-échantillon.

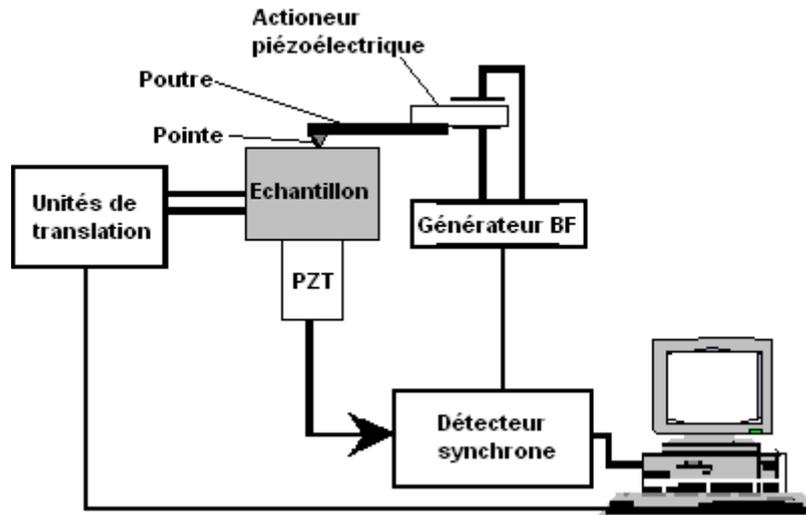


Figure 71 : Principe du microscope champ proche à pointe vibrante.

Les micro-leviers utilisés jusqu'à présent sont des dispositifs hybrides, assemblages d'un transducteur piézoélectrique et d'un levier en silicium, sur lesquels une pointe est rapportée (Figure 72). Il serait donc intéressant de pouvoir usiner des micro-leviers monoblocs en langasite et d'en exploiter ses propriétés piézoélectriques.

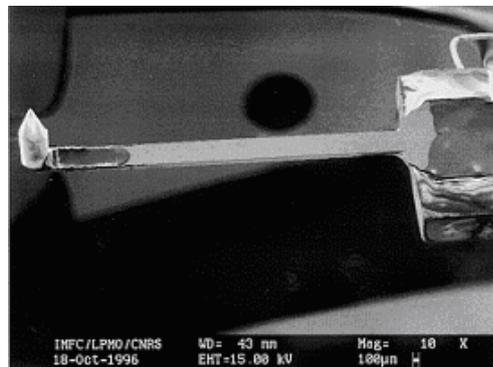


Figure 72 : Micro-levier hybride utilisé en microscopie champ proche.

Les dimensions typiques des micro-leviers utilisés jusqu'à présent sont une longueur de 6,5 mm, une largeur de 350 μm et une épaisseur de 150 μm . Le rayon de courbure de l'extrémité des pointes rapportées est entre 0,5 et 50 μm .

III.2. METHODES D'USINAGE

Nous avons considéré plusieurs techniques d'usinage pour la fabrication de nos micro-dispositifs.

III.2.1. L'usinage mécanique

La découpe à la scie ne convenait pas dû à la petite taille des dispositifs à réaliser et à la nécessité de pouvoir percer des trous. En outre, cette méthode d'usinage ne permet pas l'usinage collectif.

III.2.2. Les ultra-sons

L'usinage par ultra-sons a déjà été utilisé pour des matériaux comme le GaPO_4 (Figure 73 [55]). Cette méthode a été rejetée à cause des effets de bord (écaillage) et d'un risque de décollement des électrodes. De plus, cette méthode est peu adaptée à l'usinage collectif.

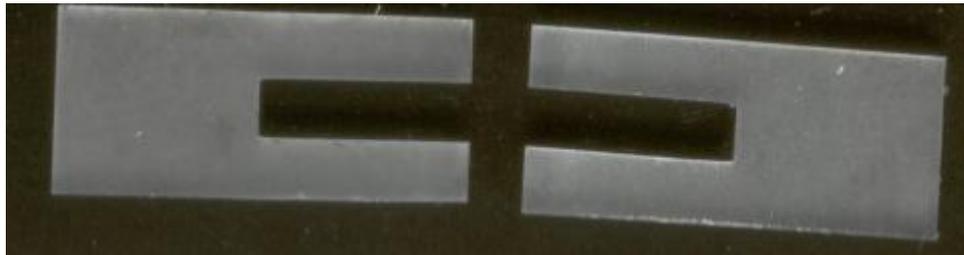


Figure 73 : Diapasons en GaPO_4 usinés par ultra-sons dans une coupe Z.

III.2.3. La DRIE (Gravure Ionique Réactive Profonde)

La gravure ionique réactive profonde (en anglais Deep Reactive Ion Etching DRIE) est un procédé de gravure ionique réactive fortement développé pour les microsystèmes électromécaniques (MEMS). Il permet d'obtenir des trous et des tranchées profondes dans des wafers avec un haut facteur de forme.

Ce procédé d'usinage requiert la croissance à la surface du substrat d'un masque de nickel électrolytique sur une couche d'accroche en chrome, qui définit la forme des motifs à usiner. Or ce masque est usiné en même temps que le substrat ; son épaisseur dépend donc de la profondeur à usiner ainsi que des vitesses d'usinage du matériau servant de masque et du matériau à usiner.

Nous avons mené des essais qui ont montré que la vitesse d'usinage par DRIE de la LGS coupe X est de $3,15 \mu\text{m/h}$ ($3,3 \mu\text{m/h}$ pour la LGT). Il faudrait donc environ 80 heures (ou 40 heures en double face) pour percer une plaque de $250 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Cette vitesse lente est due au fait qu'il n'y a pas de réaction chimique ; la gravure se fait uniquement par attaque mécanique de l'argon (bombardement des ions). L'attaque du matériau se fait donc à la même vitesse que celle du masque de nickel. Il faudrait donc faire croître un masque de nickel aussi épais que la profondeur d'usinage voulue, ce qui dans les faits n'est pas réalisable (problème entre autres de casse du substrat très fragile, lié aux contraintes engendrées).

Nous avons également effectué des essais avec du GaPO_4 coupe X. Lors du premier essai, la vitesse de gravure était de $15 \mu\text{m/h}$, pour une profondeur de $28 \mu\text{m}$ et une verticalité des flancs de 75° (Figure 74). La sélectivité de gravure vis-à-vis du nickel électrolytique était de 14:1 c'est-à-dire que l'on grave 14 fois plus vite le GaPO_4 que le nickel. Lors d'un second essai de gravure, avec un masque en nickel électrolytique de $9 \mu\text{m}$, on a gravé $117 \mu\text{m}$ en 385 min de gravure et le masque en Ni est presque totalement parti. Cela correspond à une vitesse de gravure de $18 \mu\text{m/h}$ et une sélectivité d'environ 13:1.

La profondeur de gravure est limitée par l'épaisseur du masque en nickel qu'il est possible de faire croître à la surface de l'échantillon. L'épaisseur du masque est elle-même limitée par l'épaisseur du moule en résine que l'on peut créer à la surface du substrat qui dépend des dimensions de celui-ci. Ici, pour un échantillon de taille standard de 20 mm selon Y par 16 mm selon Z, on a pu faire croître un moule dont l'épaisseur maximum est de $10 \mu\text{m}$.

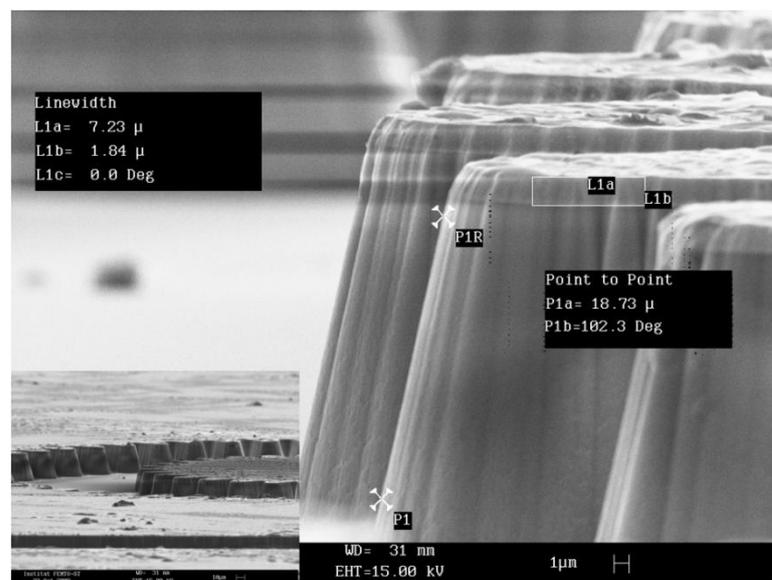


Figure 74 : GaPO_4 usiné par DRIE.

Le quartz se grave à des vitesses entre 30 et 45 $\mu\text{m}/\text{h}$ selon le profil de flancs souhaités et la coupe [75]. Le quartz est usinable par DRIE et il serait possible d'usiner du GaPO_4 à condition de disposer d'échantillons plus grands. La DRIE n'est pas une méthode d'usinage appropriée pour la LGS et la LGT coupe X.

III.2.4. L'usinage chimique

L'attaque chimique anisotrope présente certains avantages par rapport aux autres méthodes d'usinage :

- La reproductibilité des résultats.
- Le faible coût engendré par l'usinage collectif.
- C'est un procédé non-traumatique qui n'engendre pas de contraintes dans le matériau.

C'est la méthode qui a été retenue pour la suite des travaux.

III.3. PRESENTATION DES RESONATEURS A POUTRES EN ELONGATION ET POUTRES EN FLEXION

III.3.1. Résonateurs en langasite : vibration en élongation libre-libre

Ce type de résonateur a à chaque fois été conçu en deux tailles. L'un avec des dimensions similaires aux résonateurs en quartz existants du même type dont la poutre mesure 2,76 mm de long, 70 μm de large et 130 μm d'épaisseur [68] et l'autre avec des dimensions deux fois plus grandes, pour pouvoir être manipulés plus facilement.

Chaque résonateur est constitué d'une poutre de section rectangulaire reliée en son milieu à la base du dispositif par deux bras (Figure 75). Les poutres vibrent en extension avec une vibration du type libre-libre.

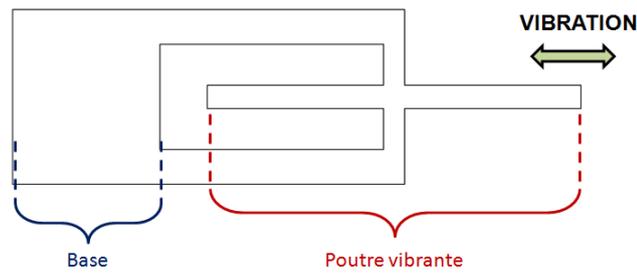


Figure 75 : Forme des résonateurs vibrant en extension.

Pour des raisons de simplicité, les dispositifs initiaux n'avaient pas d'électrodes spécifiques : la totalité des faces inférieures et supérieures était métallisée. Par la suite la conception des électrodes a été améliorée afin d'exciter principalement la poutre et non l'ensemble du dispositif.

III.3.2. Résonateurs en langasite : vibration en flexion dans le plan encastré-libre

La structure de ces résonateurs est en deux parties : une base rectangulaire dans laquelle est encastrée une poutre de section rectangulaire (Figure 76). Cette dernière vibre en flexion dans le plan et a une longueur de 4 à 5 mm et une largeur d'environ 400 μm .

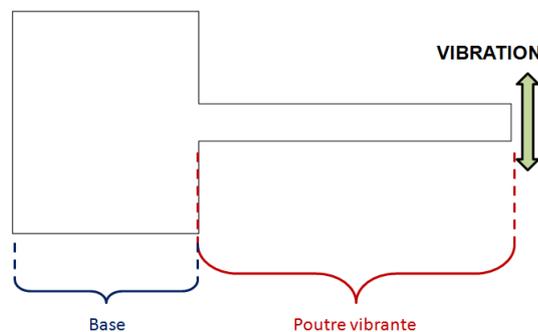


Figure 76 : Forme des résonateurs vibrant en flexion.

Les premiers dispositifs étaient entièrement métallisés sur leurs faces supérieures et inférieures ce qui posait un problème car pour vibrer deux électrodes dont les branchements sont croisés sont nécessaires de chaque côté de la poutre. Une conception ultérieure a pris en compte ce problème.

Pour des raisons pratiques les bases de tous les résonateurs de cette dernière version ont les mêmes dimensions et le même positionnement des plots de raccordement des fils.

III.4. PROCÉDE DE MICRO-FABRICATION PAR USINAGE

CHIMIQUE

Compte tenu de leur bien plus petite taille et de leur forme, les résonateurs à poutres en élévation et en poutres en flexion ne pouvaient pas être réalisés par une découpe à la scie. Nous avons donc envisagé de les fabriquer par un procédé collectif en salle blanche : l'usinage chimique anisotrope.

III.4.1. Choix du bain d'attaque et dispositif expérimental

Différents bains d'attaque ont déjà été testés pour usiner la langasite comme l'acide orthophosphorique (H_3PO_4), l'acide sulfurique (H_2SO_4) et l'acide chlorhydrique (HCl) [49].

Le bain utilisé est un bain d'acide chlorhydrique HCl (37 %) : H_2O en concentrations 2 : 1. C'est un bain d'attaque anisotrope. Il a pour intérêt d'avoir de bons taux d'usinage et de ne pas former de film à la surface de l'échantillon. Les usinages se font toujours dans un bain-marie maintenu à $60\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$. Le chauffage permet d'accélérer l'usinage selon la loi d'Arrhenius. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure 77. Les billes de polypropylène servent à limiter l'évaporation du bain d'eau et donc à en stabiliser sa température. Le bécher contenant la solution d'attaque est couvert pour maintenir sa concentration constante.

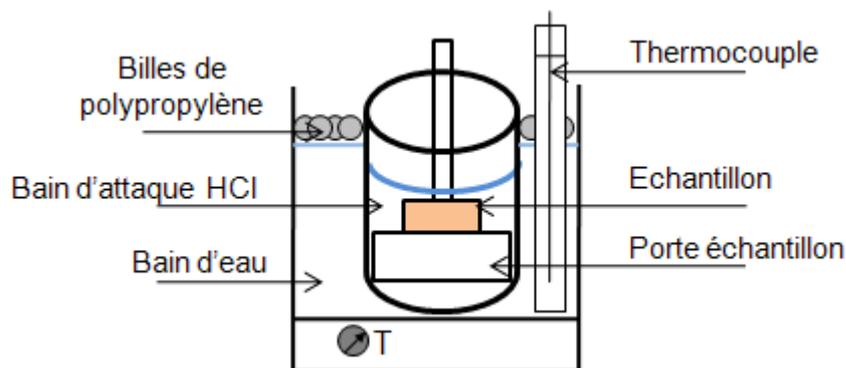


Figure 77 : Dispositif expérimental pour l'usinage chimique des plaques de langasite.

La Figure 78 compare les taux de dissolution à $60\text{ }^\circ\text{C}$ des coupes X, Y et Z de la langasite pour différentes solutions acides inorganiques.

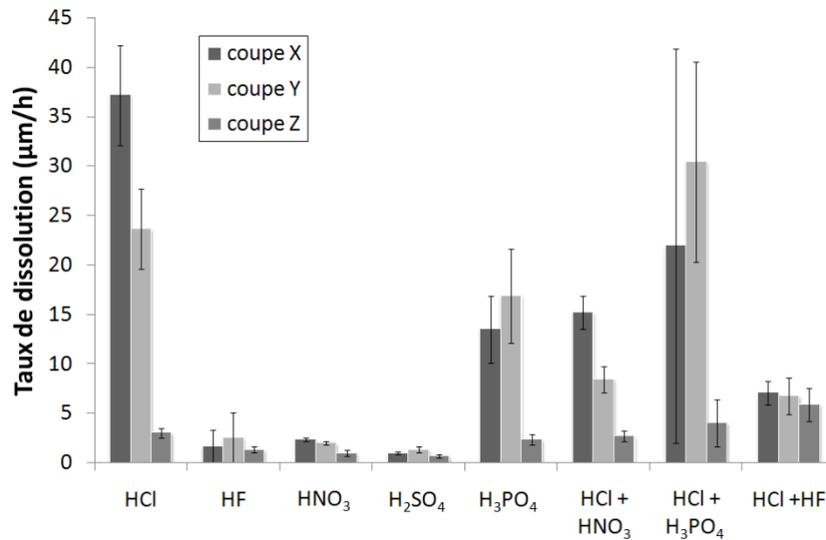


Figure 78 : Taux de dissolution à 60 °C des coupes X, Y et Z de la langasite pour différentes solutions acides inorganiques (d’après [49]).

Les solutions HF, HNO₃ et H₂SO₄ sont des bains d’attaque lents. HF, HNO₃, H₂SO₄ et (HCl + HF) sont peu anisotropes. Pour les solutions HCl, HNO₃, (HCl + HNO₃) et (HCl + HF), le taux de dissolution de la coupe X (V_X) est supérieur à celui de la coupe Y (V_Y), lui-même supérieur à celui de la coupe Z (V_Z). Dans le cas des solutions HF, H₃PO₄, H₂SO₄ et (HCl + H₃PO₄), on a $V_Y > V_X > V_Z$. Pour toutes les solutions d’attaque, la vitesse d’usinage de la coupe Z est la plus faible contrairement au quartz pour lequel V_Z est la plus grande vitesse de dissolution quel que soit le bain [76]. Ceci justifie le grand nombre de dispositifs en quartz gravés en coupe Z [77][78][79][80].

Avec les solutions HF, H₃PO₄ et H₂SO₄, il y a apparition d’un film à la surface de l’échantillon [50][49].

Nos critères de choix de la solution étaient une attaque rapide, anisotrope avec V_X supérieure à V_Y et V_Z car nous voulons percer une plaque coupe X dans l’épaisseur. La solution HCl répond à tous ces critères. Cette solution donne des surfaces plus rugueuses que (HCl + HNO₃) mais cela importe peu car nous souhaitons percer notre échantillon. Nous avons donc choisi la solution HCl (2 HCl : H₂O). Ses vitesses de dissolution à 60 °C sont les suivantes [50] :

$$\begin{cases} V_X = 17 \mu\text{m}/\text{h} \\ V_Y = 12 \mu\text{m}/\text{h} \\ V_Z = 3,7 \mu\text{m}/\text{h} \end{cases}$$

III.4.2. Conception des masques

Comme pour les diapasons, il a fallu prendre en compte les orientations des dispositifs et la taille des plaques disponibles (toujours 38 mm par 38 mm) pour la création des masques.

Outre ces contraintes, nous avons du également prendre en compte la sous-gravure inhérente à l'usinage chimique. La sous-gravure dépend du temps d'usinage qui lui-même dépend de l'épaisseur à usiner. L'usinage chimique étant anisotrope, cette sous-gravure n'est pas la même selon les directions considérées. Il faut donc modifier les dimensions des masques en fonction de la sous-gravure prévue pour une épaisseur de plaque donnée.

Une série de paires de masques successives a été conçue. Les deux masques de chaque paire sont symétriques l'un de l'autre afin de pouvoir aligner les motifs lors de la photolithographie double face. Les masques ont été conçus à l'aide des logiciels Cadence [81] ou LayoutEditor [82].

III.4.2.1. Phénomène de sous-gravure

Le masquage des échantillons lors de la photolithographie permet de définir la forme des motifs à usiner. Comme nous l'avons dit précédemment, lors de l'attaque chimique, il se produit un phénomène de sous-gravure qui dépend de l'orientation du matériau car l'attaque est anisotrope. La vitesse d'usinage est différente selon les orientations X, Y et Z, il faut donc en tenir compte lors de la conception des masques.

Nous observons plusieurs types de sous-gravure :

1/ La sous-gravure latérale U_L qui est la distance dont le bord du sillon rectiligne se déplace par rapport à sa position initiale sur le masque au cours de l'usinage (Figure 79). Le profil de sous-gravure est obtenu par la forme de la section droite de l'usinage. Nous pouvons obtenir des zones incurvées ou des facettes planes limites. Ce sont les plans de plus faible vitesse situés sous le masque qui déterminent la sous-gravure latérale.

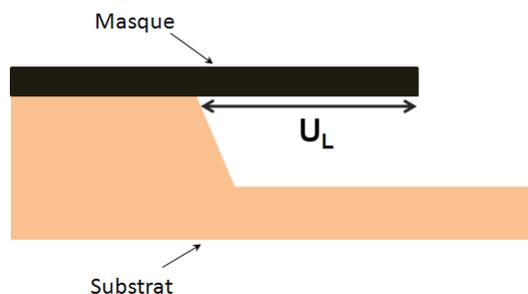


Figure 79 : Sous-gravure latérale.

2/ La sous-gravure qui apparaît dans les coins concaves (Figure 80). Les plans avec des minima de vitesse de dissolution intervenant dans ces secteurs angulaires régissent la formation des facettes limites.

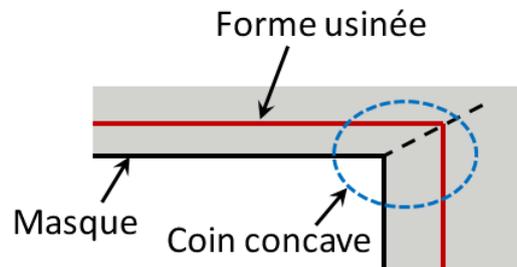


Figure 80 : Sous-gravure en coin concave.

3/ La sous gravure en coin convexe qui intervient lors de l'attaque d'un coin convexe (Figure 81). Les facettes qui se développent au cours de la sous-gravure sont corrélées à la fois à des plans à faible vitesse de dissolution et des plans avec à une forte vitesse d'attaque.

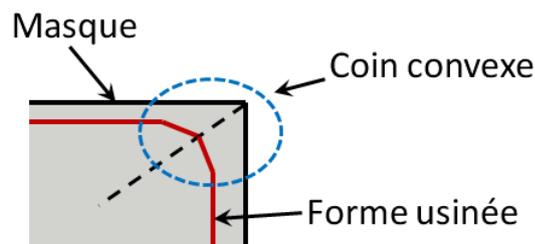


Figure 81 : Sous-gravure en coin convexe.

Ces trois types de sous-gravure apparaissent lors de l'usinage de nos dispositifs comme le montrent la Figure 82 et la Figure 83.

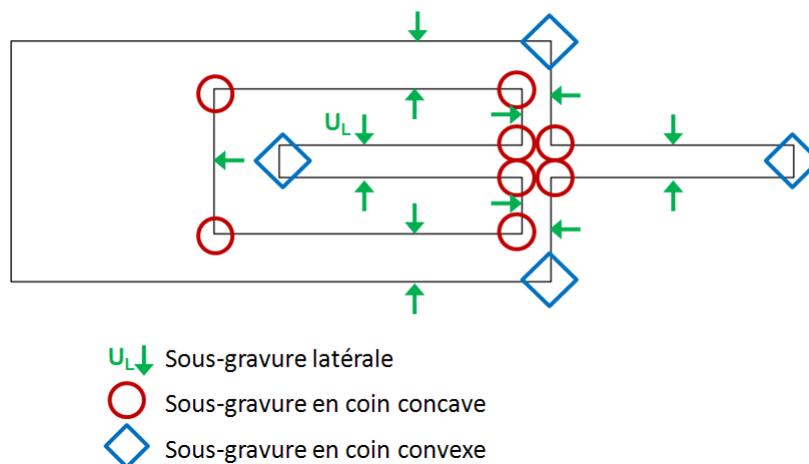


Figure 82 : Zones de sous-gravure latérale, en coin concave et en coin convexe (résonateur en extension).

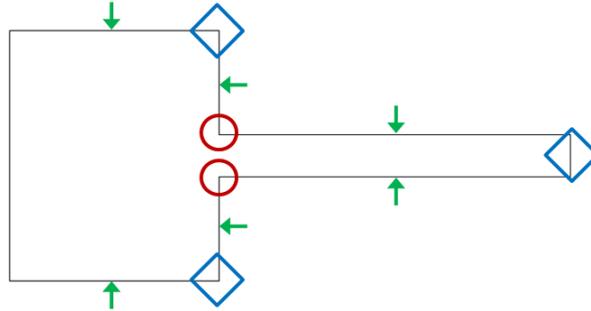


Figure 83 : Zones de sous-gravure latérale, en coin concave et en coin convexe (résonateurs en flexion).

En ce qui concerne la sous-gravure latérale, certains de nos dispositifs sont orientés selon la direction Y' du repère tourné d'un angle θ autour de X par rapport au repère cristallographique. Les taux de dissolution ne seront donc pas les mêmes pour tous les dispositifs selon la valeur de θ . Il est donc important de connaître la vitesse de dissolution des coupes qui sont orthogonales à Y' et orthogonales à Z' pour connaître la sous-gravure des barreaux.

Les coupes Y' présentées sur la Figure 84 sont les coupes contenant l'axe X et ayant pour normale l'axe Y' . La coupe Y est la coupe particulière pour laquelle $\theta = 0^\circ$. La coupe Z est celle pour laquelle $\theta = \pm 90^\circ$.

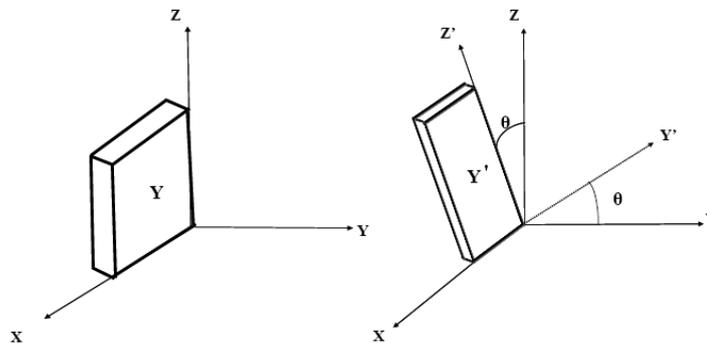


Figure 84 : Coupe Y ($\theta = 0^\circ$) et coupe Y' (rotation de la coupe Y de l'angle θ autour de l'axe X).

La Figure 85 donne la variation de la vitesse d'usinage de la coupe Y' en fonction de l'angle θ . La coupe Y et la coupe Z correspondent, comme nous l'avons déjà dit, à des minima de la vitesse d'usinage.

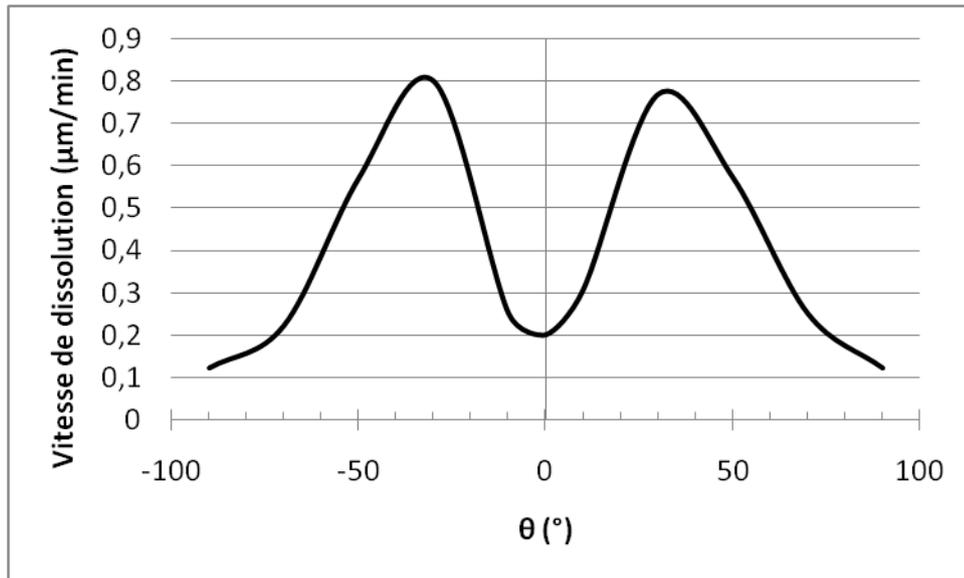


Figure 85 : Variation de la vitesse d'usinage à 60 °C en fonction de l'angle θ , donc dans le plan de la coupe X (d'après [50]).

Les plans susceptibles d'apparaître lors de la sous-gravure latérale sont les plans de la Figure 84 (b) avec une rotation autour de l'axe Z'.

III.4.2.2. Première version

La première version (V1) des masques était destinée à des plaques de 500 mm d'épaisseur et prenait donc en compte la sous-gravure estimée correspondante. Le masque version V1 est présenté sur la Figure 86.

Une photolithographie double face était alors réalisée sur les plaques sur lesquelles avaient été déposé du chrome, de l'or et du SiO_2 . Le SiO_2 , résistant à l'attaque par l'acide chlorhydrique, permet à la fois de protéger les électrodes et de définir la forme usinée.

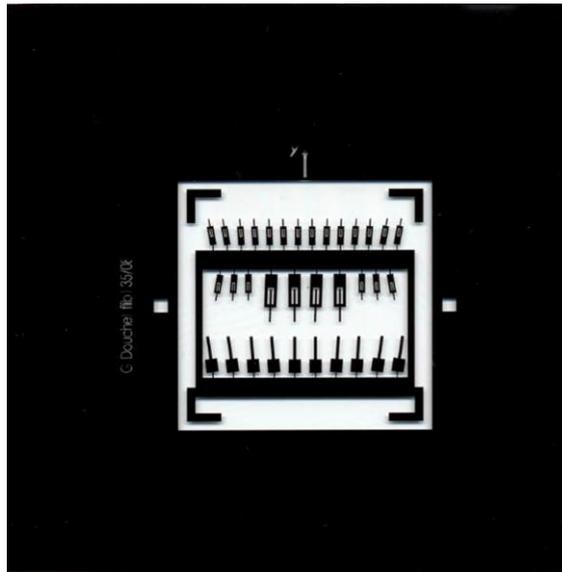


Figure 86 : Masque version V1.

III.4.2.3. Deuxième version

La deuxième version (V2) présentée sur la Figure 87 est une version améliorée de la première. Les différences majeures avec la précédente sont : 1) les modifications des dimensions du masque de gravure dues à l'amincissement des plaques ; 2) l'ajout de cadres entourant les poutres pour symétriser l'usinage des deux branches (Figure 88). En effet, il avait été constaté après les premiers usinages que la moitié de la poutre orientée vers la base (à gauche sur la Figure 89), soit à l'intérieur du trou à percer, était plus régulière que celle orientée vers l'extérieur (à droite), plus longtemps en contact avec le bain d'attaque. Les points d'attache de ces cadres sont conçus de telle sorte qu'ils se détachent d'eux-mêmes après usinage ou soient facile à détacher.

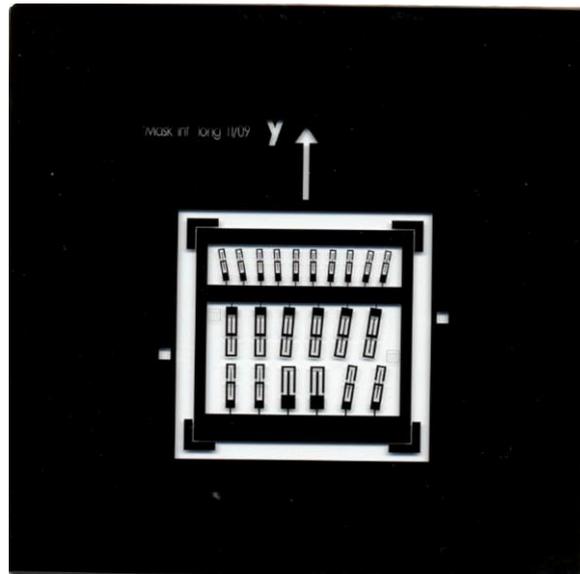


Figure 87 : Masque version V2.

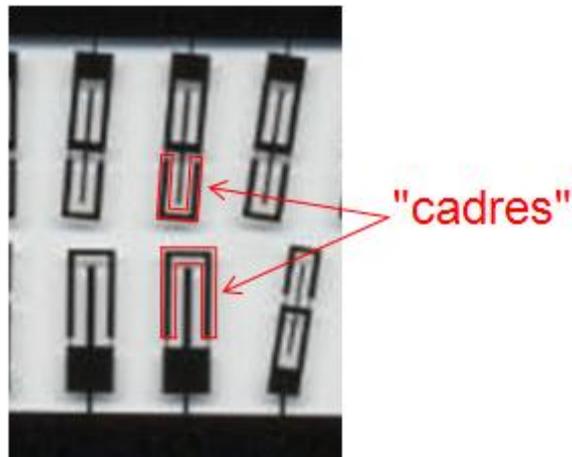


Figure 88 : Cadres destinés à équilibrer l'usinage des poutres.

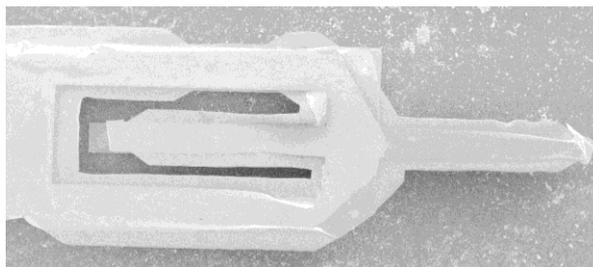


Figure 89 : Dissymétrie entre les deux moitiés de la poutre.

III.4.2.4. Troisième version

La troisième version (V3) consistait en deux paires de masques. La première pour définir les électrodes (Figure 90) et la seconde pour les dispositifs eux-mêmes (Figure 91).

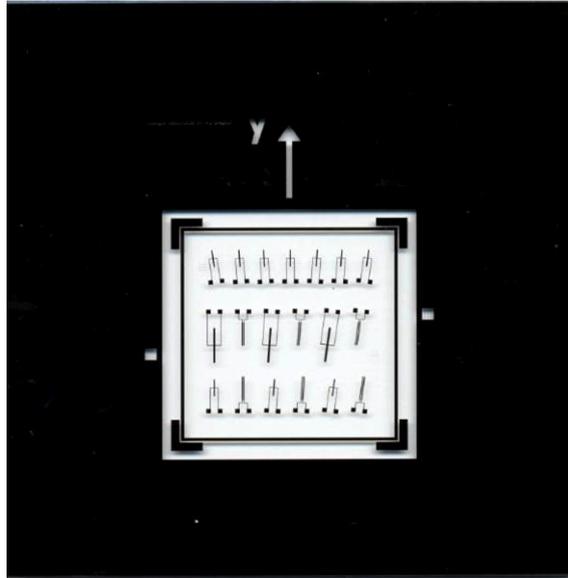


Figure 90 : Masque version V3 pour les électrodes.

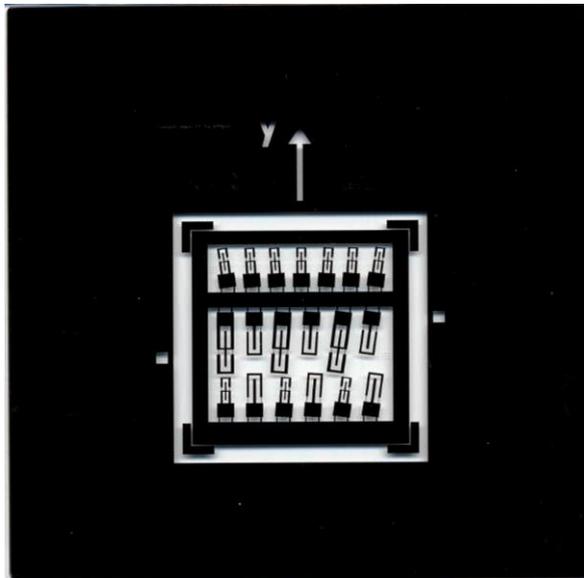


Figure 91 : Masque version V3 pour les dispositifs.

Les dimensions utilisées pour la troisième version des masques (Figure 92, Figure 93 et Figure 94) découlent de l'observation des dispositifs obtenus avec les deux premières versions et de la correction de certains défauts (difficulté pour percer les trous autour des poutres, équilibrage des deux parties des poutres destinées à vibrer en extension, poutres trop fines avec la deuxième version...).

Les niveaux de la conception des masques avec Layout Editor sont visibles dans l'Annexe C.

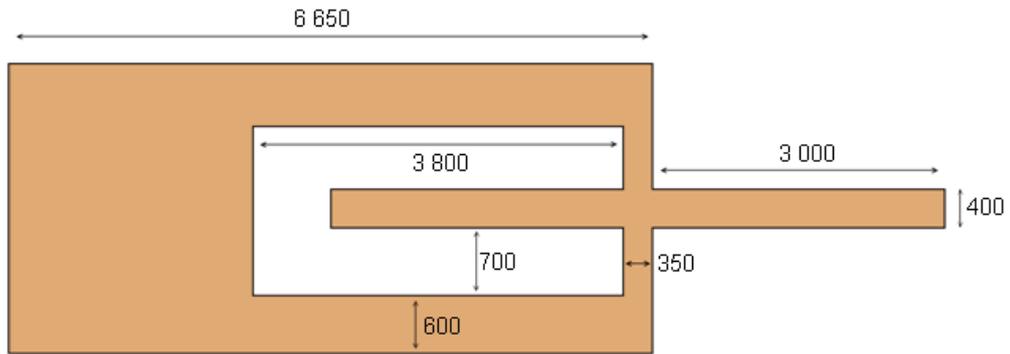


Figure 92 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le grand résonateur fonctionnant en extension (en μm).

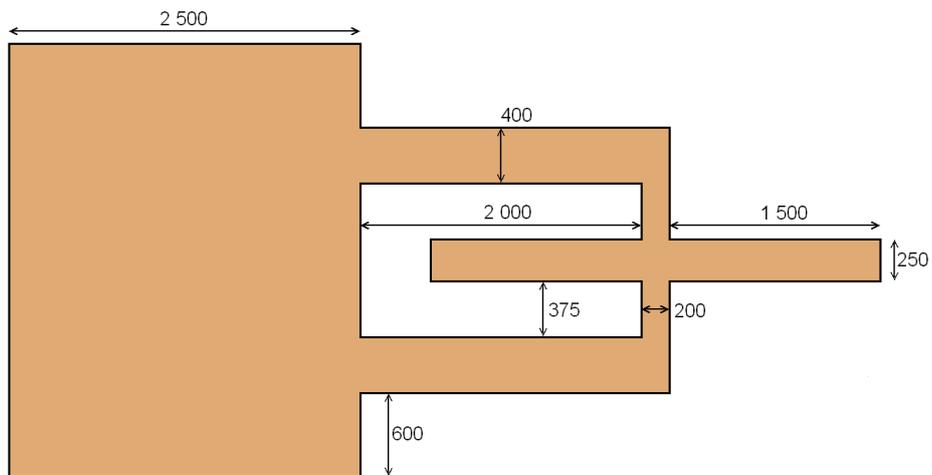


Figure 93 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le petit résonateur fonctionnant en extension (en μm).

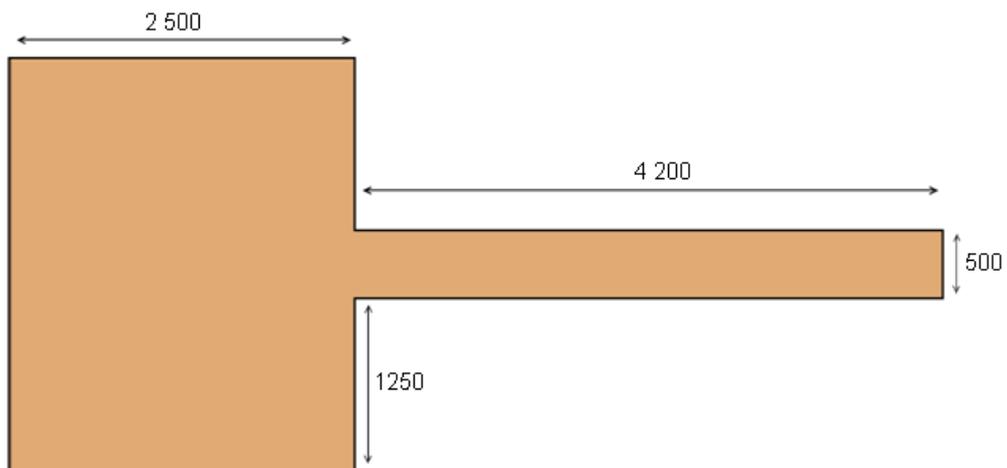


Figure 94 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le résonateur fonctionnant en flexion dans le plan (en μm).

La Figure 95 indique le positionnement des électrodes à la surface d'un grand résonateur destiné à vibrer en extension. La partie de l'électrode située sur la poutre fait $360 \mu\text{m}$ de large et $6150 \mu\text{m}$ de long, les plots de connexion sont des carrés de $800 \mu\text{m}$ par

800 μm et les « fils » reliant les deux font 100 μm de large. Les petits résonateurs du même type ont une électrode sur la poutre de 220 μm de large pour 3000 μm de long. Le reste a les mêmes dimensions que pour un grand résonateur. La Figure 97 (a) montre la vue en coupe du positionnement relatif des électrodes sur la section droite de la poutre.

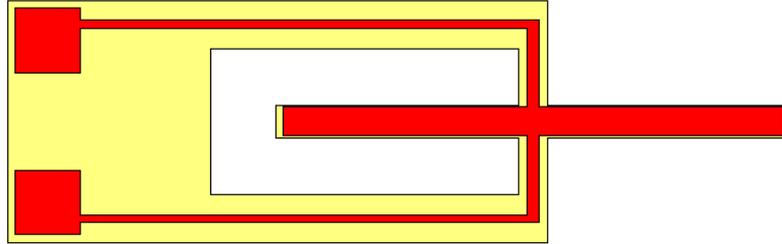


Figure 95 : Positionnement des électrodes sur un résonateur fonctionnant en extension.

La Figure 96 indique la configuration des électrodes pour un résonateur fonctionnant en flexion dans le plan. Les parties des électrodes situées sur la poutre font 4150 μm de long et 190 μm de large. L'écartement des électrodes est de 100 μm . La Figure 97 (b) montre la vue en coupe du positionnement relatif des électrodes sur la section droite de la poutre.

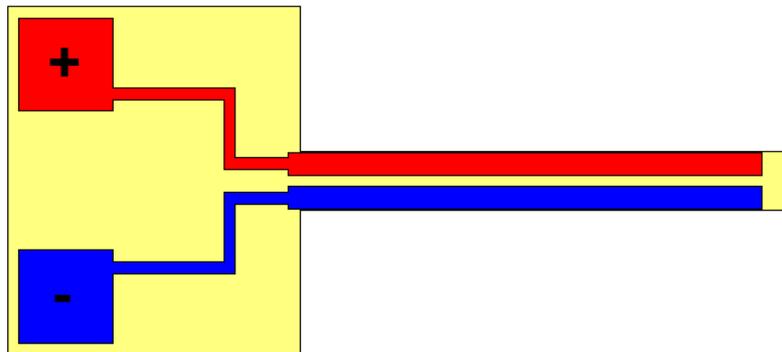


Figure 96 : Positionnement des électrodes sur un résonateur fonctionnant en flexion.

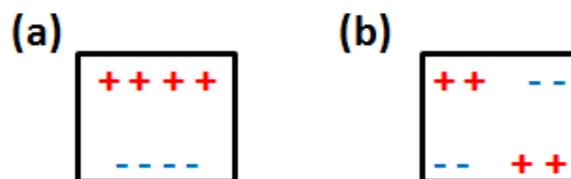


Figure 97 : Vue en coupe du positionnement relatif des électrodes sur la section droite de la poutre (a) pour l'extension (b) pour la flexion dans le plan.

III.4.3. Préparation des surfaces

III.4.3.1. Préparation mécanique

Nous disposons de lames de langasite achetées au fournisseur Fomos, de taille standard 38 mm par 38 mm et d'épaisseur 1 mm ou 500 μm . Pour obtenir l'épaisseur souhaitée (250 μm), les plaques ont été amincies par rodage mécanique. Elles ont ensuite été polies.

Le rodage a été effectué en double face sur un plateau rotatif en fonte. L'abrasif utilisé était de l'alumine en poudre (grains 9 μm) diluée dans de l'eau désionisée.

Le polissage a quant à lui été réalisé avec de la silice colloïdale (taille des grains 0,04 μm) sur un plateau en feutre.

La machine Logitech PM5 a été employée pour ces deux étapes.

III.4.3.2. Processus de nettoyage des lames de langasite

Une fois rodées et polies, les plaques subissent un processus de nettoyage pour éliminer les pollutions minérales et organiques dues aux manipulations et à la préparation mécanique (empreintes de doigts, graisse, poussière, abrasifs...). Il est en effet nécessaire que les lames soient parfaitement propres avant d'être métallisées. Le processus de nettoyage est le suivant :

- Dégraissage au decon 90 dilué à 5 % avec de l'eau désionisée sous ultra-sons.
- Nettoyages successifs à l'acétone et à l'éthanol pendant au moins 15 minutes sous ultra-sons.

Chaque étape est suivie d'un rinçage à l'eau désionisée.

III.4.3.3. Métallisation

Les plaques sont ensuite métallisées (Figure 98 (a) et Figure 102 (a)) par évaporation sous vide selon le processus suivant :

- Mise sous vide (10^{-5} Pa).
- Dépôt de chrome (60 nm) puis d'or (350 nm) à 150 °C sur la première face.
- Recuit à 200 °C, 2 heures après le dépôt (3 à 4 heures).
- Recuit à 300 °C pendant 12 heures.
- Recuit à 400 °C pendant 12 heures.

- Remise à l'air et ouverture à froid pour retourner les plaques.
- Mise sous vide.
- Dépôt de chrome (60 nm) puis d'or (350 nm) à 150 °C sur la deuxième face.
- Recuit à 300 °C pendant 12 heures.
- Recuit à 400 °C pendant 12 heures.
- Remise à l'air et ouverture à froid.

La remise à l'air de l'enceinte sous vide et son ouverture se font une fois la température redescendue afin d'éviter un choc thermique qui pourrait causer des fissures dans le matériau.

III.4.3.4. Dépôt d'oxyde

Une fois la métallisation réalisée, on effectue un dépôt double-face de 0,5 µm de dioxyde de silicium (SiO₂) à 250 °C (Figure 98 (b)). Ce dépôt est ensuite recuit à 675 °C. C'est un dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (ou PECVD pour Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition en anglais). Ce procédé est utilisé pour déposer des couches minces sur un substrat à partir d'un état gazeux. Des réactions chimiques se déroulent au cours du processus après la formation d'un plasma à partir des gaz du réacteur. Le plasma est généralement créé à partir de ce gaz par radiofréquences ou par une décharge électrique entre deux électrodes [83][84][85].

Remarque : pour la version V3, le dépôt est fait après la photolithographie des électrodes (Figure 102 (f)).

III.4.4. Photolithographie

La photolithographie est un procédé de micro-fabrication visant à graver sélectivement une partie d'une couche mince ou du volume d'un substrat. Il utilise les ultra-violets pour imprimer les motifs d'un masque sur une couche de résine photosensible préalablement étalée sur le substrat. Cette technique permet d'avoir un contrôle précis de la taille et de la forme des objets qu'elle crée et de pouvoir répéter des motifs sur toute la surface du substrat.

Nous utilisons une résine positive (la résine Shipley S1813), c'est-à-dire une résine photosensible pour laquelle la partie exposée aux UV devient soluble au développeur et la portion de résine photosensible non exposée reste insoluble.

En pratique, il y a eu plus ou moins d'étapes de photolithographie selon les masques utilisés. En effet, dans la version V3 il y a deux jeux de masques – un pour les électrodes et un pour les dispositifs – ce qui implique deux étapes au lieu d'une pour les deux versions précédentes.

III.4.4.1. Avec les masques de la version V1 et de la version V2

La Figure 98 résume le processus de photolithographie et d'usinage. Les étapes de photolithographie sont les suivantes :

- Enduction de la résine à la tournette sur la première face. Recuit à 120 °C pendant 2 minutes. Enduction de la deuxième face, et recuit identique (Figure 98 (c)).
- Alignement du masque supérieur avec le masque inférieur sur l'aligneur double face.
- Orientation et alignement de la plaque par rapport aux masques.
- Insolation simultanée des deux faces.
- Développement des motifs : dissolution de la résine insolée (Figure 98 (d)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Attaque du dioxyde de silicium non protégé par la résine au BHF (acide fluorhydrique tamponné) (Figure 98 (e)) et rinçage à l'eau désionisée. Le BHF est un mélange dans un rapport volumique 6 : 1 de fluorure d'ammonium NH_4F (40 % dans l'eau) et d'acide fluorhydrique HF (49 % dans l'eau).
- Attaque de l'or et du chrome dans leurs bains d'attaque respectifs (Figure 98 (f)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Dissolution de la résine à l'acétone. Nettoyage à l'éthanol. Rinçage à l'eau désionisée.

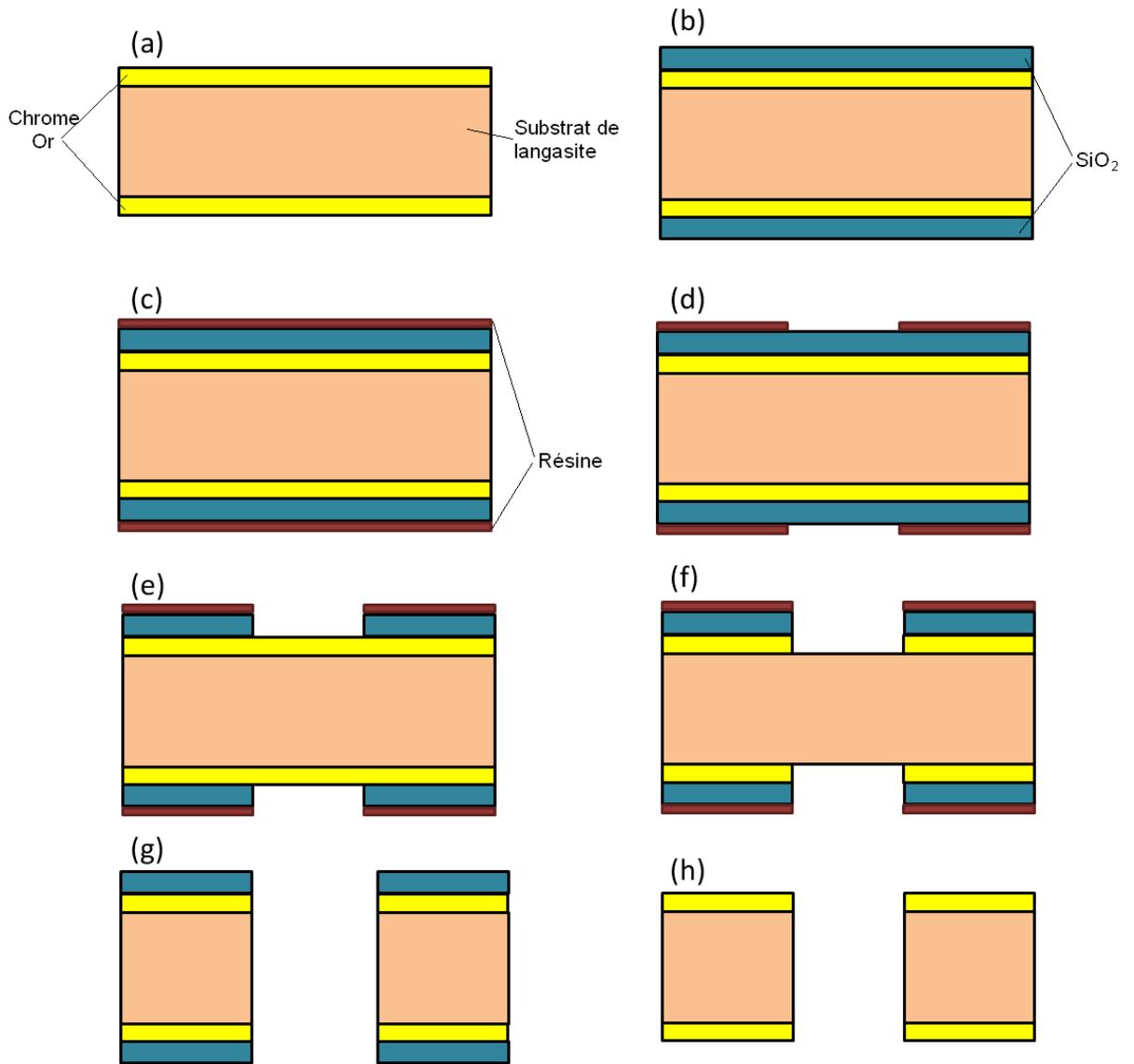


Figure 98 : Processus de photolithographie et d'usinage utilisé avec les masques de la version V1 et de la version V2.

La Figure 99 présente les échantillons de langasite après les étapes de photolithographie.

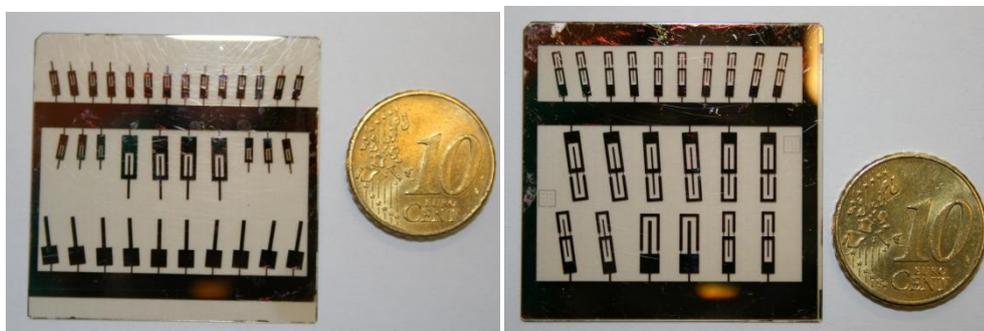


Figure 99 : Echantillons de LGS après les étapes de photolithographie (masque V1 à gauche et masque V2 à droite).

III.4.4.2. Avec les masques de la version V3

Le nouveau processus de photolithographie est décrit par la Figure 102. Il se déroule ainsi :

➤ Première photolithographie.

- Enduction de la résine à la tournette sur la première face. Recuit à 120 °C pendant 2 minutes. Enduction de la deuxième face, et recuit identique (Figure 102 (b)).
- Alignement des masques pour les électrodes sur l'aligneur double face.
- Orientation et alignement de la plaque par rapport aux masques.
- Insolation simultanée des deux faces.
- Développement des motifs : dissolution de la résine insolée (Figure 102 (c)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Attaque de l'or et du chrome dans leurs bains d'attaque respectifs (Figure 102 (d)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Dissolution de la résine à l'acétone (Figure 102 (e)). Nettoyage à l'éthanol. Rinçage à l'eau désionisée.

La Figure 100 montre un échantillon de langasite après la première photolithographie.

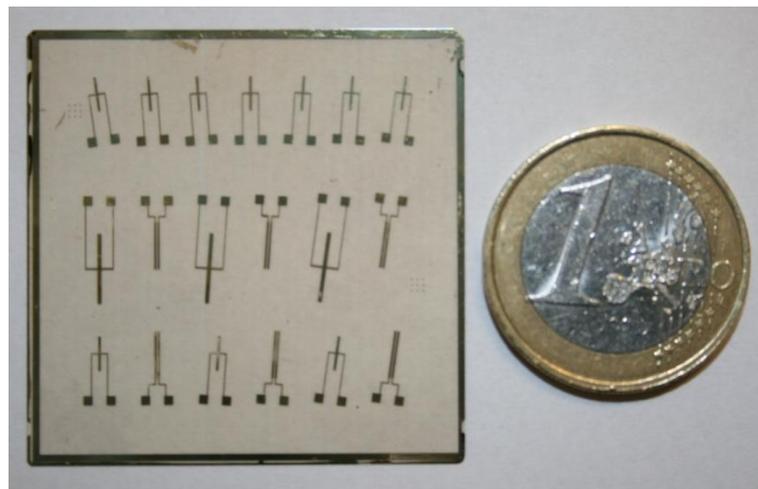


Figure 100 : Echantillon de LGS après les étapes de photolithographie avec les masques des électrodes V3.

➤ **Dépôt de SiO₂** (Figure 102 (f)).

➤ **Deuxième photolithographie.**

- Enduction de la résine à la tournette sur la première face. Recuit à 120 °C pendant 2 minutes. Enduction de la deuxième face, et recuit identique (Figure 102 (g)).
- Alignement des masques pour les dispositifs sur l'aligneur double face.
- Alignement des électrodes de la plaque par rapport aux motifs des masques.
- Insolation simultanée des deux faces.
- Développement des motifs : dissolution de la résine insolée (Figure 102 (h)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Attaque du dioxyde de silicium non protégé par la résine au BHF (acide fluorhydrique tamponné) (Figure 102 (i)). Rinçage à l'eau désionisée.
- Dissolution de la résine à l'acétone (Figure 102 (j)). Nettoyage à l'éthanol. Rinçage à l'eau désionisée.

La Figure 101 représente l'échantillon après la deuxième photolithographie. On voit que les formes des dispositifs sont alignées avec les électrodes. Cet alignement est effectué manuellement lorsque la plaque est déposée sur le masque inférieur.



Figure 101 : Echantillon de LGS après les étapes de photolithographie avec les masques des dispositifs V3.

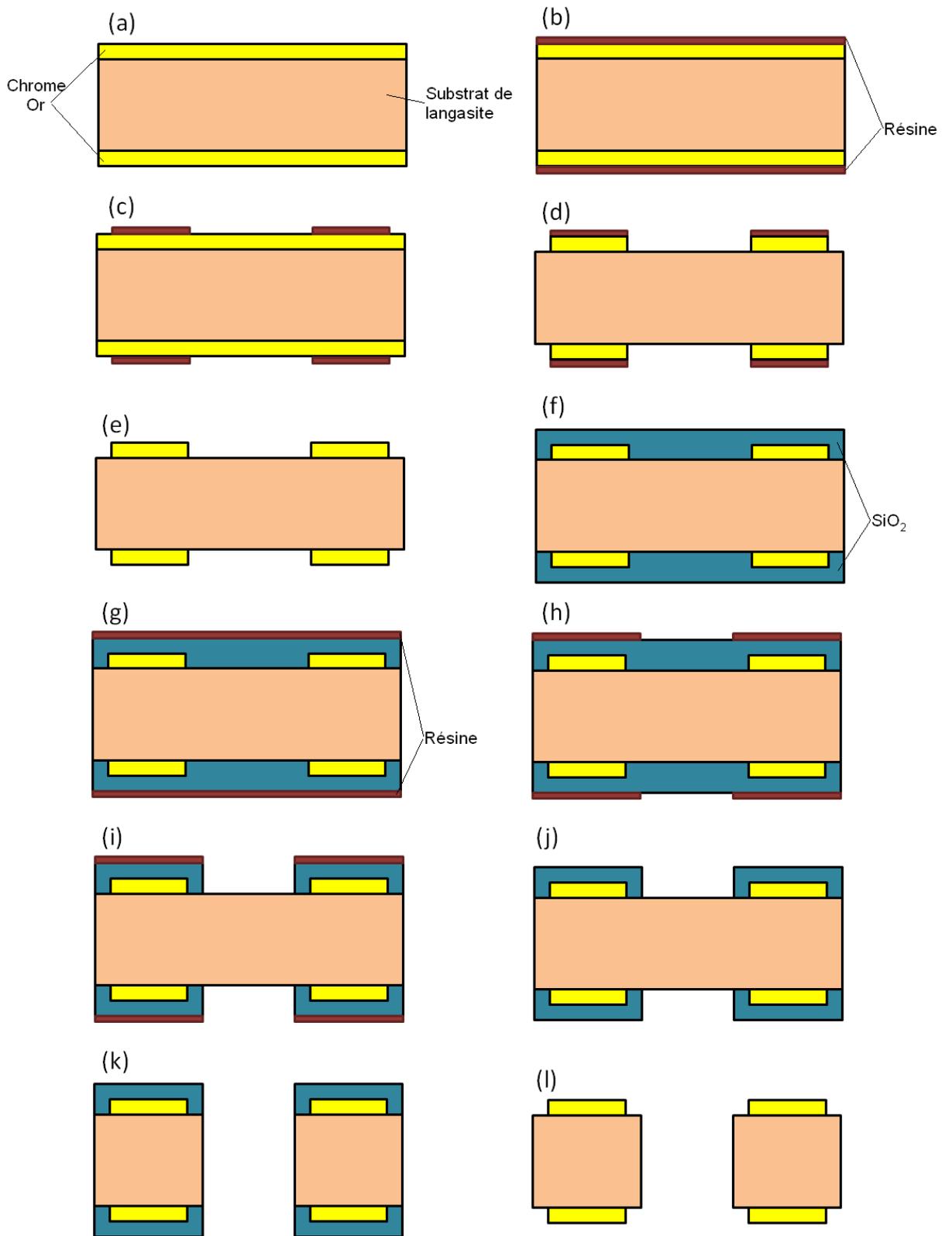


Figure 102 : Processus de photolithographie et d'usinage utilisé avec les masques de la version V3.

III.4.5. Usinage chimique

III.4.5.1. Avec les masques de la version V1

Le motif des masques sert à la fois à créer les électrodes et à protéger la partie que l'on ne souhaite pas usiner. La langasite est attaquée par l'acide chlorhydrique mais pas le dioxyde de silicium.

L'usinage se fait jusqu'au perçage des dispositifs, ce qui nécessite une douzaine d'heures (Figure 98 (g)). L'usinage est stoppé par plusieurs rinçages à l'eau désionisée. La Figure 103 montre un échantillon de langasite à sa sortie du bain d'usinage. Une fois l'usinage terminé, la couche de SiO₂ est retirée au BHF (Figure 98 (h)) et les dispositifs sont désolidarisés du support en cassant le point d'attache.

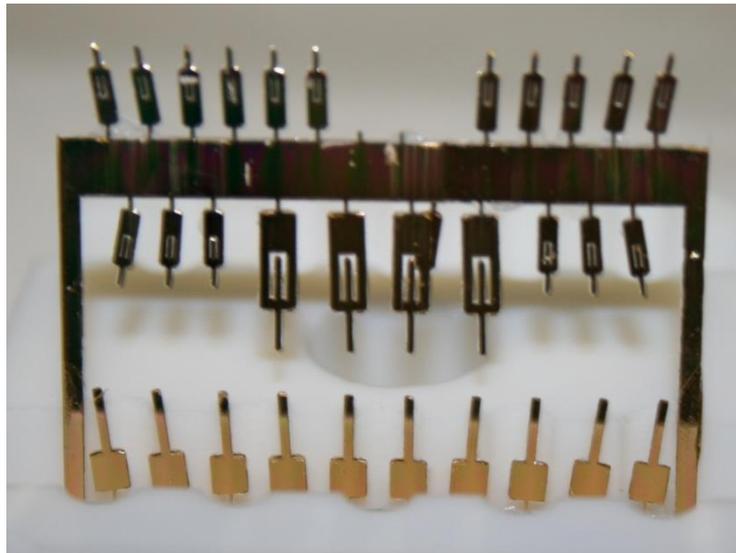


Figure 103 : Echantillon de LGS après l'usinage chimique.

La Figure 104 montre une image au microscope électronique à balayage (MEB) d'un résonateur destiné à vibrer en extension. Celui-ci a été démétallisé pour pouvoir en observer la structure.

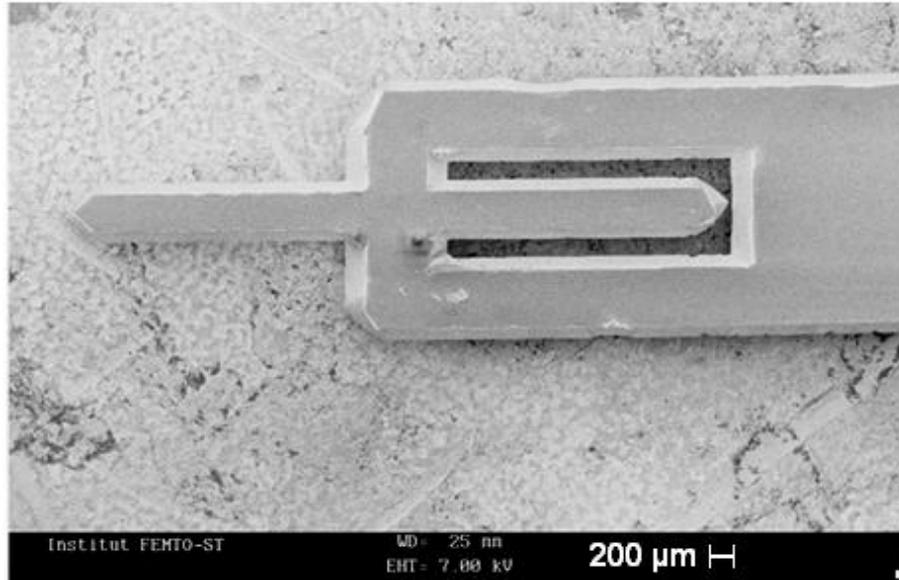


Figure 104 : Image MEB d'un dispositif destiné à vibrer en extension.

III.4.5.2. Avec les masques des versions V2 et V3

L'épaisseur des plaques ayant été réduite de moitié, il ne faut plus que 6 heures pour obtenir les résonateurs.

III.4.6. Défauts

III.4.6.1. Tenue de la métallisation

Des problèmes sont survenus lors de l'usinage, notamment en ce qui concerne la tenue des couches de métal. Il est arrivé lors de l'usinage que les couches d'oxyde et de métal se décollent entièrement. La Figure 105 montre la métallisation en cours de décollement.

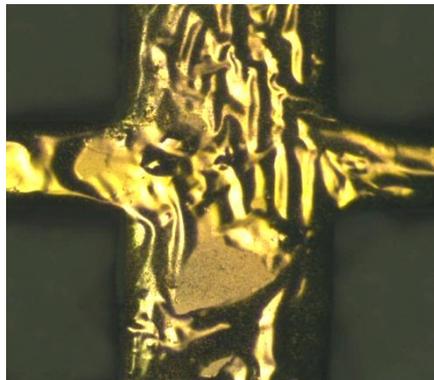


Figure 105 : Couche de métal en cours de décollement.

III.4.6.2. Bords irréguliers

Nous observons que les bords sont irréguliers, à la fois à l'échelle macroscopique (Figure 106) et à l'échelle microscopique (Figure 107). A l'échelle macroscopique, ce phénomène est amplifié s'il y a eu un décollement partiel de la métallisation.



Figure 106 : Bords irréguliers d'une poutre.

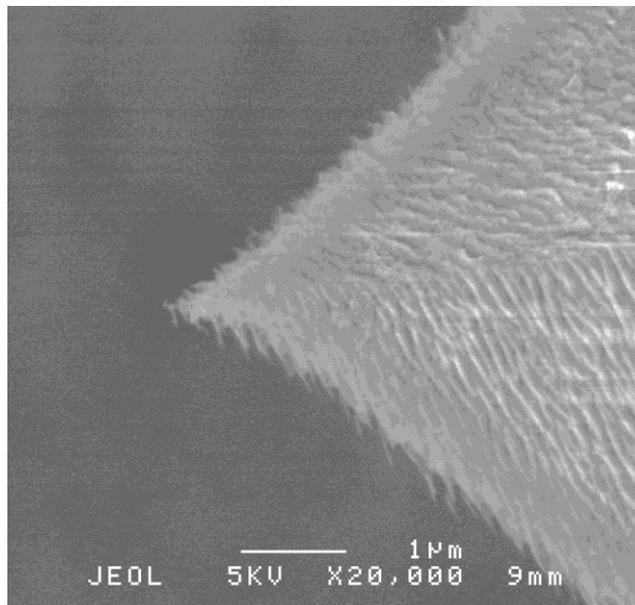


Figure 107 : Bords irréguliers à l'échelle microscopique.

III.4.6.3. Piquetage

Si les couches des dépôts sont piquetées, cela se traduit par d'importantes cavités à la surface des dispositifs. On constate d'ailleurs sur ceux-ci que les plans bloquants apparaissant dans la cavité sont différents selon la direction. Les trous sont rectangulaires et tous orientés dans le même sens : la longueur est selon la direction Y et la largeur selon la direction Z (Figure 108).

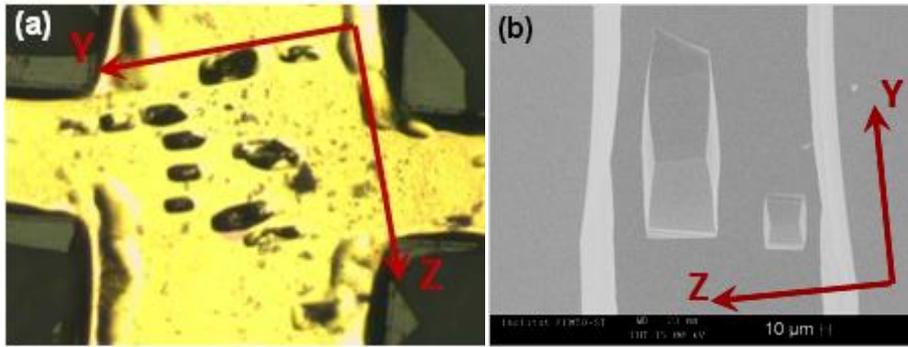


Figure 108 : (a) Piquetage. (b) Détail au MEB.

Pour résoudre ces problèmes il faudrait optimiser l'épaisseur des couches et améliorer la procédure de nettoyage des plaques. Le nettoyage de la langasite est assez mal connu et les surfaces rodées et polies sont très difficiles à nettoyer. Un acidage dans un bain qui fournit une surface peu rugueuse comme le NH_4FHF [49] pourrait être envisagé. On pourrait aussi utiliser un nettoyage plasma.

III.4.7. Formes obtenues

L'usinage chimique donne une forme finale particulière aux dispositifs. Le phénomène de sous-gravure implique l'apparition de plans d'orientation spécifique.

III.4.7.1. Plans bloquants

En raison de l'anisotropie de ce process technologique, il se forme des plans ayant une orientation spécifique appelés les plans bloquants. La Figure 109 met en évidence quelques plans bloquants.

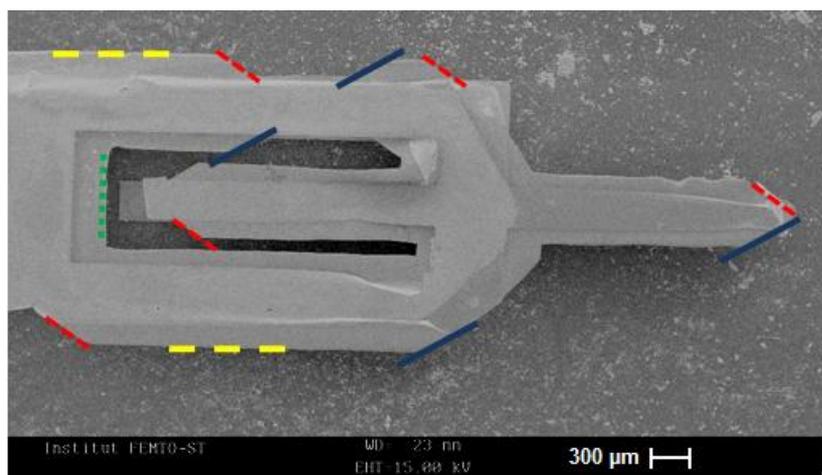


Figure 109 : Illustration de plans bloquants.

Nous distinguons donc sur les dispositifs usinés :

1/ La sous-gravure latérale :

La sous-gravure latérale est d'environ 330 μm selon Y et 200 μm selon Z pour la gravure de 500 μm en double-face. Les plans bloquants correspondants sont définis par les angles de rotation $\theta = 0^\circ$ et $\varphi = 35^\circ$, et $\theta = 90^\circ$ et $\varphi = 50^\circ$, respectivement. Ils sont visibles sur la Figure 110.

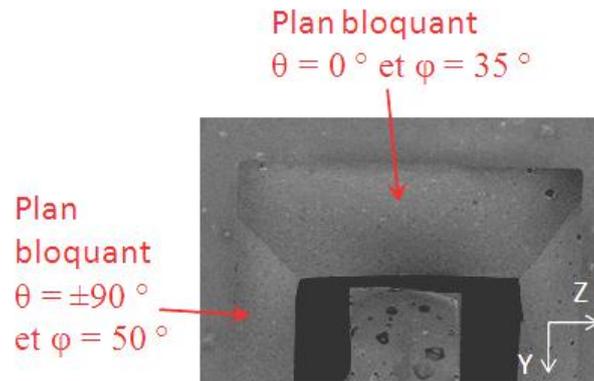


Figure 110 : Zoom sur les plans bloquants dans les angles du trou entourant la poutre.

L'angle de rotation φ est défini par la Figure 111.

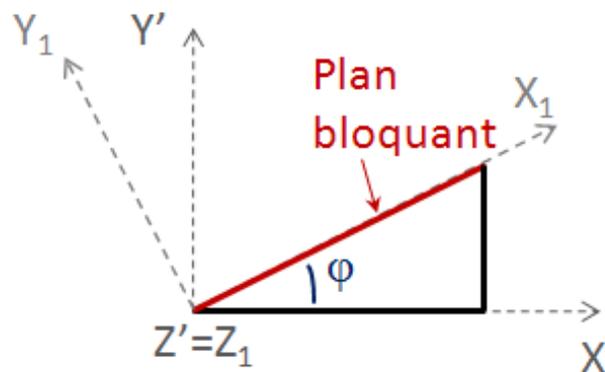


Figure 111 : Angle φ définissant l'orientation des plans bloquants.

Les plans bloquants peuvent constituer une limite au perçage du dispositif si l'épaisseur du substrat est trop importante par rapport à l'écartement entre les zones masquées, comme sur la Figure 112.

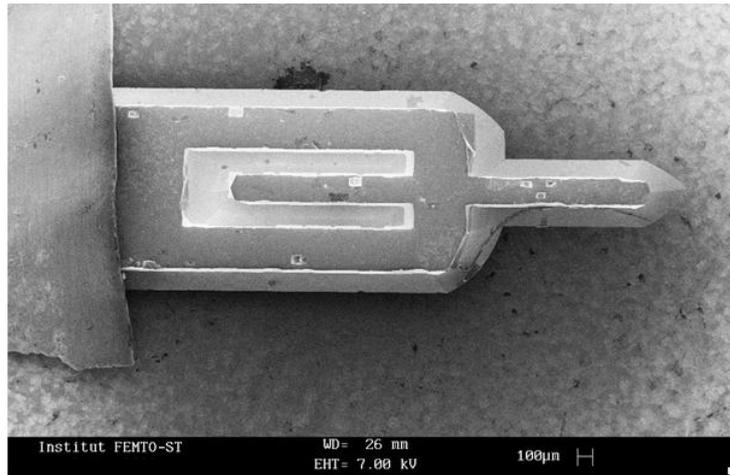


Figure 112 : Résonateur non-percé.

2/ La sous-gravure en coin concave :

Sur la Figure 113, on observe l'intersection entre les plans bloquants : c'est un exemple de sous-gravure en coin concave. Nous retrouvons les plans de très faibles vitesses qui apparaissent lorsqu'il y a des défauts liés au piquetage du masque (Figure 108). Ce comportement se rapproche de celui du silicium usiné dans un bain KOH [86].

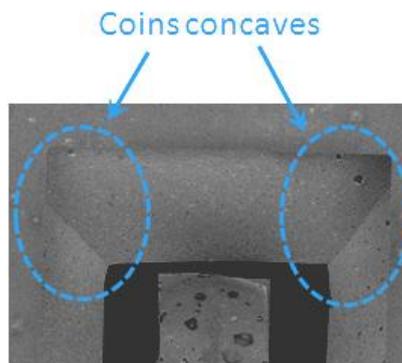


Figure 113 : Coins concaves.

3/ La sous-gravure en coin convexe :

La langasite est intermédiaire au niveau de son comportement à l'usinage chimique. Nous voyons apparaître des plans cristallins mais aussi des facettes incurvées. La sous-gravure en coin convexe apparaît en bout de la poutre ce qui modifie sa forme ; nous n'avons plus un angle droit (épaulement du dispositif, zone 1 de la Figure 114) et une section droite rectangulaire comme sur le masque (en bout de la poutre, zone 2 de la Figure 114). L'angle qui apparaît dans les zones 1 et 2 vaut 35 °.

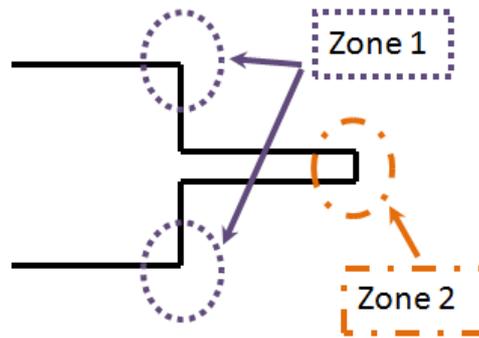


Figure 114 : Coins convexes.

Au niveau du bout de la poutre, nous obtenons donc une pyramide à quatre faces lorsque l’alignement est suivant Y. Un alignement suivant une direction tournée « dissymétrise » la pointe. Les plans apparaissant en bout de poutre ne sont pas ceux limitant la sous-gravure en coin concave. La forme obtenue correspond à un compromis entre les plans de grande vitesse d’attaque et ceux de faible vitesse d’attaque [50].

Cette étude nous a permis de mettre en évidence l’importance de la sous-gravure en coin convexe. Le contour supérieur de la poutre usinée s’écarte sensiblement du contour rectangulaire du masque. Ce comportement est très différent de celui du quartz pour lequel la sous-gravure en coin convexe est très faible [87] et la nature initialement concave ou convexe du contour du masque n’affecte pas de façon sensible la forme générale des flancs. Il faudra tenir compte de la forte sous-gravure en coin convexe pour le dimensionnement des masques et dans certains cas, en particulier pour les dispositifs tournés, utiliser des méthodes de compensation de masque [88]. De tels masques de compensation sont parfaitement envisageables pour le cristal de LGS ; néanmoins, étant donné qu’il s’agit d’un micro-usinage en 3D, il est nécessaire de compléter, pour les conditions opératoires utilisées, l’étude de l’attaque chimique anisotrope de la LGS à des plans à double rotation. Il sera nécessaire ensuite d’effectuer un travail exploratoire pour les dessins de masques de compensation afin d’optimiser la forme finale des structures 3D en bout de la poutre.

III.4.7.2. Pointe

Une des particularités de la forme conséquence des plans bloquants est l’obtention d’une pointe en bout de poutre. Cette pointe a un rayon de courbure de quelques dizaines de nanomètres (Figure 115). C’est déjà plus petit que ce qui est utilisé pour la microscopie champ proche de déformation (0,5 à 50 μm) [73]. En modifiant les masques (masques de compensation), la forme de cette pointe pourrait être optimisée afin de servir éventuellement pour la microscopie à force atomique. Il n’y aurait dans ce cas plus besoin, dans les deux

applications envisagées, de rapporter une pointe sur la poutre ce qui diminuerait le nombre d'étapes de fabrication et donc le coût. Les masques pourraient également être conçus pour avoir une pointe sur le côté dans le cas de poutres en flexion vibrant dans le plan.

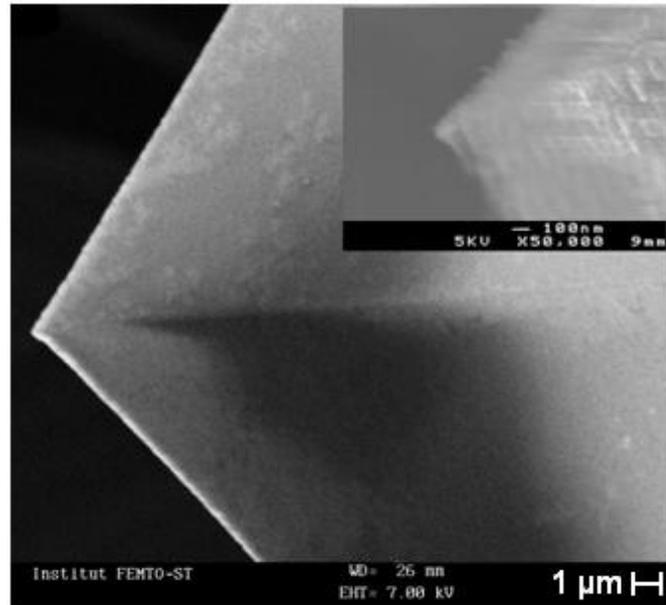


Figure 115 : Pointe observée au MEB et détail.

III.5. MESURES

Des mesures ont été effectuées sur les micro-résonateurs afin de vérifier qu'ils vibraient bien et à une fréquence correspondant à celle attendue pour le mode voulu.

III.5.1. Mesures avec les résonateurs en extension

La Figure 116 représente l'amplitude de l'impédance mesurée avec l'analyseur de réseau en fonction de la fréquence pour un grand résonateur vibrant en extension. On observe plusieurs pics de résonance dans la plage de fréquence. Compte tenu des dimensions de la poutre, le pic correspondant à l'extension est celui à 420 kHz. Cela est cohérent avec les calculs du modèle et la simulation par éléments finis (voir II.2.3.1).

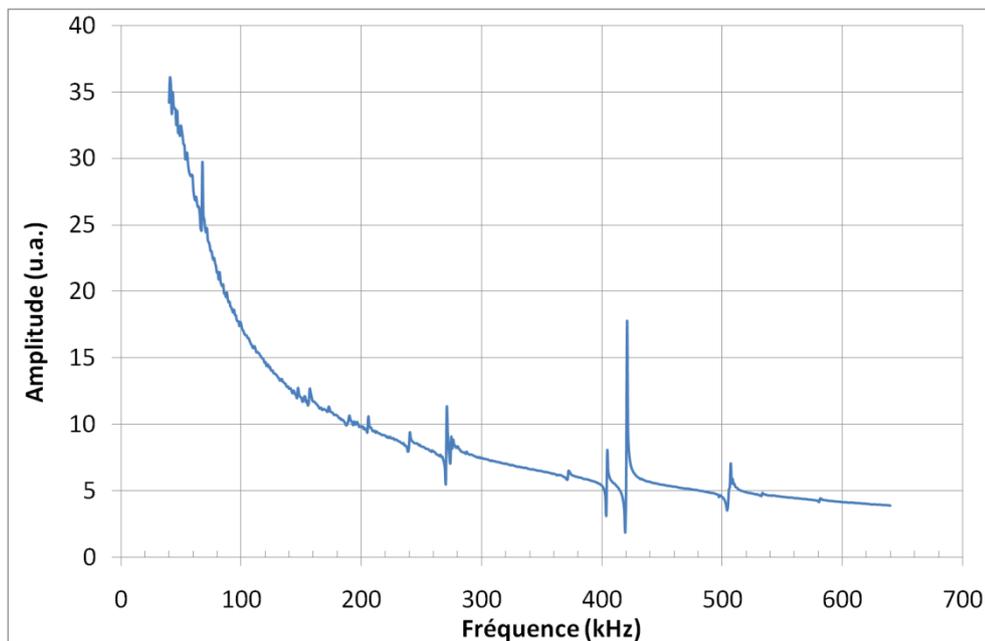


Figure 116 : Spectre d'amplitude pour un grand résonateur vibrant en extension.

La Figure 117 montre l'amplitude et la phase du premier mode d'extension.

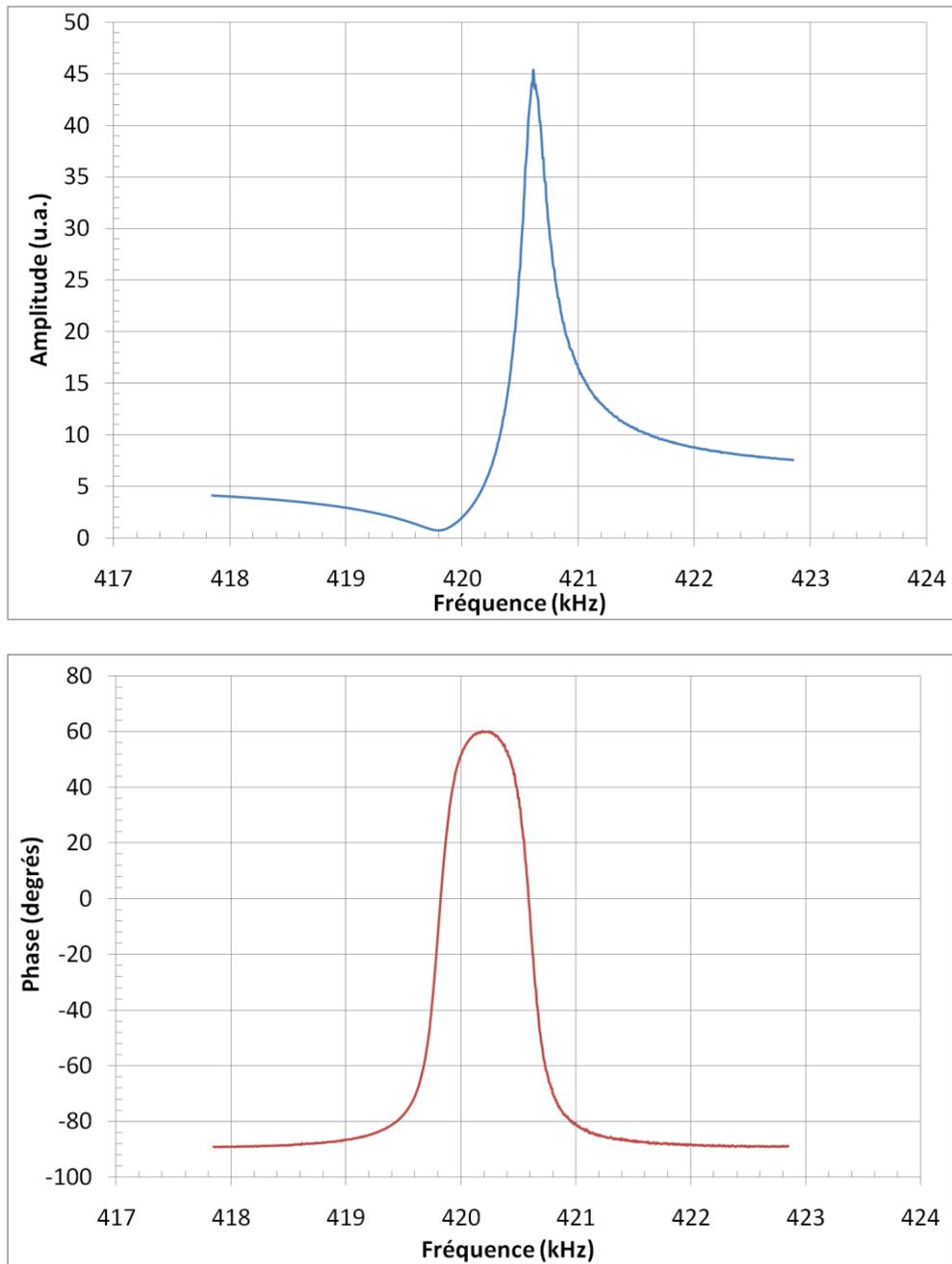


Figure 117 : Amplitude et phase à la résonance pour un grand résonateur vibrant en extension.

Le Tableau 31 donne les paramètres motionnels du résonateur à sa résonance. Le coefficient de qualité est d'environ 2 000. Il n'est pas très élevé car la mesure est faite à l'air, le résonateur n'a pas été équilibré et les conditions d'encastrement ne sont pas idéales.

Tableau 31 : Paramètres motionnels à la résonance du mode d'extension.

F (kHz)	420
R1 (Ω)	7 675
L1 (H)	6
C1 (fF)	24
Q	2 070

Les fréquences de résonance des résonateurs vibrant en extension placés dans une étuve sont mesurées à l'aide de l'analyseur de réseau. On fait varier la température de l'ambiante à 80 °C par pas de 5 °C.

La Figure 118 donne la fréquence propre relative en fonction de la température pour un grand résonateur vibrant en extension. La fréquence de résonance est d'environ 420 kHz.

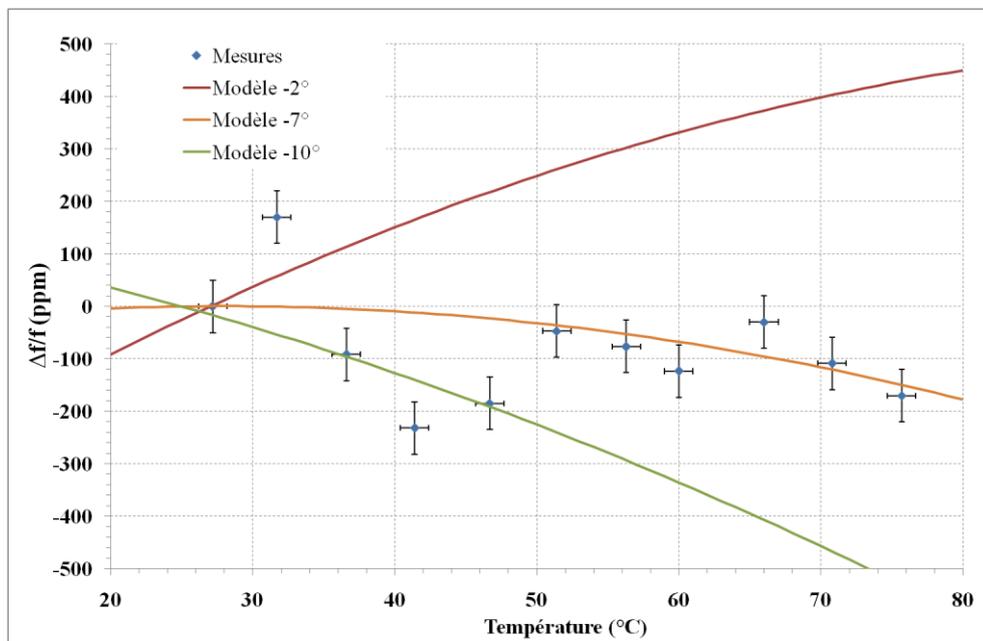


Figure 118 : Fréquence propre relative en fonction de la température pour un grand résonateur vibrant en extension. Comparaison au modèle.

La Figure 119 représente les fréquences propres relatives en fonction de la température pour un petit résonateur vibrant en extension. La fréquence de résonance est d'environ 1,015 MHz.

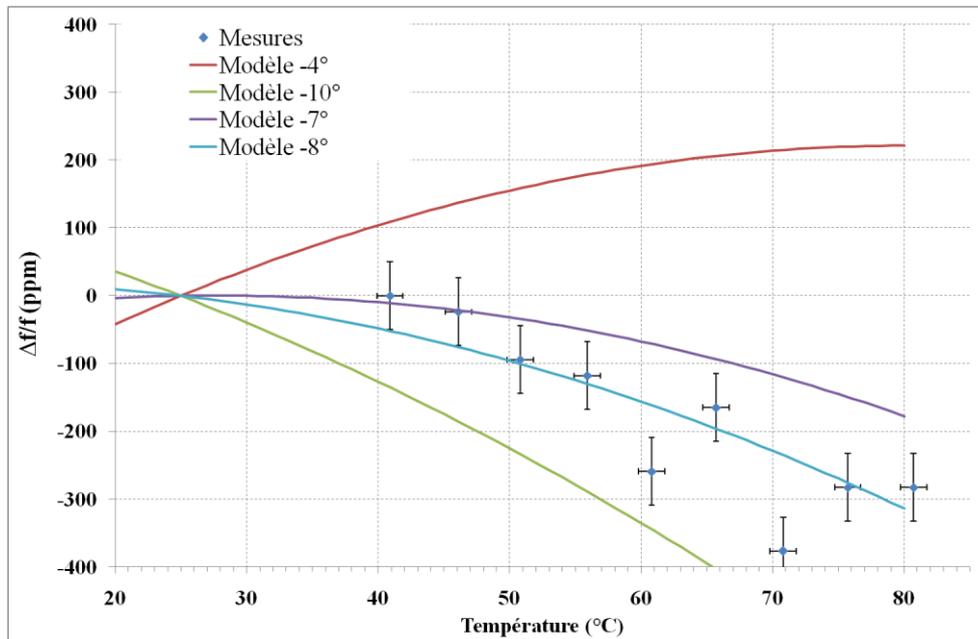


Figure 119 : Fréquence propre relative en fonction de la température pour un petit résonateur vibrant en extension. Comparaison au modèle.

Les résultats montrent une faible dépendance de la fréquence en fonction de la température (variation inférieure à 400 ppm pour une température comprise entre 20 °C et 80 °C). On n'est pas loin de la compensation en température.

Néanmoins, plusieurs facteurs font que les résultats ne correspondent pas exactement au modèle, c'est-à-dire que le comportement en température observé n'est pas celui attendu pour un angle de coupe donné : le modèle est calculé pour une poutre idéale de section droite rectangulaire, les coefficients utilisés pour le calcul peuvent différer de ceux du matériau des résonateurs, un écart de l'angle d'orientation lors de la fabrication change le comportement en température.

III.5.2. Mesures avec les résonateurs en flexion

Les mesures de fréquence de vibration d'un cantilever ont été réalisées grâce à un interféromètre à sonde hétérodyne dont le principe de fonctionnement est présenté en Figure 120. La sensibilité de la sonde est de 8 Å/mV [73][89].

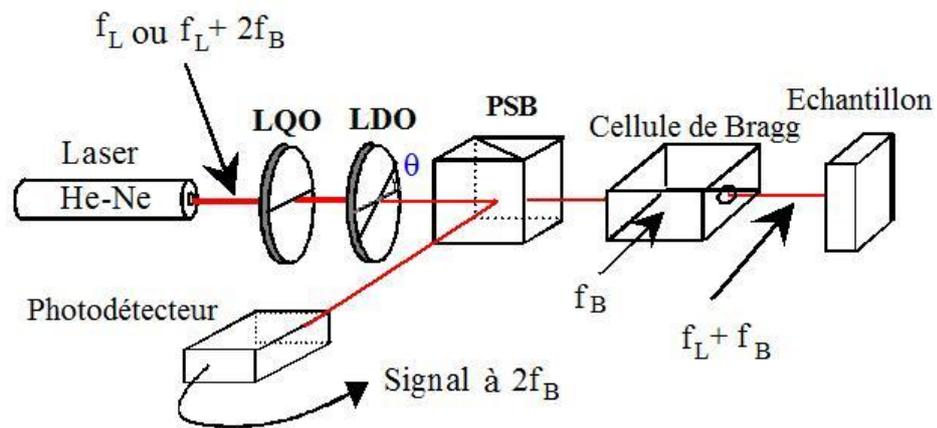


Figure 120 : Principe de l'interféromètre à sonde hétérodyne utilisé pour mesurer les vibrations du cantilevers.

Les mesures ont été effectuées sur un cantilever initialement entièrement métallisé et dont les électrodes ont été séparées manuellement (voir Figure 121).



Figure 121 : Cantilever après séparation manuelle des électrodes et collage des fils.

La Figure 122 montre un pic de résonance à environ 17,2 kHz. Cette fréquence est du même ordre de grandeur que la fréquence de résonance attendue pour le mode de flexion dans le plan.

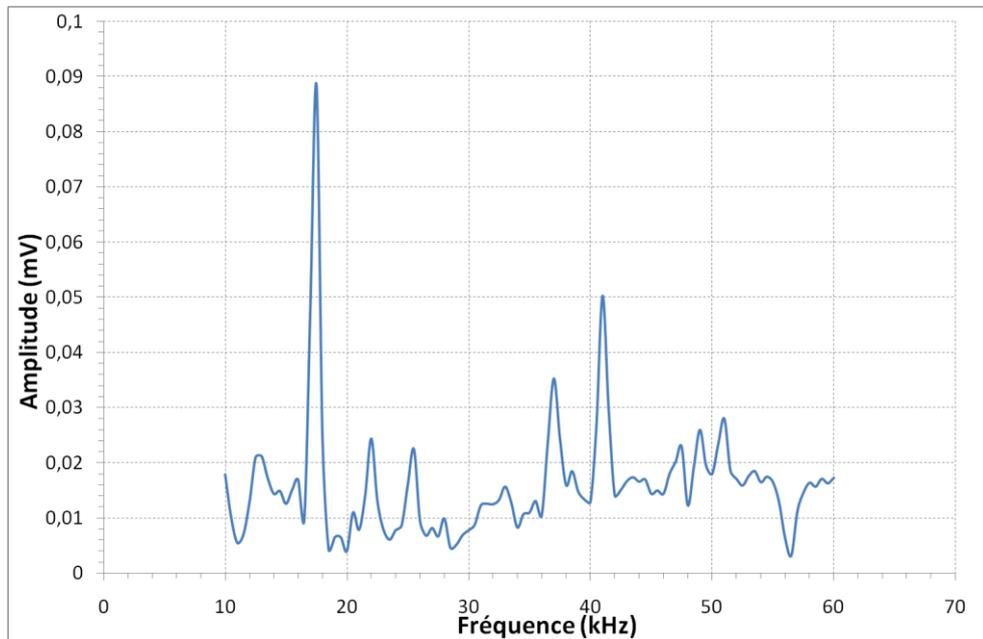


Figure 122 : Spectre d'amplitude de vibration.

La Figure 123 correspond à un zoom à la fréquence de résonance. On observe de multiples pics qui sont liés à la forme de la poutre, aux électrodes qui étant séparées manuellement n'ont pas la même largeur et aux conditions d'encastrement.

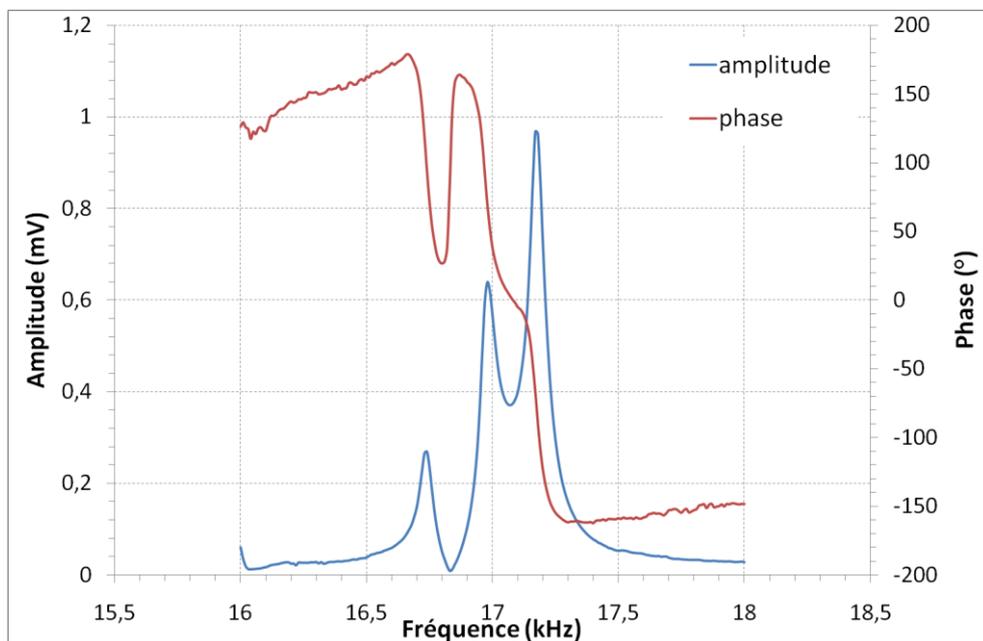


Figure 123 : Amplitude et phase à la résonance du mode.

La Figure 124 présente l'amplitude du déplacement en fonction de la tension d'excitation appliquée sur la poutre.

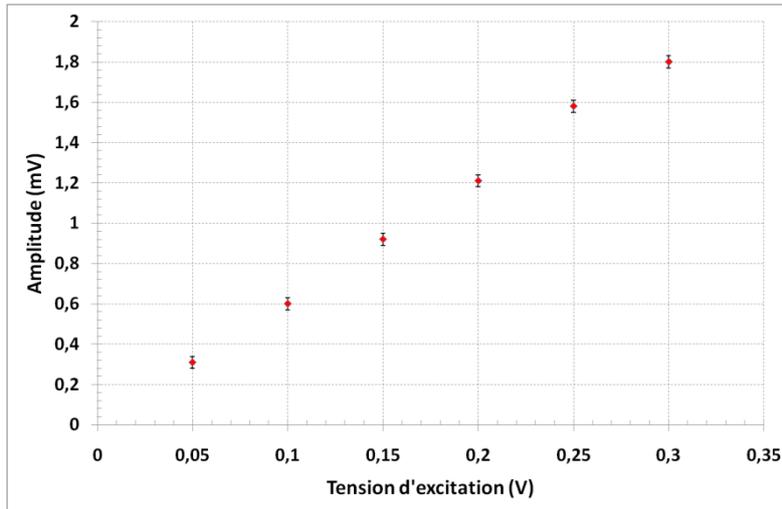


Figure 124 : Amplitude du déplacement en fonction de la tension d'excitation.

La variation de la tension d'excitation appliqué sur la poutre résulte en une variation proportionnelle du déplacement, ce qui prouve que c'est bien un mode propre de la poutre.

Nous avons donc réussi à faire vibrer les cantilevers à la fréquence voulue mais une amélioration du process de réalisation des électrodes s'avère indispensable pour améliorer les dispositifs et obtenir de meilleurs résultats.

CONCLUSION

CONCLUSION SUR L'ANALYSE DES MODES

Le modèle analytique, bien que simple, nous a aidé à prévoir l'existence des coupes compensées en température.

Les simulations par éléments finis nous ont permis de vérifier que le modèle analytique suffisait dans le contexte de notre étude. Le fait de ne pas tenir compte de la piézoélectricité dans notre modèle n'apportait pas une variation significative des résultats.

D'après le modèle, des coupes compensées en température existent à l'ambiante en extension et en flexion pour la langasite et la langatate. Il y a deux angles de coupe par matériau pour chaque mode de vibration, contrairement au quartz qui n'a qu'un angle de coupe pour lequel on approche la compensation en température.

CONCLUSION SUR L'USINAGE DE MICRO-RESONATEURS EN LANGASITE

L'usinage chimique de micro-résonateurs en langasite dans une solution d'acide chlorhydrique est possible dans un temps de six heures pour une épaisseur à percer d'environ 250 μm . Il faut veiller à la qualité des couches de métallisation déposées à la surface du substrat. En effet, un piquetage de ces couches entraînera des défauts et si elles se décollent, la forme des résonateurs en pâtit, ou pire encore, ils ne peuvent pas être usinés du tout. Ces premiers essais de perçage de la langasite pour fabriquer des résonateurs sont néanmoins prometteurs.

Nous avons réussi à faire vibrer les micro-résonateurs fabriqués à des fréquences conformes aux modèles analytiques et aux simulations par éléments finis. Le coefficient de qualité mesuré est assez faible mais le but n'était pas d'obtenir un Q élevé. Il faudrait pour l'améliorer, éviter les défauts liés à la tenue des couches d'or et équilibrer nos résonateurs.

Les résultats de l'usinage ont déterminé qu'une pointe se formait en bout de poutre. Celle-ci, d'un rayon de courbure de quelques dizaines de nanomètres, pourrait servir à des applications en microscopie et éviter d'avoir à rapporter une pointe sur la poutre.

PERSPECTIVES

Le modèle pourrait être réévalué en tenant compte des résultats obtenus avec nos dispositifs. Il a en effet été montré que les coupes compensées en température existent mais pour des angles d'orientation différents de ceux qui avaient été prévus. Il faudrait réajuster les coefficients par rapport à ce qui a été mesuré.

En ce qui concerne l'usinage, il est critique d'approfondir la méthode de nettoyage des échantillons de LGS afin d'obtenir des couches de métallisation de qualité et qui tiennent à l'usinage. D'autres métaux que l'or (platine, titane...) pourraient aussi être testés.

Les masques de gravure sont à optimiser pour obtenir la forme voulue en bout de poutre (pointe plus fine pour les applications AFM). Ils pourraient également être modifiés pour avoir une pointe sur le côté de la poutre des cantilevers en flexion dans le plan.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] G. Lippman, "Principe de la conservation de l'électricité," *Annales de chimie et de physique*, vol. 24, p. 145, 1881.
- [2] P. Curie and J. Curie, "Contractions et dilatations produites par des tensions électriques dans les cristaux hémihédres à faces inclinées," *Comptes rendus de l'Académie des Sciences*, vol. XCIII, p. 1137, 1881.
- [3] D. Royer and E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides, Tome 1*. Masson, 1996.
- [4] ANSI/IEEE, "Standard 176-1987," 1987.
- [5] J. Bohm, R. B. Heinmann, M. Hengst, R. Roewer, and J. Schindler, "Czochralski growth and characterization of piezoelectric single crystals with langasite structure: $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (LGS), $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_{14}$ (LGN) and $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ (LGT). Part I," *J. Cryst. Growth*, vol. 204, no. 1-2, pp. 128-136, 1999.
- [6] J. Bohm, et al., "Czochralski growth and characterization of piezoelectric single crystals with langasite structure : $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (LGS), $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_{14}$ (LGN) and $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ (LGT). II. Piezoelectric and elastic properties," *J. Cryst. Growth*, vol. 216, no. 1-4, pp. 293-298, 2000.
- [7] J. Kong, et al., "Growth and characterization of $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ crystal," *Crystal research and technology*, vol. 39, no. 8, pp. 686-691, 2004.
- [8] J. Luo, D. Shah, C. F. Klemenz, M. Dudley, and H. Chen, "The Czochralski growth of large-diameter $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ crystals along different orientations," *J. Cryst. Growth*, vol. 287, no. 2, pp. 300-304, 2006.
- [9] FOMOS-Materials. [Online]. <http://www.newpiezo.com/>
- [10] B. Chai, A. N. Bustamante, and M. C. Chou, "A new class of ordered langasite structure compounds," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, 2000, pp. 163-168.
- [11] J. Imbaud, "Evaluation des potentialités des matériaux du type langasite pour la réalisation d'oscillateurs ultra-stables. Etude et réalisation préliminaires d'un oscillateur cryogénique," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat, 2008.
- [12] A. A. Kaminski, I. M. Silvestrova, S. E. Sarkisov, and G. A. Denisenko, "Investigation of trigonal $(\text{La}_{1-x}\text{Nd}_x)\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ crystals; II. Spectral laser and electromechanical properties," *Phys. Stat. Sol. (A)*, vol. 80, no. 2, pp. 607-620, 1983.
- [13] H. Sato, "Control of the facet plane formation on solid-liquid interface of LGS," *Journal of Crystal Growth*, vol. 242, no. 1-2, pp. 177-182, 2002.
- [14] S. Uda, S. Q. W., N. Konishi, H. Inaba, and J. Harada, "Growth habits of 3 and 4-inch langasite single crystals," *Journal of Crystal Growth*, vol. 237-239, pp. 707-713, 2002.
- [15] M. F. Dubovik, A. K., and T. I. Korshikova, "The nature of langasite crystal's coloration," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, 1995, pp. 638-641.
- [16] G. M. Kuzmicheva, E. M. D., A. B. Dubovksy, V. B. Rybakov, and E. A. Tyunina, "A

- family of langasite: growth and structure," *Journal of Crystal Growth*, vol. 275, no. 1-2, pp. 715-719, 2005.
- [17] M. Assoud, "Mineralisation et usinabilité des matériaux de la famille des langasites," Thèse UFR des Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté, UFR de Chimie Appliquée de l'Université Hassan II Mohammedia N° d'ordre 1207, 2006.
- [18] B. Chai, J. L. Lefaucheur, Y. Y. Ji, and H. Qiu, "Growth and evaluation of large size LGS, LGN and LGT single crystals," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, Pasadena, Californie, 1998, pp. 748-760.
- [19] J. A. Kosinski, et al., "A review of langasite material constants from BAW and SAW data; toward an improved data set," in *IEEE Annual Frequency Control Symposium*, 2001, pp. 278-286.
- [20] V. B. Grouzinenko and V. V. Bezdelkin, "Piezoelectric resonators from $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ single crystals," in *IEEE Annual Frequency Control Symposium*, 1992, pp. 707-712.
- [21] J. Schreuer, "Elastic and piezoelectric properties of $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ and $\text{LaGa}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$: an application of resonant ultrasound spectroscopy," *IEEE Trans. on Ultrason., Ferroelec. and Freq. Contr.*, vol. 49, no. 11, pp. 1474-1479, Nov. 2002.
- [22] H. Ogi, N. Nakamura, K. Sato, M. Hirao, and S. Uda, "Elastic, anelastic and piezoelectric coefficients of langasite: resonance ultrasound spectroscopy with laser-dopler interferometry," *IEEE Trans. on Ultrason., Ferroelec. and Freq. Contr.*, vol. 50, no. 5, pp. 553-560, Mar. 2003.
- [23] R. Bourquin and B. Dulmet, "New sets of data for the thermal sensitivity of elastic coefficients of langasite and langatate," in *European Frequency and Time Forum*, Braunschweig, Allemagne, 2006, pp. 26-32.
- [24] A. B. Ilyaev, B. S. Umarov, L. A. Shabanova, and M. F. Dubovik, "Temperature dependence of electromechanical properties of LGS crystals," *Phys. Stat. Sol. (A)*, vol. 98, no. 2, pp. K109-K114, 1986.
- [25] I. M. Silvestrova, V. V. Bezdelkin, P. A. Senyushenkov, and Y. V. Pisarevsky, "Present stage of $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ - research," in *IEEE Annual Frequency Control Symposium*, Salt Lake City, Utah, 1993, pp. 348-350.
- [26] V. S. Naumov, I. I. Kalashnikova, and S. S. Pashkov, "Stress-induced optical activity in piezoelectric crystals and internal stresses method of control in quartz, langasite, lithium niobate crystals," in *IEEE Annual Frequency Control Symposium*, Boston, Massachusetts, 1994, pp. 40-42.
- [27] R. M. Taziev, "Langasite: what temperature coefficients of material constants are correct," in *Joint Meeting IEEE Annual Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum*, Besançon, France, 1999, pp. 835-838.
- [28] B. V. Mill and Y. V. Pisarevski, "Langasite type materials from discovery to present state," in *International Frequency Control Symposium*, 2000, pp. 133-144.
- [29] D. C. Malocha, et al., "Recent measurements of materials constants versus temperature of langatate, langanite and langasite," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, Kansas City, Missouri, 2000, pp. 200-205.

- [30] R. C. Smythe, "Material and resonator properties of langasite and langatate: a progress report," in *International Frequency Control Symposium*, 1998, pp. 761-765.
- [31] R. C. Smythe and E. Hague, "Determination of the piezoelectric constants of LGN, LGS & LGT," in *International Frequency Control Symposium*, 2000, pp. 191-194.
- [32] D. C. Malocha, H. François-Saint-Cyr, K. Richardson, and R. Helmbold, "Measurements of LGS, LGN and LGT thermal coefficients of expansion and density," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 49, no. 3, pp. 350-355, Mar. 2002.
- [33] S. Sakharov, A. Medvedev, and Y. V. Pisarevsky, "New data on temperature stability and acoustical losses of Langasite," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, 1995, pp. 409-412.
- [34] C. Klemenz, M. Berkowski, B. Deveaud-Pledran, and D. C. Malocha, "Defect structure of langasite type crystals: a challenge for applications," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, 2002, pp. 301-306.
- [35] Y. V. Pisarevski, P. A. Senyushenkov, and N. A. Moiseeva, "Elastic piezoelectric, dielectric properties of $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{SiO}_{14}$ single crystals," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, Pasadena, Californie, 1998, pp. 742-747.
- [36] C. Frondel, *Dana's system of mineralogy*, Wiley, Ed. New York, 1962.
- [37] R. Bechmann, *Phys. Rev.*, vol. 110, p. 1060, 1958.
- [38] D. Palmier, "Optimisation de la cristallogenèse et de la caractérisation des propriétés piézoélectriques du phosphate de gallium (GaPO_4)- Généralisation des relations structures propriétés pour les matériaux de type quartz," Université Montpellier II Thèse de doctorat, 1996.
- [39] P. Krempf, G. Schleinzer, and W. Wallnöfer, "Gallium phosphate, GaPO_4 : a new piezoelectric crystal material for high-temperature sensorics," *Sensors and Actuators A*, vol. 61, no. 1-3, pp. 361-363, 1997.
- [40] S. Uda, A. Bungo, and C. Jian, "Growth of 3-inch Langasite Single Crystal and Its Application to Substrate for Surface Acoustic Wave Filters," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 38, pp. 5516-5519, 1999.
- [41] J. Imbaud, J. -J. Boy, S. Galliou, S. Galliou, and J. -P. Romand, "Investigations on LGS and LGT crystals to realize BAW resonators," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 55, no. 11, pp. 2384-2391, Nov. 2008.
- [42] R. J. Besson, J. J. Boy, and M. M. Mourey, "BVA resonators and oscillators: a review. Relation with space requirements and quartz material characterization," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, San Francisco, Californie, 1995, pp. 590-599.
- [43] A. P. Honess, *The Nature, Origin and Interpretation of Etch Figures on Crystals*, Willey, Ed. New York, 1927, Chap. III et IV.
- [44] J. R. Hunt and R. C. Smythe, "Chemically milled VHF and UHF AT-cut resonators," in *Annual Symposium on Frequency Control*, 1985, pp. 292-300.

- [45] R. J. Brandmayr and J. R. Vig, "Chemical polishing in etching solutions that contain surfactants," in *Annual Symposium on Frequency Control*, 1985, pp. 276-281.
- [46] R. J. Brandmayr and J. R. Vig, "Further results on the use of surfactants in chemically polishing quartz crystals," in *Annual Symposium on Frequency Control*, 1986, pp. 86-90.
- [47] E. Ansorge, et al., "Evaluation of langasite as a material for high temperature microsystems," *Sensors and Actuators A*, vol. 130-131, pp. 393-396, 2006.
- [48] N. Prudhomme, D. Cachau-Herreillat, V. Flaud, P. Papet, and O. Cambon, "Chemical controlled GaPO₄ dissolution high frequency antimesa AT-resonators manufacturing," in *European Frequency and Time Forum*, 2005, pp. 198-202.
- [49] H. Takeda, S. Okamura, and T. Shiosaki, "Chemical etching of lanthanum gallium silicate La₃Ga₅SiO₁₄ single crystals," *J. of Mat. Sci. lett*, vol. 21, pp. 1117-1119, 2002.
- [50] M. Akil, "Contribution à l'étude de l'attaque chimique du cristal de Langasite," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat, 2007.
- [51] C. Tellier, M. Akil, and T. Leblois, "Wet etching of LGS crystals in H₃PO₄:H₂O - Characterization of Anisotropy and Simulation," in *IEEE Ultrasonics Symposium*, Vancouver, Canada, 2006, pp. 1931-1934.
- [52] T. Leblois, C. Tellier, and T. Messaoudi, "Chemical etching of Y-rotated quartz plates: experiments and theoretical approach," *Sensors and actuators*, vol. A61, pp. 405-414, 1997.
- [53] "IRE standards on piezoelectric crystals, 1949," in *IRE*, vol. 37, 1949, pp. 1378-1395.
- [54] J. J. Boy, "Etude de l'influence des défauts du matériau sur le comportement du résonateur à quartz à ondes de volume," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat 426, 1994.
- [55] L. Delmas, "Etude et réalisation de capteurs à sortie fréquentielle en orthophosphate de gallium (GaPO₄)," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat, 2005.
- [56] R. Dinger, J. G. Michel, and C. E. Leuenberger, "Quartz thermometer," Patent US Patent 4,437,773, 1984.
- [57] G. Asch, *Les capteurs en instrumentation industrielle*, 5th ed. Dunod, 1999.
- [58] F. Sthal, E. Bigler, J. Maisonnnet, and R. Bourquin, "Frequency-temperature behavior of Langasite rectangular beam resonators vibrating in length extension," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 54, pp. 2699-2701, 2007.
- [59] F. Sthal, E. Bigler, and R. Bourquin, "Theoretical investigations of temperature-compensated cuts for vibrating beam LGT resonators," in *Joint Meeting IEEE International Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum*, Genève, Suisse, 2007, pp. 681-684.
- [60] F. Sthal, E. Bigler, J. Maisonnnet, R. Bourquin, and B. Dulmet, "Langasite beam resonators: theoretical and experimental investigations," in *IEEE International Frequency Control Symposium*, Miami, Floride, 2006, pp. 481-484.
- [61] G. Douchet, F. Sthal, E. Bigler, and R. Bourquin, "Study of LGS crystal micro-resonator using flexure mode: Temperature compensated cuts," in *IEEE International Frequency*

- Control Symposium*, Honolulu, Hawaiï, 2008, pp. 332-336.
- [62] G. Douchet, F. Sthal, E. Bigler, and R. Bourquin, "Study of LGT crystal micro-resonator using length extensional mode," in *European Frequency and Time Forum*, Toulouse, France, 2008.
- [63] G. Douchet, F. Sthal, E. Bigler, and R. Bourquin, "Temperature Compensated Cuts in LGT Crystal Micro-Resonators using Length Extensional Mode," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 56, pp. 239-240, 2009.
- [64] Y. Bamberger and F. Voldoire, *Mécanique des structures : Initiations, approfondissements, applications*. Presses Ponts et Chaussées, 2008.
- [65] L. Delmas, F. Sthal, E. Bigler, B. Dulmet, and R. Bourquin, "Temperature-compensated cuts for length-extensional and flexural vibrating modes in GaPO₄ beam resonators," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 52, pp. 666-671, 2005.
- [66] G. Douchet, et al., "Study of Langasite crystal Micro-resonators using Length-extension Mode: Temperature-compensated Cuts and Applications to Atomic Force Microscopy," in *Advances in Science and Technology*, vol. 54, Acireale, Italie, 2008, pp. 56-61.
- [67] G. Douchet, F. Sthal, T. Leblois, E. Bigler, and R. Bourquin, "Resonant LGS Microsensor for Atomic Force Microscopy," in *Joint Meeting IEEE International Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum*, Besançon, France, 2009, pp. 826-830.
- [68] T. An, T. Egushi, K. Akiyama, and Y. Hasegawa, "Atomically-resolved imaging by frequency-modulation atomic force microscopy using a quartz length-extension resonator," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, p. 133114, 2005.
- [69] S. Heike and T. Hashizume, "Atomic resolution noncontact atomic force/scanning tunneling microscopy using a 1 MHz quartz resonator," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 83, no. 17, pp. 3620-3622, 2003.
- [70] F. J. Giessibl, "Atomic resolution on Si(111)-(7x7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 76, pp. 1470-1472, 2000.
- [71] B. Cretin and F. Sthal, "Scanning microdeformation microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, pp. 829-831, 1993.
- [72] F. Sthal, "Microscopie acoustique en champ proche à pointe vibrante," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat N° d'ordre 363, 1994.
- [73] P. Vairac, "Microscopie acoustique à pointe vibrante : approche quantitative en mode de flexion," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat N° d'ordre 556, 1996.
- [74] P. Vairac and B. Cretin, "Scanning microdeformation microscopy in reflection mode," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 68, pp. 461-463, Jan. 1996.
- [75] S. Queste, et al., "Deep Reactive Ion Etching of quartz, lithium niobate and lead titanate," in *JNTE*, 2008.
- [76] C. Tellier and T. Leblois, "Micromachining of quartz plates: Determination of a database

- by combined stereographic analysis and 3D simulation of etching shapes," *IEEE Transaction UFFC*, vol. 47, pp. 1204-1216, 2000.
- [77] T. Ueda, F. Kohsaka, D. Yamazaki, and T. Ilino, "Quartz crystal micromechanical devices," in *International Conference on Solid State Sensors*, 1985.
- [78] M. Giousouf, M. Weinmann, W. Scheerer, F. Assmus, and W. V. Münch, "Dynamic behaviour of a quartz extensional-mode non-tactile profile sensor," *Sensors and Actuators A*, vol. 61, pp. 287-292, 1997.
- [79] J. S. Danel, F. Michel, and G. Delapierre, "Micromachining of quartz and its application to an acceleration sensor," *Sensors and Actuators A*, vol. 23, pp. 971-977, 1990.
- [80] H. Wang, L. Xie, X. Wu, and S. Li, "Research on quartz wet etching and flatting process of sidewall arris," *Chinese Journal of Sensors and Actuators*, vol. 22, no. 12, pp. 1713-1716, 2009.
- [81] Femto-ST. [Online]. <http://www.femto-st.fr/fr/Centrale-de-technologie-MIMENTO/Ressources-disponibles/CAO/Cadence.php>
- [82] LayoutEditor. [Online]. <http://www.layouteditor.net/>
- [83] D. M. Dobkin and M. K. Zuraw, *Principles of Chemical Vapor Deposition*. Kluwer, 2003.
- [84] D. Smith, *Thin-Film Deposition: Principles and Practice*. MacGraw-Hill, 1995.
- [85] M. A. Lieberman and A. J. Lichtenber, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*. Wiley, 1994.
- [86] S. Durand, "Eléments sensibles piézo-résistifs sur substrats silicium d'orientation non conventionnelle : optimisation de la détection piézo-résistive et réalisation de corps d'épreuve par attaque chimique anisotrope," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat 479, 1995.
- [87] T. Messaoudi, "Microstructures résonnantes en quartz pour capteurs de température : Etude de la sensibilité en température, analyse des formes usinées et définition d'un procédé de découpe chimique.," Université de Franche-Comté Thèse de doctorat 651, 1998.
- [88] B. Puers and W. Sansen, "Compensation structures for convex corner micromachining in silicon," *Sensors and Actuators A*, vol. 23, pp. 1036-1041, 1990.
- [89] B. Cretin and P. Vairac, "Optical detection for scanning microdeformation microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 71, pp. 2082-2084, Oct. 1997.

ANNEXES

A. Calcul des CTF en extension

La fréquence propre du mode d'extension à $T = T_0$ est :

$$f_0 = \frac{1}{2l_0} \sqrt{\frac{1}{\rho_0 s_{22}}}$$

A la température T , on a alors :

$$\begin{aligned} f(T) &= \frac{1}{2l(T)} \sqrt{\frac{t(T)l(T)w(T)}{\rho_0 t_0 l_0 w_0 s_{22}(T)}} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{t(T)w(T)}{\rho_0 t_0 l_0 w_0 s_{22}(T)l(T)}} \\ &= \frac{1}{2} \sqrt{\frac{1}{\rho_0 t_0 l_0 w_0}} \sqrt{\frac{t(T)w(T)}{s_{22}(T)l(T)}} \end{aligned}$$

Le logarithme de $f(T)$ est :

$$\begin{aligned} \ln(f(T)) &= -\ln(2) - \frac{1}{2} \ln(\rho_0 t_0 l_0 w_0) \\ &\quad + \frac{1}{2} [\ln(t(T)) + \ln(w(T)) - \ln(s_{22}(T)) - \ln(l(T))] \end{aligned}$$

Le coefficient de température de la fréquence s'exprime :

$$T_{cf}^{(1)} = \left. \frac{f'(T)}{f(T)} \right|_{T=T_0} = (\ln(f(T)))' \Big|_{T=T_0}$$

Par dérivée logarithmique on obtient :

$$T_{cf}^{(1)} = \frac{1}{2} \left[\left. \frac{t'(T)}{t(T)} \right|_{T=T_0} + \left. \frac{w'(T)}{w(T)} \right|_{T=T_0} - \left. \frac{s_{22}'(T)}{s_{22}(T)} \right|_{T=T_0} - \left. \frac{l'(T)}{l(T)} \right|_{T=T_0} \right]$$

$$T_{cf}^{(1)} = \frac{1}{2} [\alpha_{11}^1 + \alpha_{33}^1 - T_{s_{22}}^1 - \alpha_{22}^1]$$

De même au second ordre :

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{2!} \frac{f''(T)}{f(T)} \Big|_{T=T_0} = \frac{1}{2} \left[(\ln(f(T)))'' \Big|_{T=T_0} + (T_{cf}^{(1)})^2 \right]$$

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{4} \left[\frac{t''(T)}{t(T)} - \left(\frac{t'(T)}{t(T)} \right)^2 + \frac{w''(T)}{w(T)} - \left(\frac{w'(T)}{w(T)} \right)^2 - \frac{s_{22}''(T)}{s_{22}(T)} + \left(\frac{s_{22}'(T)}{s_{22}(T)} \right)^2 - \frac{l''(T)}{l(T)} + \left(\frac{l'(T)}{l(T)} \right)^2 \right] \Big|_{T=T_0} + \frac{1}{2} (T_{cf}^{(1)})^2$$

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{4} \left(2\alpha_{11}^2 - (\alpha_{11}^1)^2 + 2\alpha_{33}^2 - (\alpha_{33}^1)^2 - 2T_{s_{22}}^2 + (T_{s_{22}}^1)^2 - 2\alpha_{22}^2 + (\alpha_{22}^1)^2 \right) + \frac{1}{2} (T_{cf}^{(1)})^2$$

B. Calcul des CTF en flexion

La fréquence propre du mode de flexion à $T = T_0$ est :

$$f_0 = \frac{\lambda^2 w_0}{2\pi l_0^2} \frac{1}{\sqrt{12\rho_0 s_{22}}}$$

A la température T , on a alors :

$$\begin{aligned} f(T) &= \frac{\lambda^2 w(T)}{2\pi l(T)^2} \sqrt{\frac{t(T)l(T)w(T)}{12\rho_0 t_0 l_0 w_0 s_{22}(T)}} = \frac{\lambda^2}{2\pi} \sqrt{\frac{t(T)w(T)^3}{12\rho_0 t_0 l_0 w_0 s_{22}(T)l(T)^3}} \\ &= \frac{\lambda^2}{2\pi} \sqrt{\frac{1}{12\rho_0 t_0 l_0 w_0}} \sqrt{\frac{t(T)w(T)^3}{s_{22}(T)l(T)^3}} \end{aligned}$$

Le logarithme de $f(T)$ est :

$$\begin{aligned} \ln(f(T)) &= 2 \ln(\lambda) - \ln(2\pi) - \frac{1}{2} \ln(12\rho_0 t_0 l_0 w_0) \\ &\quad + \frac{1}{2} [\ln(t(T)) + 3 \ln(w(T)) - \ln(s_{22}(T)) - 3 \ln(l(T))] \end{aligned}$$

Le coefficient de température de la fréquence s'exprime :

$$T_{cf}^{(1)} = \left(\frac{f'(T)}{f(T)} \right)_{T=T_0} = (\ln(f(T)))'_{T=T_0}$$

Par dérivée logarithmique on obtient :

$$T_{cf}^{(1)} = \frac{1}{2} \left[\left(\frac{t'(T)}{t(T)} \right)_{T=T_0} + 3 \left(\frac{w'(T)}{w(T)} \right)_{T=T_0} - \left(\frac{s_{22}'(T)}{s_{22}(T)} \right)_{T=T_0} - 3 \left(\frac{l'(T)}{l(T)} \right)_{T=T_0} \right]$$

$$T_{cf}^{(1)} = \frac{1}{2} [\alpha_{11}^1 + 3\alpha_{33}^1 - T_{s_{22}}^1 - 3\alpha_{22}^1]$$

De même au second ordre :

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{2!} \left(\frac{f''(T)}{f(T)} \right)_{T=T_0} = \frac{1}{2} \left[(\ln(f(T)))''_{T=T_0} + (T_{cf}^{(1)})^2 \right]$$

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{4} \left[\frac{t''(T)}{t(T)} - \left(\frac{t'(T)}{t(T)} \right)^2 + 3 \frac{w''(T)}{w(T)} - 3 \left(\frac{w'(T)}{w(T)} \right)^2 - \frac{s_{22}''(T)}{s_{22}(T)} + \left(\frac{s_{22}'(T)}{s_{22}(T)} \right)^2 - 3 \frac{l''(T)}{l(T)} + 3 \left(\frac{l'(T)}{l(T)} \right)^2 \right]_{T=T_0} + \frac{1}{2} (T_{cf}^1)^2$$

$$T_{cf}^{(2)} = \frac{1}{4} \left[2\alpha_{11}^2 - (\alpha_{11}^1)^2 + 6\alpha_{33}^2 - 3(\alpha_{33}^1)^2 - 2T_{s_{22}}^2 + (T_{s_{22}}^1)^2 - 6\alpha_{22}^2 + 3(\alpha_{22}^1)^2 \right] + \frac{1}{2} (T_{cf}^1)^2$$

C. Conception des masques avec Layout Editor

Les deux paires de masques sont conçues à partir du même fichier (Figure 125). Chaque couleur correspond à un niveau. On peut sélectionner les niveaux que l'on veut utiliser, les retrancher, etc. Outre les motifs des dispositifs et des électrodes, le masque est constitué de croix d'alignement des masques, de repères de positionnement des plaques par rapport aux masques et de cadres de support qui permettent de ressortir l'ensemble des dispositifs de la solution après l'usinage.

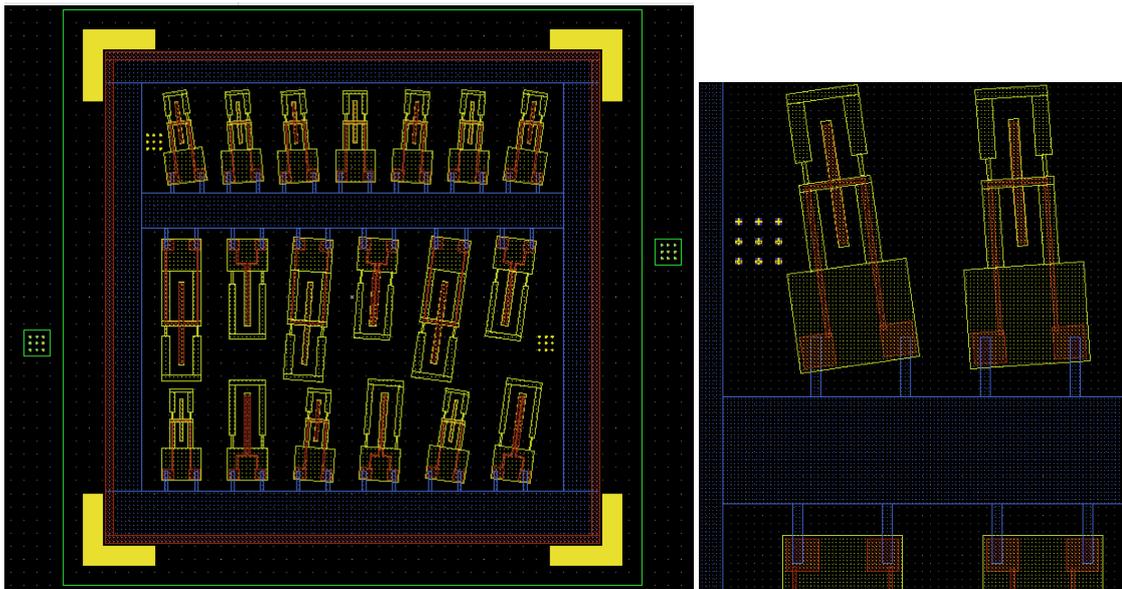


Figure 125 : Conception globale des masques avec Layout Editor. – Détail.

La Figure 126 montre les niveaux utilisés respectivement pour le masque des électrodes et celui des dispositifs.

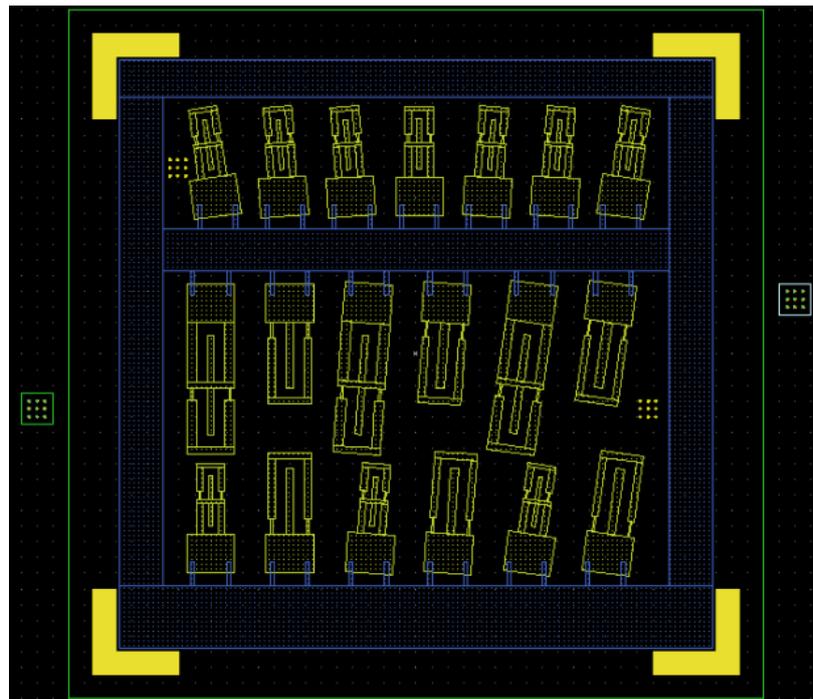
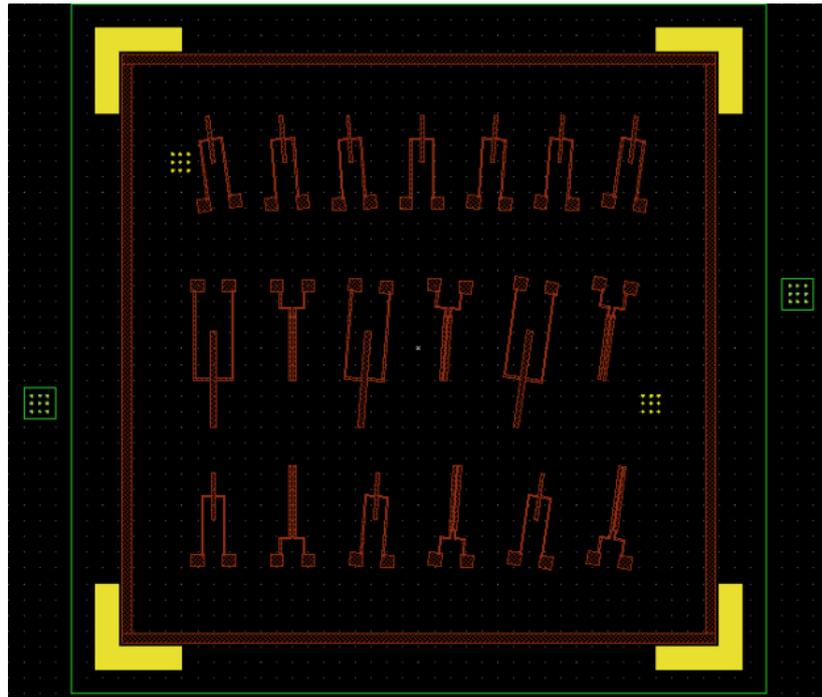


Figure 126 : Niveaux correspondant aux masques des électrodes et des dispositifs respectivement.

INDEX DES FIGURES

Figure 1 : Matériau sans centre de symétrie.....	17
Figure 2 : Matériau ayant un centre de symétrie	17
Figure 3 : Procédé de tirage de la méthode de Czochralski.....	19
Figure 4 : Monocristal de langasite (à gauche) et monocristal de langatate (à droite) © 2010 Fomos-Materials.	19
Figure 5 : Défaut apparu après le polissage.	22
Figure 6 : Résonateurs de type (a) barreau, (b) diapason et (c) plaque.....	28
Figure 7 : Résonateur de type BVA. Détail des pièces constitutives d'un tel résonateur.....	28
Figure 8 : Convention de la normale sortante X pour les matériaux piézoélectriques.....	30
Figure 9 : Illustration de l'orientation à simple rotation de θ° autour de l'axe ($X=X'$) : $(XYX')\theta^\circ$	31
Figure 10 : Configuration des électrodes pour la vibration en extension [55].	32
Figure 11 : Configuration des électrodes pour la vibration en flexion autour de X [55].	32
Figure 12 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes coupes de quartz (d'après [57]).	33
Figure 13 : Sensibilité relative en fonction de la température d'une lame de quartz de coupe LC (d'après [57]).	33
Figure 14 : Orientation d'une poutre ayant un angle de rotation θ dans le repère cristallographique (XYZ)...	36
Figure 15 : $Tcf1$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en extension.	41
Figure 16 : $Tcf2$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en extension.	41
Figure 17 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGS en flexion).	42
Figure 18 : $Tcf1$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en extension.	43
Figure 19 : $Tcf2$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en extension.	43
Figure 20 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGT en extension).	44
Figure 21 : Variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ (LGS et LGT en extension à $T = 25^\circ C$).	45
Figure 22 : $Tcf1$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en flexion.	46
Figure 23 : $Tcf2$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGS en flexion.	46
Figure 24 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGS en flexion).	47
Figure 25 : $Tcf1$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en flexion.	48
Figure 26 : $Tcf2$ en fonction de l'angle de rotation θ pour la LGT en flexion.	48
Figure 27 : Variation relative de fréquence en fonction de la température pour différentes orientations (LGT en flexion).	49
Figure 28 : Variation relative de fréquence en fonction de l'orientation θ (LGS et LGT en flexion à $T = 25^\circ C$).	50
Figure 29 : Comparaison des $Tcf1$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	51
Figure 30 : Dérivée par rapport à θ des $Tcf1$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	52
Figure 31 : Comparaison des $Tcf2$ en extension de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	52
Figure 32 : Comparaison des $Tcf1$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	53
Figure 33 : Dérivée par rapport à θ des $Tcf1$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	54
Figure 34 : Comparaison des $Tcf2$ en flexion de la LGS, de la LGT, du quartz et du $GaPO_4$	54
Figure 35 : Dimensions en mm du barreau en LGS et encastrement (en gris).	55
Figure 36 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un barreau de LGS en extension : déformée.	56
Figure 37 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un barreau de LGS en extension : potentiel électrique.....	56
Figure 38 : Orientation d'un diapason ayant un angle de rotation θ dans le repère cristallographique (XYZ).	57
Figure 39 : Modélisation par éléments finis avec COMSOL d'un bras du diapason en LGS en extension : potentiel électrique.	58
Figure 40 : Dimensions en mm du diapason simulé.....	59
Figure 41 : Encastrement du diapason (en gris).	59
Figure 42 : Modélisation par éléments finis avec ANSYS d'un diapason vibrant selon un mode de flexion dans le plan.	59

Figure 43 : Configuration du chargement électrique utilisé lors de la simulation.	60
Figure 44 : Dimensions réelles en mm du diapason en LGS (épaisseur 1 mm).	61
Figure 45 : Encastrement du résonateur vibrant en extension (en gris).	62
Figure 46 : Déformée du résonateur vibrant en extension.	62
Figure 47 : Déformée pour un mode proche du mode d'extension.	63
Figure 48 : Potentiel électrique.	63
Figure 49 : Comparaison des valeurs obtenues par simulation EF au modèle analytique (extension).	64
Figure 50 : Déformée d'un cantilever : flexion dans le plan.	64
Figure 51 : Potentiel électrique correspondant à la flexion dans le plan.	65
Figure 52 : Comparaison des valeurs obtenues par simulation EF au modèle analytique (extension).	65
Figure 53 : Déformée d'un cantilever : flexion hors plan.	65
Figure 54 : Potentiel électrique correspondant à la flexion hors plan.	66
Figure 55 : Configuration des électrodes nécessaire pour obtenir la flexion hors plan (flexion autour de Z). .	66
Figure 56 : Dispositif pour le collage des fils.	67
Figure 57 : Barreau soudé sur un support.	68
Figure 58 : Emplacement des électrodes de chaque diapason sur la plaque.	68
Figure 59 : Masque des électrodes pour les diapasons.	69
Figure 60 : Echantillon après la photolithographie.	69
Figure 61 : Scie annulaire.	70
Figure 62 : Diapason découpé sur lequel ont été collés des fils.	70
Figure 63 : Dispositif de mesure.	71
Figure 64 : Analyseur de réseau.	71
Figure 65 : Circuit électrique équivalent d'un résonateur.	72
Figure 66 : Variation de fréquence de résonance relative en fonction de la température des barreaux en LGS.	73
Figure 67 : Variation de fréquence de résonance relative en fonction de la température des barreaux en LGT.	74
Figure 68 : Fréquence relative en fonction de la température de diapasons en LGS orientés à $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 15^\circ$	75
Figure 69 : Amplitude (a) et phase (b) de la vibration en flexion d'un diapason en LGS.	77
Figure 70 : (a) Résonateur en quartz utilisé pour la microscopie à force atomique par modulation de fréquence. (b) La poutre centrale oscille selon la direction Z, symétriquement au point d'attache. (c) Image MEB de l'extrémité de la poutre avec pointe en tungstène. (d) Vue latérale de l'extrémité de la poutre. (e) Pointe en tungstène usinée par sonde ionique focalisée.	81
Figure 71 : Principe du microscope champ proche à pointe vibrante.	83
Figure 72 : Micro-levier hybride utilisé en microscopie champ proche.	83
Figure 73 : Diapasons en GaPO_4 usinés par ultra-sons dans une coupe Z.	84
Figure 74 : GaPO_4 usiné par DRIE.	85
Figure 75 : Forme des résonateurs vibrant en extension.	87
Figure 76 : Forme des résonateurs vibrant en flexion.	87
Figure 77 : Dispositif expérimental pour l'usinage chimique des plaques de langasite.	88
Figure 78 : Taux de dissolution à 60 °C des coupes X, Y et Z de la langasite pour différentes solutions acides inorganiques (d'après [49]).	89
Figure 79 : Sous-gravure latérale.	90
Figure 80 : Sous-gravure en coin concave.	91
Figure 81 : Sous-gravure en coin convexe.	91
Figure 82 : Zones de sous-gravure latérale, en coin concave et en coin convexe (résonateur en extension). ...	91
Figure 83 : Zones de sous-gravure latérale, en coin concave et en coin convexe (résonateurs en flexion).	92
Figure 84 : Coupe Y ($\theta = 0^\circ$) et coupe Y' (rotation de la coupe Y de l'angle θ autour de l'axe X).	92
Figure 85 : Variation de la vitesse d'usinage à 60 °C en fonction de l'angle θ , donc dans le plan de la coupe X (d'après [50]).	93
Figure 86 : Masque version V1.	94
Figure 87 : Masque version V2.	95
Figure 88 : Cadres destinés à équilibrer l'usinage des poutres.	95
Figure 89 : Dissymétrie entre les deux moitiés de la poutre.	95
Figure 90 : Masque version V3 pour les électrodes.	96
Figure 91 : Masque version V3 pour les dispositifs.	96

Figure 92 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le grand résonateur fonctionnant en extension (en μm).	97
Figure 93 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le petit résonateur fonctionnant en extension (en μm).	97
Figure 94 : Dimensions utilisées lors de la conception du masque V3 pour le résonateur fonctionnant en flexion dans le plan (en μm).	97
Figure 95 : Positionnement des électrodes sur un résonateur fonctionnant en extension.	98
Figure 96 : Positionnement des électrodes sur un résonateur fonctionnant en flexion.	98
Figure 97 : Vue en coupe du positionnement relatif des électrodes sur la section droite de la poutre (a) pour l'extension (b) pour la flexion dans le plan.	98
Figure 98 : Processus de photolithographie et d'usinage utilisé avec les masques de la version V1 et de la version V2.	102
Figure 99 : Echantillons de LGS après les étapes de photolithographie (masque V1 à gauche et masque V2 à droite).	102
Figure 100 : Echantillon de LGS après les étapes de photolithographie avec les masques des électrodes V3.	103
Figure 101 : Echantillon de LGS après les étapes de photolithographie avec les masques des dispositifs V3.	104
Figure 102 : Processus de photolithographie et d'usinage utilisé avec les masques de la version V3.	105
Figure 103 : Echantillon de LGS après l'usinage chimique.	106
Figure 104 : Image MEB d'un dispositif destiné à vibrer en extension.	107
Figure 105 : Couche de métal en cours de décollement.	107
Figure 106 : Bords irréguliers d'une poutre.	108
Figure 107 : Bords irréguliers à l'échelle microscopique.	108
Figure 108 : (a) Piquetage. (b) Détail au MEB.	109
Figure 109 : Illustration de plans bloquants.	109
Figure 110 : Zoom sur les plans bloquants dans les angles du trou entourant la poutre.	110
Figure 111 : Angle ϕ définissant l'orientation des plans bloquants.	110
Figure 112 : Résonateur non-percé.	111
Figure 113 : Coins concaves.	111
Figure 114 : Coins convexes.	112
Figure 115 : Pointe observée au MEB et détail.	113
Figure 116 : Spectre d'amplitude pour un grand résonateur vibrant en extension.	114
Figure 117 : Amplitude et phase à la résonance pour un grand résonateur vibrant en extension.	115
Figure 118 : Fréquence propre relative en fonction de la température pour un grand résonateur vibrant en extension. Comparaison au modèle.	116
Figure 119 : Fréquence propre relative en fonction de la température pour un petit résonateur vibrant en extension. Comparaison au modèle.	117
Figure 120 : Principe de l'interféromètre à sonde hétérodyne utilisé pour mesurer les vibrations du cantilevers.	118
Figure 121 : Cantilever après séparation manuelle des électrodes et collage des fils.	118
Figure 122 : Spectre d'amplitude de vibration.	119
Figure 123 : Amplitude et phase à la résonance du mode.	119
Figure 124 : Amplitude du déplacement en fonction de la tension d'excitation.	120
Figure 125 : Conception globale des masques avec Layout Editor. – Détail.	135
Figure 126 : Niveaux correspondant aux masques des électrodes et des dispositifs respectivement.	136

INDEX DES TABLEAUX

Tableau 1 : Constantes élastiques linéaires de souplesse de la LGS (en $10^{-12} \text{m}^2/\text{N}$).	22
Tableau 2 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGS (au premier ordre).	23
Tableau 3 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGS (au deuxième ordre).	23
Tableau 4 : Coefficients de permittivité relatifs de la LGS.	23
Tableau 5 : Coefficients piézoélectriques inverses (en C/m^2) de la LGS.	23
Tableau 6 : Coefficients piézoélectriques directs de la LGS ($10^{-12} \text{C}/\text{N}$).	24
Tableau 7 : Coefficients de dilatation au premier (en $10^{-6}/^\circ\text{C}$) et au second ordre (en $10^{-9}/^\circ\text{C}^2$) de la LGS.	24
Tableau 8 : Constantes élastiques linéaires de souplesse de la LGT (en $10^{-12} \text{m}^2/\text{N}$).	24
Tableau 9 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGT (au premier ordre).	24
Tableau 10 : Sensibilité thermique des constantes élastiques de souplesse de la LGT (au deuxième ordre). ..	25
Tableau 11 : Coefficients de permittivité relatifs de la LGT.	25
Tableau 12 : Coefficients piézoélectriques inverses (en C/m^2) de la LGT.	25
Tableau 13 : Coefficients piézoélectriques directs de la LGT ($10^{-12} \text{C}/\text{N}$).	25
Tableau 14 : Coefficients de dilatation au premier (en $10^{-6}/^\circ\text{C}$) et au second ordre (en $10^{-9}/^\circ\text{C}^2$) de la LGT.	25
Tableau 15 : Comparaison des propriétés du quartz à celles d'autres matériaux piézoélectriques analogues.	27
Tableau 16 : Coefficients de température de la fréquence du 2 nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en extension (LGS).	42
Tableau 17 : Coefficients de température de la fréquence du 2 nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en extension (LGT).	44
Tableau 18 : Coefficients de température de la fréquence du 2 nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en flexion (LGS).	47
Tableau 19 : Coefficients de température de la fréquence du 2 nd ordre pour une poutre de section rectangulaire vibrant en flexion (LGT).	49
Tableau 20 : Comparaison des coupes compensées en température de la LGS et de la LGT avec le quartz et le GaPO ₄ (extension).	51
Tableau 21 : Comparaison des coupes compensées en température de la LGS et de la LGT avec le quartz et le GaPO ₄ (flexion).	53
Tableau 22 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ	57
Tableau 23 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ , pour un bras du diapason.	58
Tableau 24 : Comparaison des fréquences obtenues par le modèle analytique et la simulation par éléments finis pour différentes valeurs de θ , pour le diapason entier.	60
Tableau 25 : Comparaison de la fréquence de résonance du diapason dissymétrique à celle du diapason symétrique.	61
Tableau 26 : Comparaison des mesures effectuées sur des barreaux en LGS pour différentes valeurs de θ . ..	73
Tableau 27 : Comparaison des mesures effectuées sur des barreaux en LGT pour différentes valeurs de θ . ..	74
Tableau 28 : Valeurs expérimentales de $Tcf1$ et $Tcf2$ pour un diapason en LGS vibrant en flexion et comparaison à la théorie.	76
Tableau 29 : Comparaison des mesures effectuées sur des diapasons en LGS pour différentes valeurs de θ . ..	77
Tableau 30 : Comparaison des sensibilités du quartz, de la LGS, de la LGT et du GaPO ₄	82
Tableau 31 : Paramètres motionnels à la résonance du mode d'extension.	116

Résumé

Les travaux présentés dans ce mémoire portent sur l'étude de matériaux piézoélectriques de synthèse de la famille des langasite et sur la réalisation de micro-résonateurs basse fréquence dans ces matériaux.

La première partie de l'étude se concentre sur la recherche des orientations des coupes compensées en température pour les coupes X de la langasite (LGS) et de la langatate (LGT), pour les modes d'extension selon Y et de flexion autour de X. Un modèle analytique simple et des simulations par éléments finis permettent de déterminer les valeurs théoriques de ces orientations. Des dispositifs de types barreau et diapason sont ensuite réalisés afin d'effectuer des mesures électriques pour confirmer l'existence de ces coupes compensées.

La seconde partie de l'étude concerne la fabrication de micro-résonateurs en langasite. Plusieurs méthodes d'usinage (mécanique, DRIE,...) sont envisagées avant que notre choix ne se porte sur l'usinage chimique (solution HCl). Le procédé de fabrication est détaillé puis des mesures de vibration sont menées pour les dispositifs obtenus.

Mots clés : langasite, langatate, LGS, LGT, coupes compensées en température, coupe X, usinage chimique, DRIE, micro-résonateur.

Summary

The work presented in this thesis concerns the study of synthetic piezoelectric materials (langasite family crystals) and the manufacture of low-frequency micro-resonators with these materials.

The first part of the study focuses on the finding of temperature-compensated cuts for X-cut plates of langasite (LGS) and langatate (LGT), for the length-extension along the Y axis and flexure around the X axis modes. The theoretical values of the orientation angle of the temperature-compensated cuts are obtained through an analytical model and finite element simulations. Bar-type devices and tuning forks are then made and used to perform electrical measurements to confirm the existence of these compensated cuts.

The second part of the study is about the manufacture of langasite micro-resonators. Several processing methods are considered before the choice of chemical etching in an HCl-based solution. The manufacturing process is detailed and vibration measurements are carried out on the devices.

Keywords: langasite, langatate, LGS, LGT, temperature-compensated cuts, X-cut, chemical etching, DRIE, micro-resonator.