



**HAL**  
open science

# Comment améliorer la dérive des résonateurs à quartz pour applications spatiales ?

Delmas Bd Bruno

► **To cite this version:**

Delmas Bd Bruno. Comment améliorer la dérive des résonateurs à quartz pour applications spatiales ?. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Franche-Comté, 2009. Français. NNT : . tel-00449571

**HAL Id: tel-00449571**

**<https://theses.hal.science/tel-00449571>**

Submitted on 22 Jan 2010

**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

par

**Bruno DELMAS**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE FRANCHE-COMTE**

Spécialité

**SCIENCE POUR L'INGENIEUR**

**Comment améliorer la dérive des résonateurs  
à quartz pour applications spatiales ?**

Soutenue le 09/11/2009 devant la commission d'examen :

Président	Roger BOURQUIN	Professeur à l'ENSMM,
Rapporteurs	Daniel ROYER	Professeur à l'université PARIS VII,
	Philippe MAUREL	Ingénieur Thalès UnderWater System, HDR,
Examineurs	Jean-Jacques BOY	Ingénieur de recherche à l'ENSMM, HDR,
	Fabrice STHAL	Professeur à l'ENSMM,
	Olivier BEL	Ingénieur R&D TEMEX,
	Skandar BASROUR	Professeur à l'université Joseph Fourier (Grenoble),
	Jacques DETAINT	Chercheur CNRS à l'IMPMC (PARIS VI),



# Remerciements.

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont été financés par la société TEMEX et réalisés au sein du département temps-fréquence du laboratoire FEMTO-ST situé à l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques (ENSMM) à Besançon. Ces travaux ont pu aboutir au présent manuscrit grâce aux nombreuses collaborations qui ont eu lieu au cours de ces années.

Je tiens à commencer par exprimer toute ma gratitude à mon directeur de thèse, Jean-Jacques Boy<sup>1</sup>. Je lui suis très reconnaissant pour la confiance qu'il m'a témoignée. Ces trois années passées à travailler à ses côtés ont été extrêmement enrichissantes. J'attribue une partie de la réussite de cette collaboration entre l'entreprise TEMEX et le laboratoire à Olivier Bel<sup>2</sup> qui s'est régulièrement battu pour obtenir des moyens pour les différentes expérimentations.

Je remercie Messieurs Michel de Labachellerie<sup>1</sup> (directeur de FEMTO-ST), Roger Bourquin<sup>1</sup> (directeur du département temps-fréquence de FEMTO-ST jusqu'en 2008) et Bernard Dulmet<sup>1</sup> (directeur du département temps-fréquence de FEMTO-ST depuis 2008) pour m'avoir permis de réaliser mes travaux de recherche au sein du département temps-fréquence du laboratoire FEMTO-ST.

Je remercie également les membres du jury pour avoir examiné mes travaux :

- Roger Bourquin pour avoir présider ce jury,
- Daniel ROYER et Philippe Maurel pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse,
- Jacques Détaint, Skandar Basrou, Fabrice Sthal et Olivier Bel pour leurs participations au jury,
- Jean-Jacques Boy, pour avoir dirigé mes travaux de recherche.

La réussite de ces travaux de recherche est le résultat d'un travail d'équipe sur les différentes tâches de ce projet. De nombreuses personnes m'ont aidés et je tiens à les remercier pour leur participation à l'avancé de mes études.

Je tiens à citer Jean-Pierre Romand<sup>1</sup> pour son savoir-faire exceptionnel de l'usinage des lames de quartz. Je le remercie également pour toutes les discussions et les réflexions sur la technologie du résonateurs à quartz.

Je souhaite aussi souligner l'aide apportée par les ingénieurs de TEMEX, notamment Laurent Couteleau<sup>2</sup>, Yves Gavory<sup>2</sup>, Mickael Chevallot<sup>2</sup>, Dominique Capouillet<sup>5</sup> et Thierry Briolat<sup>5</sup>.

Je remercie notamment Philippe Abbé<sup>1</sup>, Nathalie Franquet<sup>1</sup> et Pierre Cassard<sup>1</sup> pour le travail indispensable qu'ils ont produit. Merci à Valérie De Bruyne<sup>2</sup> et Fabienne Cornu<sup>1</sup> qui ont toujours été très disponible pour fournir les informations et les conseils dont j'ai eu besoin.

Je salue la disponibilité de plusieurs personnes pour les services qu'ils m'ont rendu :

- Gérard Michel<sup>3</sup> pour son expertise de l'usinage microtechnique,
- Nicolas Martin<sup>1</sup> et Christophe Vincent<sup>1</sup> pour l'aide qu'il m'ont apporté avec les nombreuses caractérisations de mes dispositifs.
- Roland Salut<sup>1</sup> pour les tests d'usinage au laser femtosecond.
- Olivier Heintz<sup>4</sup> pour les analyses SIMS de mes échantillons.

Je tiens à saluer plus globalement toutes les personnes du laboratoire qui ont pris le temps de répondre à mes questions.

Enfin, un grand merci à ma famille, ma compagne et sa famille pour leur soutien indéfectible et leur encouragement pendant ces années d'études. J'exprime toute ma gratitude à ma compagne pour son travail de relecture et son rôle essentiel dans la finalisation de ce projet.

---

1. Personnel de l'institut FEMTO-ST à Besançon.
2. Personnel de l'entreprise TEMEX à Troyes.
3. Personnel de l'ENSMM à Besançon.
4. Personnel de l'institut Carnot de bourgogne à Dijon.
5. Personnel ayant quitté TEMEX en 2007 et 2008.





# Table des matières

<b>Remerciements.</b>	<b>3</b>
<b>Table des matières</b>	<b>7</b>
<b>Introduction</b>	<b>11</b>
<b>1 Généralités</b>	<b>17</b>
1.1 <u>Cristallographie du quartz et ses conventions.</u> . . . . .	17
1.1.1 La structure cristalline. . . . .	17
1.1.2 Les conventions pour le quartz. . . . .	19
1.1.3 Rotation des propriétés et matrice de Bond. . . . .	22
1.2 <u>La propagation des ondes.</u> . . . . .	23
1.2.1 Les ondes élastiques. . . . .	23
1.2.2 Le résonateur à quartz de coupe SC. . . . .	26
<b>2 La sensibilité accélérométrique.</b>	<b>31</b>
2.1 <u>Théorie de la sensibilité accélérométrique.</u> . . . . .	32
2.2 <u>Mesure de la sensibilité accélérométrique.</u> . . . . .	34
2.2.1 Vibration sinusoïdale. . . . .	37
2.2.2 Vibration aléatoire. . . . .	38
2.2.3 '2g-tipover' . . . . .	38
<b>3 Le vieillissement des résonateurs à quartz à ondes de volume.</b>	<b>41</b>
3.1 <u>Description du vieillissement.</u> . . . . .	41
3.2 <u>Les mécanismes du vieillissement.</u> . . . . .	53
3.2.1 Les transferts de masse. . . . .	53
3.2.1.1 La contamination. . . . .	54
3.2.1.2 L'adsorption-désorption. . . . .	56
3.2.1.3 Les effets de diffusion. . . . .	59
3.2.1.4 Dégazage du matériau quartz. . . . .	63
3.2.2 Etat des contraintes mécaniques. . . . .	65
3.2.2.1 Les électrodes. . . . .	65
3.2.2.2 La structure de montage. . . . .	67
3.2.2.3 La fabrication. . . . .	75
<b>4 Etude des contraintes mécaniques dans le résonateur.</b>	<b>77</b>
4.1 <u>Introduction.</u> . . . . .	77
4.2 <u>L'effet force-fréquence.</u> . . . . .	79

4.2.1	Description de la sensibilité force-fréquence. . . . .	79
4.2.2	Expression théorique du coefficient force-fréquence $K_f(\Psi)$ . . . . .	81
4.2.3	Principales propriétés du coefficient $K_f(\Psi)$ . . . . .	83
4.3	<u>Réflexion sur la conception du résonateur.</u> . . . . .	86
4.3.1	Le résonateur BVA. . . . .	86
4.3.2	Le résonateur rainuré. . . . .	88
4.3.3	Le résonateur suspendu à une bague. . . . .	89
4.4	<u>Fabrication des différents types de résonateurs.</u> . . . . .	91
4.4.1	Le résonateur BVA. . . . .	91
4.4.2	Le résonateur rainuré. . . . .	91
4.4.3	Le résonateur suspendu à une bague. . . . .	92
4.5	<u>Caractérisation : effet force-fréquence et sensibilité accélérométrique.</u> . . . . .	95
4.5.1	<u>Essai force-fréquence.</u> . . . . .	95
4.5.1.1	Dispositif expérimental. . . . .	95
4.5.1.2	Protocole de mesure. . . . .	97
4.5.1.3	Le résonateur standard. . . . .	99
4.5.1.4	Le résonateur rainuré. . . . .	101
4.5.1.5	Le résonateur suspendu à bague. . . . .	102
4.5.1.6	Le résonateur $BVA_4$ . . . . .	102
4.5.1.7	Observations et remarques sur le filtrage des contraintes. . . . .	103
4.5.1.8	Bilan et remarques sur l'effet force-fréquence. . . . .	106
4.5.2	Mesure de sensibilité accélérométrique . . . . .	106
4.6	<u>Modélisation des différents résonateurs.</u> . . . . .	109
4.7	<u>Une nouvelle géométrie de résonateur.</u> . . . . .	110
4.7.1	Fabrication des prototypes. . . . .	110
4.7.2	Caractérisation des prototypes. . . . .	111
4.8	<u>Conclusions et perspectives.</u> . . . . .	112
<b>5</b>	<b><u>Etude du pré-vieillissement des résonateurs à quartz.</u></b> . . . . .	<b>115</b>
5.1	<u>Description du pré-vieillissement.</u> . . . . .	115
5.2	<u>Méthode des plans factoriels fractionnaires.</u> . . . . .	120
5.2.1	le but d'une expérimentation. . . . .	120
5.2.2	Plans factoriels complets à 2 niveaux . . . . .	122
5.2.3	Le plan factoriel fractionnaire. . . . .	125
5.2.4	Démarche pratique d'élaboration d'un plan d'expérience. . . . .	128
5.3	<u>Le plan d'expérience sur le pré-vieillissement.</u> . . . . .	130
5.3.1	Objectif de l'étude. . . . .	130
5.3.2	Analyse des besoins et des moyens techniques. . . . .	131
5.3.3	Choix et définition du domaine d'étude. . . . .	131
5.3.4	Construction du plan : choix des essais. . . . .	134
5.3.5	Matériels employés. . . . .	136
5.3.5.1	Le banc de mesure. . . . .	136
5.3.5.2	Les oscillateurs. . . . .	139
5.3.5.3	Les résonateurs. . . . .	141
5.3.6	Préparation des essais. . . . .	142
5.3.7	Réalisation et suivi des essais. . . . .	145
5.3.8	Analyse des résultats. . . . .	148

5.3.8.1	Résultats du plan d'expérience avec le vieillissement initial comme réponse. . . . .	150
5.3.8.2	Interprétation des résultats sur le vieillissement initial. . .	152
5.3.8.3	Résultats du plan d'expérience avec le vieillissement no- minal comme réponse. . . . .	154
5.3.8.4	Interprétation des résultats sur le vieillissement nominal. .	154
5.4	<u>Conclusion.</u> . . . . .	157
	<b>Conclusion générale.</b>	<b>161</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>167</b>
	<b>Acronymes.</b>	<b>173</b>
	<b>A Propriétés du quartz.</b>	<b>175</b>
	<b>B Rotation des tenseurs.</b>	<b>177</b>
	<b>C Les oscillateurs mannequins.</b>	<b>179</b>



# Introduction

La piézoélectricité, pressentie au milieu du XIXe siècle d'après les théories cristallographiques de René Just Haüy, a été mise en évidence à Paris en 1880 par les frères Pierre et Jacques Curie. Ils montrèrent que des charges électriques apparaissent sur certaines faces des cristaux de quartz, topaze, tourmaline, canne à sucre et sel de Rochelle dès que ceux-ci sont soumis à des forces mécaniques. La théorie des cristaux piézoélectriques fut déduite mathématiquement du principe de la thermodynamique par Lippmann en 1881. En même temps, les frères Curie démontrèrent la réversibilité du phénomène physique de la piézoélectricité en appliquant un champ électrique sur un de ces matériaux et en observant la déformation induite qui traduit les contraintes mécaniques.

La piézoélectricité est restée pendant longtemps un domaine d'étude et les champs d'application se limitaient aux travaux de recherche jusqu'à la première guerre mondiale qui fut l'occasion des premières applications. En 1917, P. Langevin développa un dispositif de génération d'ondes ultrasonores à l'aide d'une lame de quartz excitée par un signal alternatif. Ces ondes se réfléchissant sur des objets sont ensuite mesurées électriquement à l'aide d'autres lames de quartz, on pouvait ainsi détecter la présence de sous-marins. C'était la naissance des sonars.

Par la suite, W. G. Cady réalisa le premier oscillateur électronique stabilisé par un cristal de quartz. Il établit le schéma électronique équivalent du résonateur piézoélectrique qui marqua l'association de la piézoélectricité à l'électronique. Cette conjugaison des disciplines de pointe permit la génération de fréquences extrêmement stables pour la mesure du temps et dans les années trente, ces technologies ont servi à mettre en relief les irrégularités de la rotation de la Terre.

Avec la seconde guerre mondiale, le domaine de la piézoélectricité entra dans l'ère de l'industrie avec cinquante millions de résonateurs à quartz produits aux États-Unis. C'est aussi à cette période que des études sur des céramiques ont été menées et ont ouvert d'autres domaines d'application avec l'utilisation de l'effet piézoélectrique bien plus intense.

Les applications militaires ont participé ainsi à l'essor des résonateurs piézoélectriques à quartz. Par la suite, avec la course à la découverte spatiale, les chercheurs de la communauté mondiale ont oeuvré à améliorer la connaissance de la physique des résonateurs acousto-électroniques. Depuis les exigences de ces utilisateurs n'ont cessé de grandir et ainsi les performances des résonateurs ont progressé. Aujourd'hui, la miniaturisation pousse à conserver cet état de l'art en réduisant drastiquement les dimensions. Les résonateurs montés en oscillateur jouent un rôle important dans le positionnement et les télécommunications. La fiabilité de ces applications impose d'avoir d'excellentes stabilités à long terme (vieillessement) ou sur des temps courts (quelques secondes), sous accéléra-

tion ou radiations.

Dans un résonateur, la piézoélectricité est employée pour générer ou détecter des ondes élastiques, de volume ou de surface, ou stationnaires. Elles sont à la base du fonctionnement des composants et instruments acousto-électroniques ou acousto-optiques. C'est ainsi, grâce à l'effet piézoélectrique, que l'électronique bénéficie des propriétés mécaniques remarquables de certains cristaux comme leur très grand coefficient de qualité : des résonateurs électromécaniques (par exemple en quartz) sont insérés directement dans des circuits, leurs vibrations mécaniques étant entretenues par un signal électrique.

Le résonateur constitue le composant de base d'un oscillateur. Ainsi, cet ensemble délivre une fréquence extrêmement stable qui est exploitée dans de nombreux domaines comme le "spatial", le "militaire" ou bien le "professionnel". Pour des applications spatiales ou militaires, la stabilité de la fréquence à long terme est une des performances cruciales compte tenu de la durée de vie de ses applications, sachant, d'autant plus, que le MTBF (Mean Time Before Failure) d'un oscillateur à quartz est beaucoup plus grand que n'importe quelle autre horloge.

Le couplage entre la mécanique et l'électricité permet d'entretenir la vibration acoustique à la fréquence des modes propres du matériau. Voici quelques modes propres pour une coupe particulière dans le quartz :

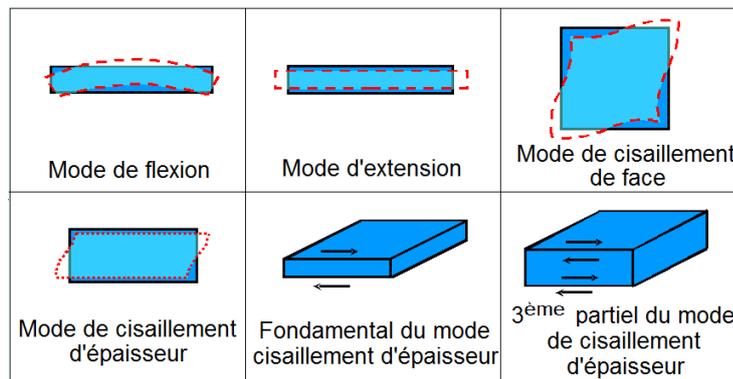


FIGURE 0.1: Quelques modes de vibration [extrait du tutorial rédigé par J.R. Vig].

Le cisaillement d'épaisseur correspond à une vibration dans le plan où les couches atomiques se déplacent les unes par rapport aux autres formant ainsi un mouvement d'ensemble dans l'épaisseur de la pièce.

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire portent sur des résonateurs en cisaillement d'épaisseur. Le matériau du résonateur piézoélectrique lui confère des facilités pour l'excitation électrique mais aussi des capacités de stabilité et des particularités de sensibilité ou d'insensibilité à des contraintes extérieures telles que la température ou les forces mécaniques. Les matériaux piézoélectriques sont anisotropes et l'orientation du résonateur par rapport aux axes cristallographiques intervient dans les caractéristiques du résonateur. Ici, nous travaillons avec le matériau de la piézoélectricité par excellence, le quartz. Il est donc important de rappeler des notions de cristallographie pour introduire

les conventions angulaires sur lesquelles s'appuient la définition des angles de coupe et leurs propriétés mécaniques et piézoélectriques auxquelles nous ferons souvent référence tout au long de ce document. Ce rappel sera fait au début du premier chapitre.

Depuis les premiers pas des résonateurs piézoélectriques avec le sonar, les applications se sont multipliées que ce soit pour les domaines spatial, militaire ou professionnel. Ces composants se trouvent désormais dans les téléphones portables, les GPS, les voitures, les avions, les satellites et bien d'autres appareils nous entourant. Ils servent à mesurer, à synchroniser et doivent donc être très fiables et précis. Le type de résonateurs que nous étudions ici est plutôt destiné aux applications spatiales et militaires sur lesquelles il n'est pas possible d'intervenir en maintenance. Leur fonctionnement doit être sûr et maîtrisé. Ainsi, l'évolution des performances de ces résonateurs doit être connue et ce, pour des dizaines d'années. Dans le domaine spatial, ces composants subissent des conditions extérieures très exigeantes avec les chocs lors du lancement et les systèmes pyrotechniques, la température, les radiations et les vibrations. Mais indépendamment de ces agressions, le résonateur évolue avec le temps, c'est ce qu'on appelle le vieillissement.

Pour avoir un ordre d'idée des valeurs de vieillissement en fonction du type d'oscillateur, de l'encombrement, de la plage de fonctionnement et de son coût nous avons dressé le tableau suivant à partir du tutorial de J. R. Vig.

	Oscillateurs à quartz			Horloges atomiques		
	TCXO	MCXO	OCXO	Rubidium	RbXO	Cesium
Vieillessement / an	$5 \times 10^{-7}$	$2 \times 10^{-8}$	$5 \times 10^{-9}$	$2 \times 10^{-10}$	$2 \times 10^{-10}$	$5 \times 10^{-11}$
Stabilité / température (Plage de T, °C)	$5 \times 10^{-7}$ (-55 à +85)	$3 \times 10^{-8}$ (-55 à +85)	$1 \times 10^{-9}$ (-55 à +85)	$3 \times 10^{-10}$ (-55 à +68)	$5 \times 10^{-10}$ (-55 à +85)	$2 \times 10^{-11}$ (-28 à +65)
Stabilité, $\sigma_y(\tau)$ ( $\tau = 1\text{s}$ )	$1 \times 10^{-9}$	$3 \times 10^{-10}$	$1 \times 10^{-12}$	$3 \times 10^{-12}$	$5 \times 10^{-12}$	$5 \times 10^{-11}$
Volume (cm <sup>3</sup> )	10	30	20-200	200-800	1 000	6 000
Prix (~€)	10 - 100	<1 000	200-2 000	2 000-8 000	<10 000	50 000

FIGURE 0.2: Performances des différentes sources de fréquence (2004).

Chaque type de source de fréquence est utilisé dans un champ d'application restreint, ceci est évidemment dû au prix des sources ultrastables et aussi à leur encombrement. Les télécommunications utilisent plutôt des oscillateurs de type MCXO et TCXO alors que les OCXO sont couramment utilisés pour les systèmes de navigation et les radars. Les horloges atomiques, qu'il s'agisse de technologies rubidium ou césium, visent des domaines plus stratégiques pour chaque pays. Le comportement des horloges atomiques est amélioré en comprenant un résonateur à quartz pour assurer une bonne stabilité à court terme.

Le vieillissement se caractérise par une dérive systématique de la fréquence en fonction du temps. Dès lors que la fréquence du résonateur est utilisée pour le positionnement, par

exemple, la moindre variation induit une erreur non négligeable dont les conséquences peuvent être dramatiques comme dans le cas de la construction d'ouvrage d'art, c'est aussi le cas pour la navigation et de nombreuses autres applications. C'est pour cette raison que le vieillissement est tout d'abord mesuré pendant une trentaine de jours (durée minimale préconisée par les normes) puis prédit à partir de cette mesure et de l'expérience du fabricant.

Aujourd'hui encore, la prédiction du vieillissement est délicate à établir car le résonateur va être exposé à un environnement (variation de température, chocs et vibrations mécaniques) qui va perturber son évolution normale. Après tous les travaux de recherche déjà effectués sur ce sujet, cette dérive intrinsèque au cours du temps n'est pas encore parfaitement maîtrisée car plusieurs phénomènes physiques se superposent rendant l'étude de chacun d'eux très délicate. De plus, les conditions initiales peuvent varier en fonction de la fabrication et compliquer le travail de modélisation de chaque phénomène physique. Quoiqu'il en soit, pour un résonateur donné, son vieillissement se stabilise habituellement vers une valeur nominale quasi-linéaire. Cette valeur nominale est sensiblement liée aux phénomènes physiques évoluant dans le boîtier du résonateur. Nous les dénombrerons et nous détaillerons leurs effets sur la variation de fréquence dans le chapitre 3.

La maîtrise et l'amélioration du vieillissement nécessitent une bonne connaissance des phénomènes physiques et de leur influence sur la fréquence de résonance. Ainsi, la prédiction sera plus juste et permettra de diminuer son amplitude, augmentant de ce fait la durée de vie des sources de fréquence ultrastable.

Dans ce mémoire, nous exposons les moyens que nous avons mis en oeuvre pour améliorer la connaissance du vieillissement. Ainsi nous commençons par un rappel des conventions utilisées dans la cristallographie que nous complétons par quelques mots sur la théorie de la propagation des ondes élastiques.

Ensuite, nous avons trouvé judicieux de rappeler ce que représente la sensibilité accélérométrique et les moyens pour la mesurer. L'intérêt de ce chapitre prend tout son sens au fur et à mesure des chapitres qui suivent, notamment les chapitres 3 et 4.

Le chapitre 3 consiste en une présentation des phénomènes physiques mis en jeu dans le vieillissement et l'état des connaissances de celui-ci. Nous présentons l'influence des étapes de la fabrication sur la qualité de la stabilité à long terme du résonateur à ondes de volume. C'est pour cette raison qu'on expose la technologie des résonateurs, le design, la fabrication qui consistent en un ensemble de compromis pour qu'un oscillateur ait des performances satisfaisantes.

Dans le chapitre 4, nous présentons un des deux axes de travail menés lors de cette étude de l'amélioration du vieillissement d'un résonateur. Cet axe de recherche converge sur un des phénomènes physiques qui peut être modélisé pour en améliorer la compréhension. Il s'agit des contraintes mécaniques dans la lame de quartz introduites par la structure de maintien de celle-ci dans le boîtier. Cette étude passe impérativement par la connaissance de l'influence de force extérieure sur la fréquence de résonance, c'est l'effet

"force-fréquence". Nous en présenterons la théorie et les mesures que nous avons effectuées. A l'aide de la modélisation en éléments finis, nous observons la répartition des contraintes dans le volume pour avoir une base de réflexion à la conception d'un dispositif filtrant ces contraintes mécaniques. Cette réflexion a abouti sur la définition d'un prototype que nous avons fabriqué et caractérisé.

Ce travail de recherche comporte un second axe, plus délicat à mener compte tenu des besoins en moyens techniques mis en oeuvre : il est présenté dans le chapitre 5. Les moyens techniques développés sont d'abord brièvement décrits. Puis, les essais expérimentaux ont été établis et planifiés selon la méthode des plans d'expériences (méthode de Taguchi). Nous avons fait appel à une telle méthode car la moindre étude sur le vieillissement des résonateurs nécessite un nombre suffisant de pièces pour qu'une analyse statistique acceptable soit possible. Cette organisation est mise en place sur l'étude de l'étape primordiale dite du "pré-vieillissement" sur laquelle nous reviendrons en détail dans ce dernier chapitre.

A l'issue de ce travail, les conclusions tirées des résultats observés soulèvent de nombreuses questions qui préfigurent des perspectives et des idées nouvelles pour de nouveaux projets de recherche.



# CHAPITRE 1

## Généralités

### 1.1 Cristallographie du quartz et ses conventions.

#### 1.1.1 La structure cristalline.

L'état cristallin fut observé sous l'Antiquité et pressenti dès le 17<sup>ème</sup> siècle comme une structure périodique. La première confirmation expérimentale de cette hypothèse fut apportée en 1912 par M. Laue, W. Friedrich et P. Knipping lors d'expériences de diffraction des rayons X par des cristaux [1]. Le quartz connu depuis l'antiquité, est en fait utilisé pour ses propriétés depuis seulement un siècle environ. En 1914, W. H. Bragg [2] effectue les premiers travaux concernant la structure du quartz  $\beta$ . Ce n'est qu'en 1926 qu'aidé de R.E. Gibbs [3], il donne la structure du quartz  $\alpha$ , étudiée au moyen de la diffraction des rayons X.

L'ensemble des propriétés des cristaux (morphologie, propriétés mécaniques, électriques, optiques, ...) dépend de l'organisation de la matière qui les constitue et des symétries qui en résultent. Clarifiant les conditions imposées par la symétrie, Pierre Curie énonça les deux principes suivants :

- 1 - Un phénomène possède tous les éléments de symétrie des causes qui le produisent (les effets peuvent être plus symétriques que les causes).
- 2 - La dissymétrie d'un phénomène préexiste dans les causes qui lui donnent naissance.

Un cristal parfait est formé de la distribution tri-périodique dans l'espace de groupements d'atomes. Des forces inter-atomiques maintiennent les atomes dont leurs natures vont conditionner la forme de périodicité de cette distribution et donc les propriétés du cristal. Le remplacement de chacun de ces groupements d'atomes (ou motif cristallin) par un point (ou noeud) fait apparaître dans l'espace une distribution régulière et tri-périodique de points appelée réseau, chacun des noeuds de ce réseau ayant même entourage que les autres. Ainsi, une translation quelconque de ce cristal laisse l'ensemble de ses atomes inchangé et donc son réseau. On montre ainsi qu'il existe un ensemble fini d'opérateurs de symétrie qui laissent le réseau invariant. Il n'existe que sept combinaisons possibles et différentes de ces opérateurs qui correspondent ainsi aux sept systèmes cristallins portant chacun le nom de parallélépipède dont la forme est caractéristique de la maille élémentaire, simple ou multiple, la plus symétrique du réseau. Plusieurs réseaux peuvent

donc avoir la même symétrie et appartenir par voie de conséquence au même système cristallin, mais avoir des mailles élémentaires différentes. Leur dénombrement exhaustif montre qu'il existe quatorze mailles différentes correspondant aux quatorze réseaux de Bravais.

Le point de Curie (transformation paramorphique) se situe aux environs de  $573^{\circ}\text{C}$  et provoque une légère modification dans la position des atomes, modifiant ainsi la symétrie du cristal et par conséquent ses propriétés piézoélectriques. Le quartz se présente sous deux formes allotropiques : la forme  $\alpha$  et la forme  $\beta$ . Bien que le quartz  $\beta$  soit piézoélectrique, seul le quartz  $\alpha$  est utilisé pour la réalisation de résonateurs, transducteurs ou filtres. Nous ne parlerons donc par la suite que de quartz  $\alpha$ , la forme ne sera plus précisée.

Dans les deux cas, le réseau se présente sous la forme d'un prisme droit à base hexagonale. Néanmoins, la maille élémentaire est un prisme droit à base losange d'angle  $60^{\circ}$ . Le motif cristallin est composé de trois groupements  $\text{SiO}_2$  dont la distribution dans l'espace forme trois tétraèdres égaux, enroulés en hélice hexagone et en hélice ternaire suivant les axes parallèles à la direction de l'arête  $c$  de la maille hexagonale. Chaque atome d'oxygène est commun à deux tétraèdres tandis que l'atome de silicium occupe le centre des tétraèdres. Cette structure en hélice fait disparaître le centre de symétrie  $C$  et donc les miroirs  $M$ ,  $M'$  et  $M''$  présents dans la symétrie du réseau. Elle implique l'existence d'une hélice à gauche ou d'une hélice à droite, caractéristique d'un quartz "gauche" et d'un quartz "droit".

Si la nature même des atomes du motif cristallin conditionne les propriétés physiques ou chimiques du cristal, c'est la classe de symétrie à laquelle appartient ce cristal qui préfigure des symétries de ces propriétés. Ainsi, indépendamment de la nature de ses atomes, des cristaux de même symétrie ont des comportements semblables vis-à-vis d'actions physiques extérieures identiques. Ces propriétés physiques étant décrites par des tenseurs, nous devons au préalable définir un système d'axes, les repères utilisés étant orthonormés ( $Ox$ ,  $Oy$ ,  $Oz$ ).

L'axe  $X$ , ou axe électrique, est parallèle à un côté du losange de base de la maille élémentaire, le sens étant déterminé par le côté où les charges apparaissent lors d'une traction ou d'une compression suivant la direction  $Ox$ . Le sens est précisé dans la partie 1.1.2 consacrée aux différentes conventions mises à la disposition des physiciens du quartz.

L'axe  $Z$ , ou axe optique, est parallèle à la hauteur de la maille élémentaire, le sens positif étant arbitraire.

L'axe  $Y$ , ou axe mécanique, est perpendiculaire à  $Ox$  et  $Oz$  ; il est donc perpendiculaire à un des côtés du losange de base.

La symétrie du quartz étant au moins ternaire par rapport à l'axe  $Z$ , il existe trois trièdres possibles et absolument identiques dont les axes sont communs et les axes  $X$  et  $Y$  sont décalés chacun de  $120^{\circ}$  l'un par rapport à l'autre. Cette remarque est très utile pour les utilisateurs de ce matériau qui peuvent ainsi couper leurs échantillons en s'appuyant sur le repère qui garantit une utilisation optimale de la matière disponible.

## 1.1.2 Les conventions pour le quartz.

La convention de 1949 adoptée par le "Institute of Radio Engineers" (I.R.E.) précise que le sens positif de l'axe X (axe électrique) est déterminé, pour un quartz droit, par le côté où les charges négatives apparaissent lors d'une traction suivant la direction Ox.

Suivant cette convention, un quartz est dit droit lorsque, soumis à une lumière polarisée dont la direction de propagation est parallèle à l'axe Z, le plan de polarisation tourne dans le sens des aiguilles d'une montre pour un observateur regardant à travers le quartz vers la source de lumière. Les axes Ox, Oy et Oz forment alors un repère orthonormé direct. L'extrémité du vecteur de polarisation de la lumière polarisée tournant dans le même sens que celui de l'hélice structurale décrite par les groupements  $SiO_2$ , à un quartz droit correspond une hélice structurale gauche. De même, un quartz est dit "gauche" quand le plan de polarisation de la lumière tourne dans le sens opposé à celui des aiguilles d'une montre. Ainsi, d'après cette convention, le repère utilisé est toujours un repère direct, que le quartz soit droit ou gauche. Par contre, elle présente l'inconvénient de nécessiter le changement de signe de toutes les constantes piézoélectriques lors du passage d'une forme énantiomorphe à l'autre.

Le schéma 1.1 explique comment il est possible de déterminer le sens de l'hélice du quartz et l'orientation de l'axe X à l'aide des figures de corrosion ou des propriétés piézoélectriques.

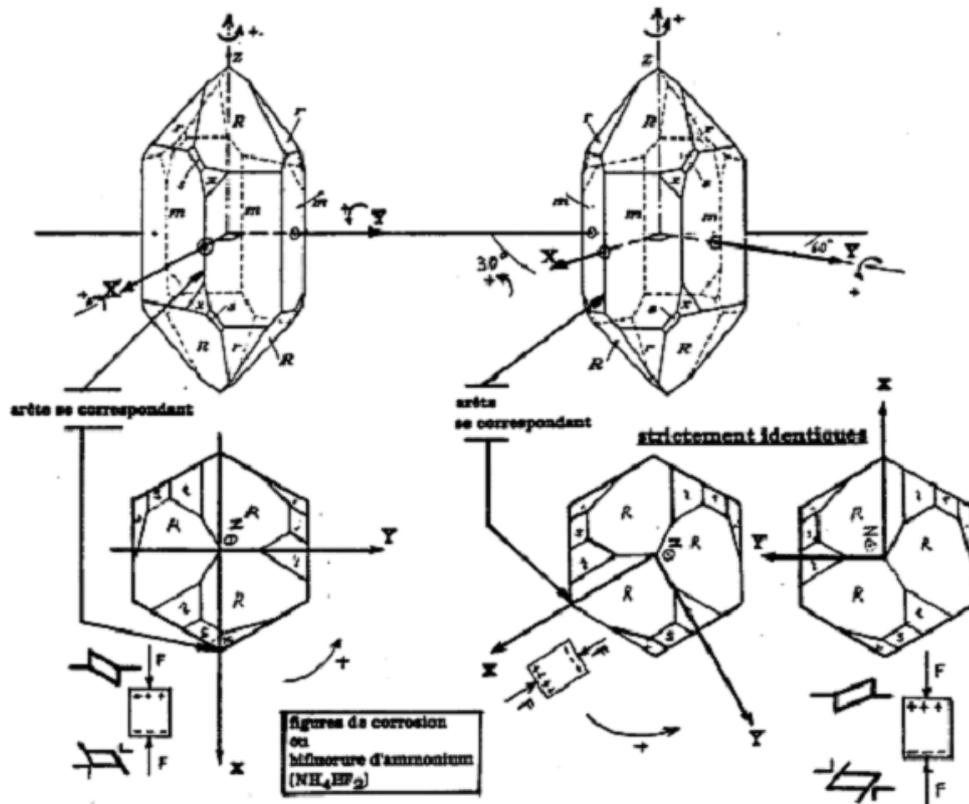


FIGURE 1.1: Convention de 1949.

Suivant cette convention, qui continue d'être celle des utilisateurs du quartz (que ce soit au département Temps-fréquence de FEMTO-ST ou dans différents laboratoires français), une coupe AT et donc une coupe SC est définie comme ayant un angle positif lorsque l'échantillon est taillé dans du quartz droit. Son signe sera négatif si le quartz est gauche. Ceci est contraire aux définitions indiquées dans les deux "nouvelles" conventions présentées depuis.

Ces standards ont été préparés par le "Standards Committee" de l'IRE et publiés par la suite par le "Institute of Electrical and Electronics Engineers" (IEEE) sous les références suivantes :

IEEE Std 176-1978

et IEEE Std 176-1987

Dans ces deux conventions, la principale modification apportée par rapport à la précédente porte sur la constante piézoélectrique  $d_{11}$ , elle est à présent positive pour un quartz droit. La conséquence immédiate en est le signe de l'angle d'une coupe AT : il sera cette fois négatif. Par contre, l'axe X sera positif du côté où les charges positives apparaissent lors d'une traction (Voir la figure 1.2).

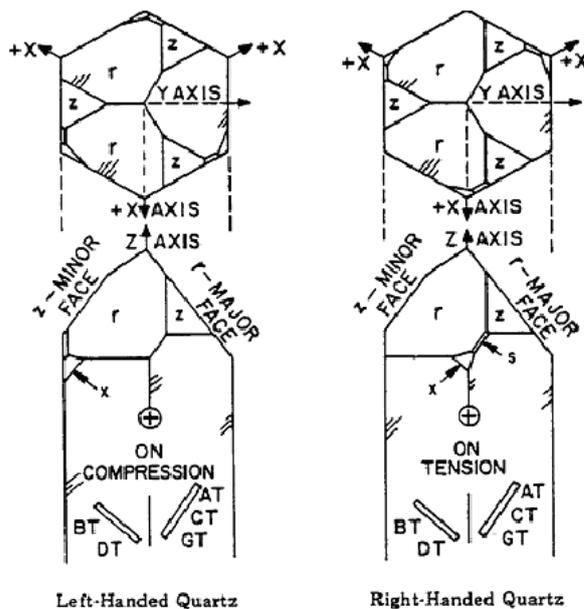


FIGURE 1.2: Convention de 1978.

Nous pouvons noter que, dans ce cas-là, une coupe AT est toujours quasi-parallèle à la petite face du rhomboèdre.

Si nous résumons les notations utilisées dans la convention de 1978, nous pouvons définir une plaquette rectangulaire de la manière suivante :

$(YXwt)\varphi, \theta$  où :

Y est perpendiculaire à la plaquette d'origine dont l'épaisseur est suivant cet axe,

X est la longueur de cet échantillon,

w est la largeur autour de laquelle est faite la première rotation autour de Oz égale à  $\phi$

(de X vers Y )

l est la longueur autour de laquelle est faite la deuxième rotation autour de Ox égale à  $\theta$  (de Y vers Z )

t est l'épaisseur autour de laquelle est faite la troisième rotation autour de Oy égale à  $\psi$  (de Z vers X ).

Par exemple, une plaquette de coupe SC, destinée à la fabrication d'un résonateur circulaire, devrait être notée de la manière suivante : (YXw1) 22°, -34°.

Il existe enfin un document émanant de la Commission Internationale d'Électrotechnique (I.E.C. : International Electrotechnical Commission) et concernant le quartz synthétique. Ce document élaboré par le comité technique n° 49 (Piezoelectric Devices for Frequency Control and Selection) donne les spécifications du cristal de quartz synthétique et présente un guide pour l'utilisation de ce quartz. La figure 1.3 indique comment peuvent être déterminés les axes et désignées les faces d'un barreau de quartz synthétique.

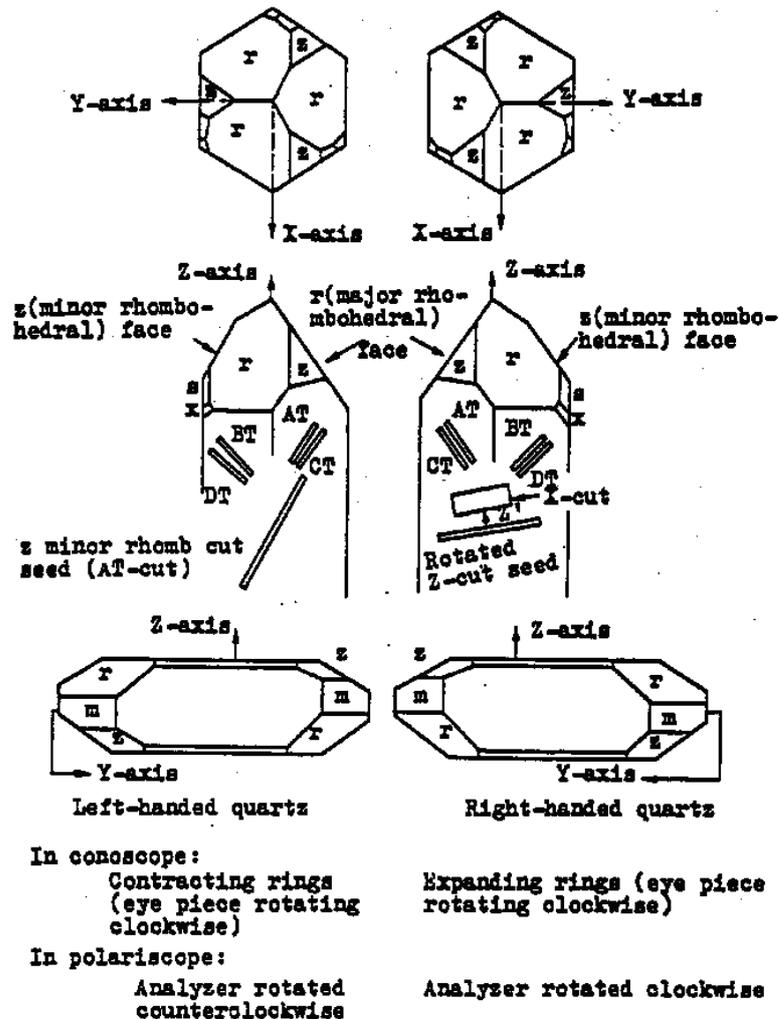


FIGURE 1.3: détermination des axes (Quartz synthétique).

### 1.1.3 Rotation des propriétés et matrice de Bond.

Les cristaux tels que le quartz sont anisotropes. Leurs propriétés physiques sont donc différentes selon la direction considérée et leur expression mathématique se présente sous la forme d'un tenseur. Qu'il s'agisse du tenseur des constantes de raideur, des coefficients piézoélectriques ou des constantes de permittivité, chacun est lié à un repère. Généralement, le repère cristallographique sert de référence car les symétries du cristal simplifient le nombre des composantes des tenseurs décrivant le matériau. Dans l'annexe A, nous retrouvons les valeurs des différents tenseurs utilisés dans l'ensemble des travaux présentés ici. Les dispositifs résonants en quartz exploitent des coupes possédant des spécificités comme l'insensibilité à la température ou à un certain type de contrainte. Par conséquent, les tenseurs doivent être connus pour ces différentes coupes, à simple ou double rotation. Pour les simulations par éléments finis, cela se fait automatiquement au moment de la résolution, contrairement aux modélisations analytiques. Il est donc important de savoir transformer les composantes des tenseurs lors d'un changement de repère.

Dans le domaine des résonateurs à quartz, les coupes sont soit à simple soit à double rotation et la définition des angles, conformément à la norme IEEE, est la suivante :

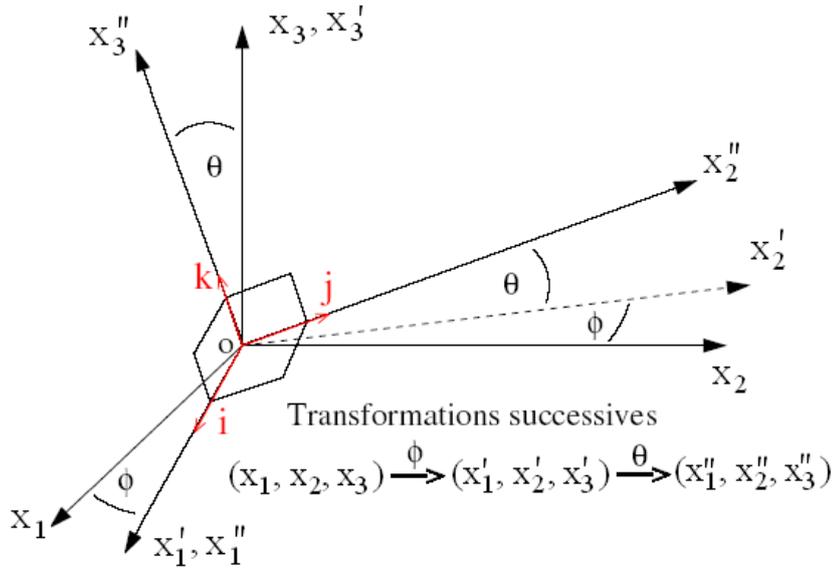


FIGURE 1.4: Définition des angles de rotation.

Dans le cas général, un tenseur de rang  $n$  a la propriété de se transformer de la manière suivante lors du changement du repère  $(O, x_1, x_2, x_3)$  vers le repère  $(O, x_1'', x_2'', x_3'')$ .

$$\underbrace{t'_{ab\dots k}}_{n \text{ indices}}(x_1'', x_2'', x_3'') = \sum_l \sum_m \dots \sum_v \underbrace{a_{al} a_{bm} \dots a_{kv}}_{n \text{ facteurs}} t_{lm\dots v}(x_1, x_2, x_3) \quad (1.1)$$

où les lignes de la matrice des cosinus directeurs  $a_{al}$  sont les composantes respectives des vecteurs de base associés à  $(x_1'', x_2'', x_3'')$  sur les anciens vecteurs de base associés à  $(x_1, x_2, x_3)$ .

Dans le cas d'une double rotation d'axes telle que définie sur la figure 1.4, la matrice  $[a]$  est la suivante :

$$[a] = \begin{bmatrix} a_{11} = \cos \phi & a_{12} = \sin \phi & a_{13} = 0 \\ a_{21} = -\cos \theta \sin \phi & a_{22} = \cos \theta \cos \phi & a_{23} = \sin \theta \\ a_{31} = \sin \theta \sin \phi & a_{32} = -\sin \theta \cos \phi & a_{33} = \cos \theta \end{bmatrix} \quad (1.2)$$

La relation 1.1 est inefficace pour le calcul informatique (trop d'itération), c'est pour cela que la méthode matricielle est introduite. En effet, ce calcul, illustré dans le cas de rotation de tenseur de rang 4 en annexe B, est plus rapide et il s'applique bien dans le cas des rotations des tenseurs des propriétés physiques des matériaux anisotropes, tel que le quartz.

Ainsi, les nouveaux coefficients des propriétés du quartz exprimés dans le repère de la coupe sont obtenus par les relations suivantes :

Pour les coefficients élastiques :

$$[c'] = [M] [c] [M]^T \quad (1.3)$$

Pour les coefficients piézoélectriques :

$$[e'] = [a] [e] [M]^T \quad (1.4)$$

Pour les constantes de permittivité :

$$[\varepsilon'] = [a] [\varepsilon] [a]^T \quad (1.5)$$

## 1.2 La propagation des ondes.

### 1.2.1 Les ondes élastiques.

Tout d'abord, l'expression de la vibration en un point P du plan considéré ([4]) créée par une onde se propageant suivant la direction  $\vec{n}$  est :  $u(x, t) = F\left(t - \frac{\vec{n} \cdot \vec{x}}{V}\right)$ , l'expression de l'onde plane sinusoïdale s'écrit alors :

$$u(x, t) = {}^o u \cdot e^{j\omega\left(t - \frac{\vec{n} \cdot \vec{x}}{V}\right)} \quad (1.6)$$

Pour une direction de propagation  $\vec{n}$  donnée, il existe une onde longitudinale et deux ondes transversales. L'onde longitudinale, L, est un déplacement des particules (polarisation) dans la direction  $\vec{n}$  ; il s'agit d'une onde de compression. Les ondes transversales,  $T_1$  et  $T_3$ , sont polarisées selon des directions normales à  $\vec{n}$  et correspondent à des ondes de cisaillement.

Dans un milieu anisotrope illimité, aucune des trois ondes n'est purement longitudinale ou

transversale. Dans ce cas, on parle d'onde quasi-longitudinale ou quasi-transverse. Pour la suite, nous considérerons un milieu infini dans toute direction perpendiculaire à la direction de propagation  $\vec{n}$ .

Le fonctionnement linéaire d'un cristal piézoélectrique excité par un signal périodique est régi par le système d'équation formé par les équations 1.7, 1.8, 1.9, 1.10 et 1.11 .

Relation déformation-déplacement mécanique :

Cette relation décrit les déformations  $S_{ij}$  au voisinage d'un point de coordonnées  $x_i$  dont le déplacement est  $u_i$ . Nous ne tenons compte que de la partie symétrique du gradient des déplacements. La partie antisymétrique ( $\Omega_{ij}$ ) décrit une rotation locale qui varie d'un point à un autre du solide. Dans la propagation des ondes élastiques, elle ne joue pas de rôle car elle ne met en cause qu'un terme d'inertie négligeable par rapport aux autres dans les équations de la dynamique.

$$S_{ij} = \frac{1}{2} (u_{i,j} + u_{j,i}) \quad (1.7)$$

Les grandeurs électriques nécessaires à la description d'un solide piézoélectrique sont le champ électrique  $E_i$  et l'induction électrique  $D_i$  . Le champ électrique dérive d'un potentiel scalaire  $\Phi$  :

$$E_i = -\phi_{,i} \quad (1.8)$$

L'induction électrique obéit à l'équation de Poisson :

$$D_{i,i} = \rho_e \quad (1.9)$$

$\rho_e$  est la densité de charges électriques libres par unité de volume.

En explicitant la déformation dans la relation contrainte-déformation  $T_{ij} = c_{ijkl}^E S_{kl} - e_{lij} E_l$  et le champ quasi-statique  $E_i = -\phi_{,i}$ , la contrainte s'écrit :

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial \Phi}{\partial x_k} \quad (1.10)$$

Dans le cas de vibration, le milieu est traversé par un ébranlement, il est localement en mouvement et le déplacement de chaque point matériel varie au cours du temps. L'équation du mouvement résulte de l'application de la loi fondamentale de la dynamique. En négligeant la pesanteur, il vient :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} \quad (1.11)$$

L'équation du mouvement s'écrit :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl}^E \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_j \partial x_k} \quad (1.12)$$

Par ailleurs, l'induction électrique  $D_j = e_{jkl} S_{kl} + \varepsilon_{jk}^S E_k$  satisfait pour un solide isolant à l'équation de Poisson  $D_{j,j} = 0$  :

$$e_{jkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} - \varepsilon_{jk}^S \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_j \partial x_k} = 0 \quad (1.13)$$

Nous sommes dans le cas où la solution est sous la forme d'une onde plane progressive se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire  $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$  perpendiculaire au plan d'onde. Pour déterminer la vitesse de phase  $V$  et la polarisation  ${}^o u_i$  de l'onde, c'est-à-dire la direction du déplacement des particules, reportons l'expression dans l'équation de propagation 1.12. On obtient l'équation de Christoffel :

$$\rho_0 V^2 {}^o u_i = \left( c_{ijkl} n_j n_l + \frac{(e_{pij} n_p)(e_{qkl} n_q)}{\varepsilon_{jl}^S n_j n_l} n_j n_l \right) {}^o u_k \quad (1.14)$$

En posant :  $\Gamma_{ij} = c_{ijkl}^E n_j n_k$ ,  $\gamma_i = e_{kij} n_j n_k$  et  $\varepsilon = \varepsilon_{jk}^S n_j n_k$  elle s'écrit :

$$\rho_0 V^2 {}^o u_i = \left( \Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon} \right) {}^o u_l \quad (1.15)$$

Les polarisations  ${}^o u_i$  des ondes élastiques se propageant dans une direction choisie sont, comme dans les solides piézoélectriques, les vecteurs propres d'un tenseur de rang deux :

$$\overline{\Gamma}_{il} = \Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon} \quad (1.16)$$

Les valeurs propres  $\bar{\gamma} = \rho_0 V^2$  donnent les vitesses de phase. Les polarisations des trois ondes planes sont toujours orthogonales entre elles car le tenseur  $\overline{\Gamma}_{il}$  est symétrique. Le terme supplémentaire d'origine piézoélectrique dépend de la direction de propagation, il suffit d'explicitier les composantes  $\gamma_l$  pour mettre en évidence cette dépendance. L'influence de la piézoélectricité sur la vitesse de phase peut être attribuée à une modification des rigidités du matériau. En effet, le tenseur de Christoffel s'écrit :  $\overline{\Gamma}_{il} = \bar{c}_{ijkl} n_j n_k$  si on pose :

$$\bar{c}_{ijkl} = c_{ijkl}^E + \frac{(e_{pij} n_p)(e_{qkl} n_q)}{\varepsilon_{jk}^S n_j n_k} \quad (1.17)$$

Les quantités  $\bar{c}_{ijkl}$ , appelées constantes "durcies", ne sont pas vraiment des constantes élastiques car elles ne sont définies que pour les ondes planes et elles dépendent de la direction de propagation. Le tenseur  $\overline{\Gamma}_{il}$  étant symétrique, les valeurs propres sont donc réelles. De plus, ces constantes "durcies" calculées dans le repère de la coupe considérée à l'aide des relations 1.3, 1.4 et 1.5, permettent d'évaluer analytiquement les différentes ondes de polarisation quels que soient les angles  $\phi$  et  $\theta$ .

L'onde dont la polarisation est la plus proche de  $\vec{n}$  est dite quasi-longitudinale ( ${}^o u_L$ ), les deux autres sont quasi-transverses ( ${}^o u_{T_1}, {}^o u_{T_3}$ ). La plus grande valeur propre correspond au mode d'élongation dit mode A, les deux autres modes étant appelés modes B et C correspondent à un cisaillement d'épaisseur. Ces trois modes ne seront excités que si les déformations qui les accompagnent sont effectivement engendrées par un champ électrique longitudinal. La capacité d'un champ électrique longitudinal à exciter l'un des modes est exprimée par un paramètre, le coefficient de couplage électromécanique  $k$ . Ce coefficient reflète la relation entre l'énergie électrique et l'énergie mécanique pour un volume unitaire de matériau piézoélectrique.

$$k^2 = \frac{W_{12}^2}{W_1 W_2} \quad (1.18)$$

Avec  $W_1$ ,  $W_{12}$  et  $W_2$  sont l'énergie élastique, l'énergie piézoélectrique et l'énergie électrique de la coupe.

$$W_1 + W_{12} = \frac{1}{2} S_j T_j \quad (j = 1 \dots 6).$$

$$W_{12} + W_2 = \frac{1}{2} D_i E_i \quad (i = 1 \dots 6).$$

Pour le mode  $m$ , la valeur du coefficient électromécanique est obtenue par la relation suivante :

$$k_{(m)} = \frac{\gamma_i \circ u_i^{(m)}}{\sqrt{\varepsilon} c_m}$$

où  $m$  est l'indice représentatif du mode A, B ou C.  $\circ u_i^{(m)}$  sont les composantes du vecteur polarisation du mode  $m$  et  $c_m$  correspond à la valeur propre correspondante au mode  $m$ .

La fréquence de résonance pour le mode  $m$  d'une plaque infinie d'épaisseur  $2h$  s'écrit :

$$f_m = \frac{n}{4h} \sqrt{\frac{c_m}{\rho_0}} \left( 1 - \frac{4k_{(m)}^2}{n^2 \pi^2} \right) \quad (1.19)$$

Le terme supplémentaire caractérise le durcissement du matériau dû à la piézoélectricité sur la fréquence de résonance.

## 1.2.2 Le résonateur à quartz de coupe SC.

Jusqu'à présent, nous avons présenté la théorie pour des plaques infinies. Dans le cas des résonateurs, les dimensions sont finies et bien souvent réduites au maximum pour des raisons de miniaturisation.

Les dimensions finies des lames constituant le résonateur mettent en évidence la nécessité de réduire le plus possible les effets de bord. Pour des lames dont le rapport diamètre/épaisseur est relativement petit, les électrodes suffisent à concentrer l'énergie de la vibration dans la zone centrale de la pastille de quartz, c'est le cas pour des résonateurs très minces. Ainsi, les effets de bord sont faibles et peuvent être négligés pour des résonateurs dont la fréquence de résonance se situe à 100MHz et plus (ces résonateurs ont une épaisseur inférieure à  $100\mu m$  pour un diamètre proche de  $6mm$ ).

En revanche, les résonateurs dont le rapport diamètre/épaisseur est plus petit (généralement les résonateurs dont la fréquence est inférieure à 50MHz) la méthode pour limiter ces effets de bord est communément appelée le piégeage. Ceci est concrètement réalisé par la génération d'une courbure<sup>1</sup> sur au moins une des faces de la lame circulaire.

---

1. Sans entrer dans les détails, nous dirons simplement que l'existence d'une convexité sur le résonateur a pour effet de "piéger" l'énergie de la vibration au centre de la lame et ainsi éviter la dispersion (minimiser les effets de bords). Nous ajouterons que le piégeage dû aux électrodes (de diamètre sensiblement inférieur à celui du disque de quartz) n'est pas suffisamment efficace à 10MHz.

C'est H. F. Tiersten [5] qui, le premier, permit d'obtenir du résonateur une image plus fidèle que celle découlant du modèle unidimensionnel. Dans l'équation différentielle que doit vérifier les déplacements  $u_1$  et  $u_2$  ( $u_3$  étant un infiniment petit d'ordre 2 par rapport à  $u_1$ ) pour le quasi-cisaillement d'épaisseur pour la coupe AT, il introduisit un terme de forçage traduisant la variation lente de l'épaisseur sans

L'utilisation des coupes à double rotation (voir figure 1.5) fut préconisé par E. P. EerNisse [6], [7] pour diminuer les dérives thermiques mais aussi les réponses transitoires d'un résonateur soumis à de soudaines variations de température.

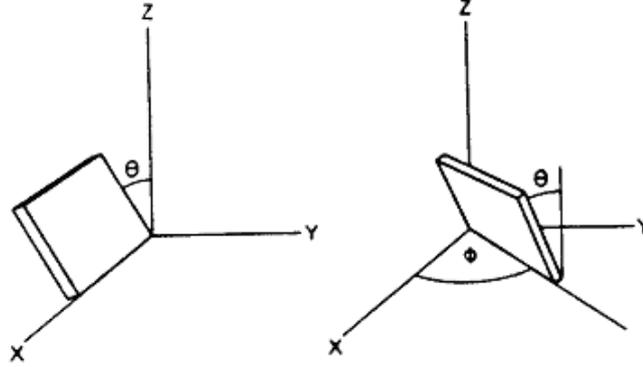


FIGURE 1.5: Définition des angles de coupe dans la convention I.R.E. 1949.

Ainsi, la coupe TTC (Thermal Transient Compensated cut) et la coupe SC (Stress Compensated cut) possèdent ces particularités. La coupe SC est définie par  $\phi = 21,93^\circ$  et  $\theta = 33,93^\circ$  (selon la convention I.R.E. 1949) et sa sensibilité (à température ambiante) à la contrainte pour une distribution uniforme des forces normales à sa circonférence est nulle pour le mode C. Cette sensibilité a été caractérisée par Ratajski [8] en définissant le coefficient force-fréquence  $K_f$  sur lequel nous reviendrons en détail dans le chapitre 4. Il est important de préciser la température puisque la variation de fréquence d'un résonateur soumis à contraintes (thermiques ou mécaniques) en dépend aussi.

Pour une coupe SC, un champ longitudinal excite les modes B et C alors que pour la coupe AT seul le mode C peut être excité. Les résonateurs de coupe SC imposent donc un filtrage autour du mode désiré afin que l'oscillateur démarre toujours sur le bon mode. Une autre contrainte dans la conception d'un résonateur, loin d'être négligeable, est de trouver les conditions pour lesquelles les variations de fréquence de résonance sont minimisées pour des perturbations extérieures comme la température mais aussi la pression, la gravitation, le rayonnement,...

amortissement. Ils sont décrits par la formule :

$$\omega_{nmp}^2 = \frac{n^2 \pi^2}{4h_0 \rho} c_{66}^* \left[ 1 + \frac{1}{n\pi} \sqrt{\frac{2h_0}{R}} \left\{ (2m+1) \sqrt{\frac{c_{55}}{c_{66}^*}} + (2p+1) \sqrt{\frac{c_{33}}{c_{66}^*}} \right\} \right]$$

où n est le rang de partiel, m et p étant les nombres d'onde dans le plan du résonateur. Ces deux derniers paramètres doivent être pairs pour satisfaire à la symétrie des conditions aux limites.  $2h_0$  est l'épaisseur maximale au centre de la plaque, R le rayon de courbure.  $c_{66}^*$  est la constante élastique "effective", c'est-à-dire la valeur propre du système de Christoffel pour le type de propagation d'épaisseur envisagée, en l'occurrence le mode C. Enfin, les constantes élastiques  $c_{33}$  et  $c_{55}$  sont déterminées en considérant la direction de propagation du mode de vibration.

Il faut rappeler que cette expression est approchée mais reste satisfaisante dans le cas de modes de vibration quasi-purs.

La plupart des dispositifs commercialisés utilisent le mode de cisaillement le plus lent, c'est-à-dire le mode C. Ce mode présente les plus faibles variations de fréquence de résonance en fonction de la température. En effet, La caractéristique fréquence-température du mode C de la coupe SC présente une dérive bien plus faible que pour celle du mode C d'une coupe AT comme l'illustre la figure 1.6.

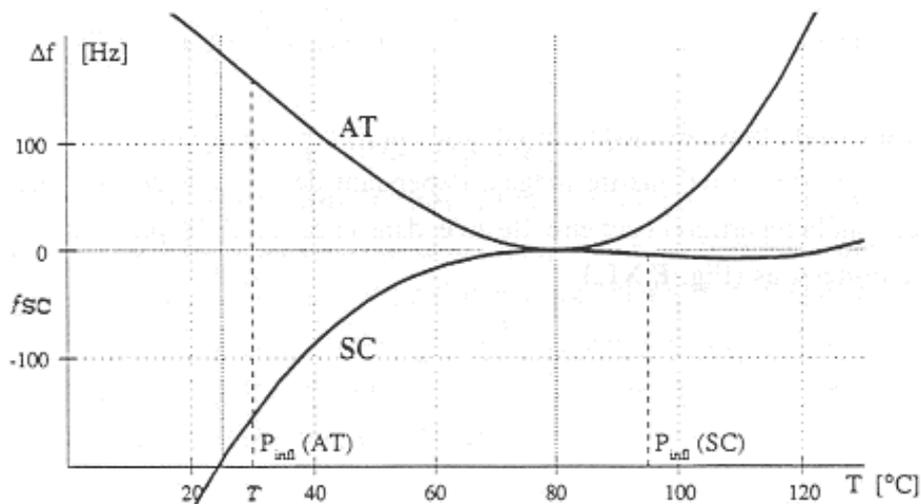


FIGURE 1.6: Courbe fréquence-température pour le mode C des coupes AT et SC.

Quand au mode B, il est très sensible à la température (de l'ordre de  $-30ppm/^\circ C$ ). Par conséquent, certains dispositifs l'exploitent comme mode thermométrique.

Ces caractéristiques fréquence-température peuvent être approchées dans une gamme de température usuelle, de 0 à  $150^\circ C$ , par un polynôme de degré 3 écrit habituellement sous la forme suivante :

$$\left(\frac{\Delta f}{f_0}\right)_{statique} = a \Delta T + b \Delta T^2 + c \Delta T^3$$

où  $\Delta f = f - f_0$  et  $\Delta T = T - T_0$ ,  $f_0$  étant la fréquence de résonance à la température de référence  $T_0 = 25^\circ C$ .

La propriété qui vient d'être décrite illustre le comportement statique de la fréquence de résonance en fonction de la température. La caractéristique dynamique de la fréquence en fonction de la température (effet des gradients thermiques) est traduit par le coefficient  $\tilde{a}$  introduit de la manière suivante :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \left(\frac{\Delta f}{f_0}\right)_{statique} + \tilde{a} \frac{d\Delta T}{dt}$$

Pour le mode C de la coupe SC, le coefficient  $\tilde{a} = 10^{-7} s \cdot ^\circ C^{-1}$  et pour la coupe AT,  $\tilde{a} = -10^{-5} s \cdot ^\circ C^{-1}$ . La fréquence du mode C de la coupe SC se stabilise donc plus vite que

dans le cas de la coupe AT lors d'une variation de température. Ce type de comportement est important pour la conception d'oscillateur thermostaté.



## La sensibilité accélérométrique.

Dans cette étude sur le comportement à long terme des résonateurs acoustiques à ondes de volume, nous avons constaté que les résonateurs ayant une bonne stabilité long terme présentent aussi très fréquemment de bonnes dispositions à la sensibilité accélérométrique. Les origines physiques de ces deux types de performance ne sont ni l'une ni l'autre complètement connues à ce jour. Dans cette partie, nous rappelons la théorie des phénomènes physiques de la sensibilité accélérométrique ainsi que les méthodes pour mesurer cette performance.

L'origine des études sur la sensibilité accélérométrique des sources de fréquence ultra-stable se trouve dans les besoins très importants en oscillateurs à faible sensibilité accélérométrique pour les applications spatiales et militaires. Les sources de fréquence ultra-stables, y compris les horloges atomiques, contiennent un résonateur à quartz. Et, l'évolution de l'électronique, avec la transition des tubes aux transistors, de la connexion point-à-point au circuit imprimé, a fait que le résonateur à cristal de quartz est le composant le plus sensible lorsqu'une source de fréquence subit un champ d'accélération.

La connaissance théorique sur la compréhension de la sensibilité accélérométrique n'autorise pas encore une prédiction fiable de cette sensibilité pour un résonateur "réel". Cependant, les études portant sur les effets des contraintes mécaniques sur la fréquence de résonance démontrent assez fidèlement que le comportement du résonateur en sensibilité accélérométrique y est fortement lié.

Un champ d'accélération ne peut provoquer que deux types d'effet sur un résonateur à ondes de volume : 1) une perturbation de la vitesse de l'onde, due au comportement non-linéaire du quartz ou 2) un changement des dimensions du résonateur, un effet mécanique linéaire. La variation de fréquence observée dans le cas de la sensibilité accélérométrique est le résultat de la perturbation de la vitesse de l'onde plus que d'un changement de dimension du résonateur.

Aujourd'hui, il est clair que les effets d'un champ d'accélération sont le résultat de la réaction du cristal contre la structure de montage.

J. A. Kosinski [9] dresse une liste des phénomènes comme la sensibilité accélérométrique, l'effet force-fréquence en lien avec ce qu'il nomme la "théorie unifiée de la sensibilité aux déformations". La table qui suit est issue de son travail :

## DEFORMATION SENSITIVITIES.

Phenomenon	Deformation driver
Acceleration sensitivity	Reaction against mounting structure in response to external acceleration
Aging (stress relief)	Relaxation of resonator and/or mounting structure
Force-frequency effect	Diametric compression
Planar stress/thermal transient compensation	Electrode/substrate interfacial stress

FIGURE 2.1: [9] Liens entre la sensibilité accélérométrique, l'effet force-fréquence, etc...

D'après cette table, le lien que nous avons constaté entre les performances accélérométriques et de vieillissement d'un résonateur est clairement établi par J. A. Kosinski [9].

### 2.1 Théorie de la sensibilité accélérométrique.

Généralement, un résonateur à quartz se présente sous la forme d'une lame circulaire de quartz métallisée sur les deux faces maintenues mécaniquement par des clips. Dès lors qu'un résonateur subit un champ d'accélération, des forces externes (les forces de réaction aux points de fixation) et des forces internes (les forces de volume) sont générées sur la lame de quartz.

Ces contraintes mécaniques initiales sont purement statiques dans le cas d'une accélération constante. Les vibrations sinusoïdales ou aléatoires subies tout au long de la durée de vie des résonateurs ont une fréquence maximale de l'ordre de 5kHz, ce qui reste très faible comparé au mode de vibration qui est de plusieurs mégahertz, 10MHz pour notre étude. Ce problème est donc similaire à une application de contraintes statiques extérieures sur la lame de quartz étudiée par P. C. Y. Lee [10]. A partir de cette hypothèse, M. Valdois [11] démontre la dépendance linéaire de la sensibilité accélérométrique.

D. Janiaud [12] expose la solution générale pour une distribution de contraintes mécaniques statiques, pour les résonateurs à quartz. Il applique ces résultats à un résonateur circulaire soumis à des forces extérieures ou un champ d'accélération en se basant sur l'équilibre entre les forces de volume et les forces extérieures définies comme sur le schéma suivant :

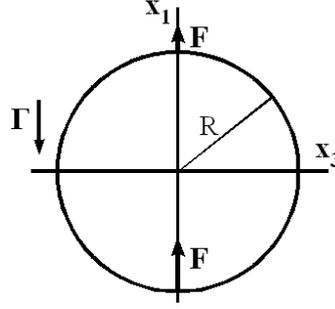


FIGURE 2.2: [12] Forces extérieures sous l'effet de  $\Gamma$ .

La variation de fréquence est ensuite obtenue en utilisant la méthode de perturbation pour résoudre l'équation de propagation non-linéaire sous la forme :

$$\bar{T}_{ik}^* = \bar{T}_{ik} + \bar{\Delta}_{ik}$$

où  $\bar{\Delta}_{ik}$  est le terme de perturbation,  $\bar{T}_{ik}$  le tenseur de Christoffel sans effet non linéaire.

Le terme de perturbation s'exprime sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \bar{\Delta}_{ik} = & \left[ (\det \bar{J} T_{sr}) \delta_{ik} + c_{iskr}(s_i + s_s + s_k + s_r) + c_{iskrv} s_v + c_{jskr} \frac{\partial \bar{u}_i}{\partial a_j} \right. \\ & \left. + c_{imkr} \frac{\partial \bar{u}_s}{\partial a_m} + c_{ispr} \frac{\partial \bar{u}_k}{\partial a_p} + c_{iskq} \frac{\partial \bar{u}_r}{\partial a_q} \right] n_s n_r \end{aligned}$$

avec  $j \neq i, m \neq s, p \neq k, q \neq r$  et  $i, j, \dots, q = 1, 2, 3$

La relation contrainte-déformation ( $\bar{s}_i = s_{ij} \bar{T}_j$ ) permet de calculer les déformations nécessaires pour le calcul de  $\bar{T}_{ik}$  à partir du calcul des contraintes présenté par D. Janiaud [12]. Le rapport des masses spécifiques est aussi obtenu à l'aide des déformations  $s_1'', s_2''$  et  $s_3''$  dans le repère de la lame circulaire. Les déformations  $\bar{s}_i''$  (dans O,  $x_1'', x_2'', x_3''$ ) seront transformées en fonction des  $\bar{s}_i$  (dans O,  $x_1, x_2, x_3$ ) à l'aide des formules de rotation pour les déformations. Et le détail du calcul des gradients des déplacements se trouve dans la thèse de F. L. Nissim [13].

Le calcul des contraintes de D. Janiaud [12] permet aussi de retrouver le coefficient force-fréquence  $K_f$  dont nous parlerons plus en détail dans le chapitre 4.

La sensibilité accélérométrique mesurée pour un résonateur est souvent difficile à modéliser car elle résulte des imperfections de position des clips, de la surface des points de colle et de la dissymétrie de la lame circulaire. Cette remarque a été vérifiée avec les résonateurs BVA. Ce type de lame possède un mode de maintien plus symétrique par l'utilisation de ponts usinés par ultrasons. Sur ces résonateurs, la sensibilité accélérométrique est réduite à quelques  $10^{-11}/g$ [14] alors que les résonateurs classiques se situent aux alentours de  $10^{-9}/g$ .

## 2.2 Mesure de la sensibilité accélérométrique.

Un résonateur à quartz, qui subit une accélération régulière, présente une fréquence de résonance légèrement différente du même résonateur sans agression extérieure. En outre, une variation de fréquence proportionnelle à l'amplitude de l'accélération est observée, et cela dépend de la direction de l'accélération relative à un système d'axes propre au résonateur. Très tôt, il a été démontré empiriquement que la sensibilité accélérométrique d'un résonateur à quartz est une quantité vectorielle [15].

Soit  $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$  repère lié au résonateur par convention pour la sensibilité accélérométrique :

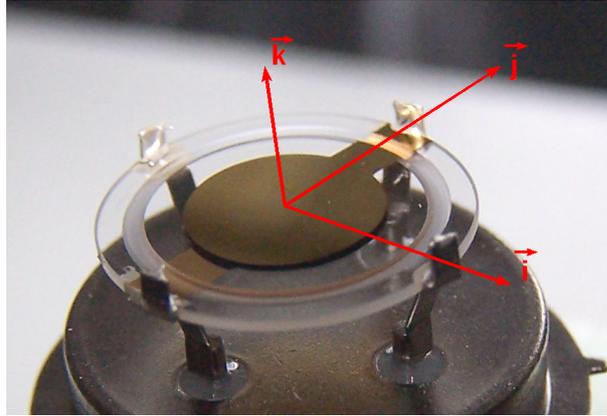


FIGURE 2.3: Convention pour la sensibilité accélérométrique.

La sensibilité accélérométrique d'un résonateur donné est symbolisée par un vecteur qui décrit les sensibilités sur chaque axe du repère précédemment défini. Ce vecteur est nommé le vecteur de sensibilité accélérométrique et mathématiquement décrit de la façon suivante :

$$\vec{\Gamma} = \Gamma_i \vec{i} + \Gamma_j \vec{j} + \Gamma_k \vec{k} \quad (2.1)$$

Le vecteur  $\vec{\Gamma}$  est propre à chaque résonateur puisqu'il représente les imperfections de la structure de montage et les dissymétries de la lame de quartz.

Ainsi pour une accélération  $\vec{a}$  subie par le résonateur, sa fréquence devient  $f(\vec{a})$  que l'on peut exprimer en fonction de sa fréquence nominale  $f_0$  :

$$f(\vec{a}) = f_0(1 + \vec{\Gamma} \cdot \vec{a}) \quad (2.2)$$

La variation relative de fréquence est donc :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{f(\vec{a}) - f_0}{f_0} = \vec{\Gamma} \cdot \vec{a}$$

L'équation 2.2 signifie que la variation maximale de fréquence se produit pour une accélération  $\vec{a}$  parallèle au vecteur  $\vec{\Gamma}$  du résonateur. Cette équation nous informe qu'il existe

un plan où la variation de fréquence du résonateur est nulle, il s'agit du plan normal au vecteur de sensibilité accélérométrique  $\vec{\Gamma}$ .

Pour mesurer le vecteur  $\vec{\Gamma}$  propre au résonateur, il faut lui soumettre une accélération dans une direction  $\vec{i}$  donnée par rapport au repère défini sur la figure 2.3. Le signal ainsi obtenu par cette excitation est traité pour obtenir la valeur de la composante  $\Gamma_i$  de la sensibilité accélérométrique.

Pour la plupart des applications, l'amplitude de l'accélération n'est pas constante et dépend du temps. D'après M. Valdois [11], la sensibilité décrite par le vecteur  $\vec{\Gamma}$  est indépendante de l'amplitude de l'accélération  $\vec{a}$  pour les contraintes rencontrées. La variation de fréquence induite par des vibrations complexes est alors déterminée à partir d'une somme de vibrations sinusoïdales pour générer une vibration aléatoire. La sensibilité accélérométrique est donc plus souvent mesurée avec une excitation sinusoïdale ou aléatoire.

Pour une excitation (vibration) sinusoïdale sur un seul harmonique, l'accélération est donnée par :

$$\vec{a} = \vec{A} \cos(2\pi f_v t) \quad (2.3)$$

où  $\vec{A}$  est l'amplitude maximale du vecteur d'accélération exprimé en g,  $f_v$  la fréquence de vibration en Hz et  $t$  le temps en secondes.

La variation de fréquence en fonction du temps est obtenue en combinant les équations 2.2 et 2.3 :

$$f(\vec{a}) = f_0(1 + \vec{\Gamma} \cdot \vec{A} \cos(2\pi f_v t)) \quad (2.4)$$

que nous pouvons écrire de la façon suivante :

$$f(\vec{a}) = f_0 + \Delta f \cos(2\pi f_v t) \quad (2.5)$$

où  $\Delta f = f_0(\vec{\Gamma} \cdot \vec{A})$  est le pic de la variation de fréquence induit par l'accélération  $\vec{A}$ .

Nous avons dit précédemment que le comportement du résonateur est décrit, par rapport à un repère qui lui est lié, par trois vecteurs unitaires intervenant par l'équation 2.1. En décrivant aussi l'accélération  $\vec{A}$  de la même manière, l'équation 2.4 devient :

$$f(\vec{a}) = f_0(1 + \Gamma_i A_i + \Gamma_j A_j + \Gamma_k A_k) \quad (2.6)$$

L'équation 2.5 signifie que la fréquence de sortie dévie de sa valeur initiale  $f_0$  de la grandeur  $\Delta f$  sous la vibration de fréquence  $f_v$ . La figure 2.4 illustre la sortie en tension d'un oscillateur soumis à une accélération sinusoïdale comme dans l'équation 2.3 :

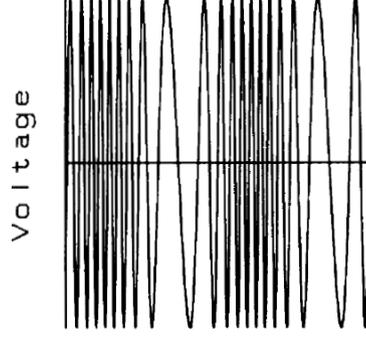


FIGURE 2.4: Signal de sortie d'un oscillateur soumis à une accélération  $\vec{a}$ .

La tension de sortie de l'oscillateur est de la forme :

$$v(t) = V_0 \cos \left( 2\pi f_0 t + \frac{\Delta f}{f_v} \sin(2\pi f_v f_0 t) \right) \quad (2.7)$$

L'équation 2.7 est l'expression de la fréquence modulée qui peut être développée en série infinie de fonction de Bessel [16] :

$$V(t) = V_0 [J_0(\beta) \cos(2\pi f_0 t) + J_1(\beta) \cos(2\pi(f_0 + f_v)t) + J_1(\beta) \cos(2\pi(f_0 - f_v)t) \dots] \quad (2.8)$$

où  $\beta = \frac{\Delta f}{f_v} = \vec{\Gamma} \cdot \vec{A} \frac{f_0}{f_v}$  est l'indice de modulation.

Dans la plupart des situations, l'accélération subie par les dispositifs fréquentiels n'est pas un simple harmonique de déplacement mais est plutôt aléatoire. La puissance des vibrations est distribuée aléatoirement sur une plage de fréquences, de phases et d'amplitudes. L'accélération est alors décrite par sa densité spectrale des puissances  $G(f)$ . La densité spectrale des puissances des fluctuations des fréquences,  $s_\nu$ , peut être obtenue en multipliant la densité spectrale des puissances des accélérations par le carré de sensibilité accélérométrique en  $(\text{Hz/g})^2$ .

$$\mathcal{L}_v = \frac{s_\nu}{2f_v^2} \quad (2.9)$$

Pour des vibrations aléatoires,  $\mathcal{L}_v$  est donc donné par :

$$\mathcal{L}_v = (|\vec{\Gamma}| f_0)^2 \frac{G(f)}{2f_v^2} \quad (2.10)$$

$$\Gamma_i = \frac{\sqrt{2}^1 f_v}{A_i f_0} 10^{\frac{\mathcal{L}_v}{20}} \quad (2.11)$$

Il est ainsi possible de mesurer la sensibilité accélérométrique à partir de simple vibration sinusoïdale, voici les méthodes les plus répandues.

---

1.  $\sqrt{2}$  pour un spectre de fréquence pris entre  $[0, +\infty]$ , ce qui est concrètement adapté.

## 2.2.1 Vibration sinusoïdale.

Le principe de mesure consiste à imposer une vibration sinusoïdale au résonateur. Le signal obtenu est modulé en fréquence par la fréquence de la vibration. En observation spectrale, une raie principale, correspondant à la porteuse (la fréquence du résonateur), est encadrée par deux raies de moindre intensité comme le graphe 2.5 le montre.

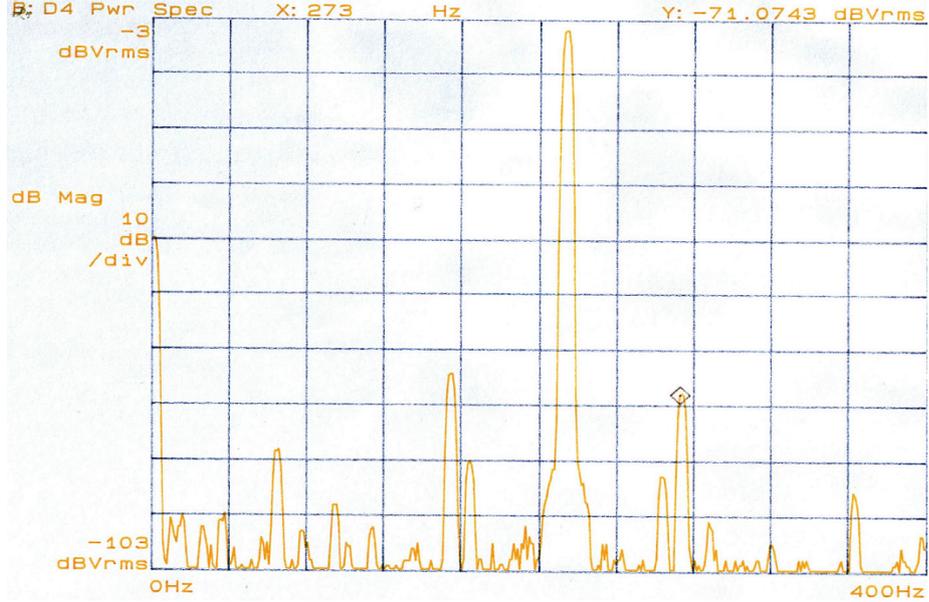


FIGURE 2.5: Spectre d'un résonateur soumis à une vibration sinusoïdale.

Ce graphe est le résultat de la mesure de sensibilité accélérométrique pour un résonateur à quartz à 10MHz sous excitation sinusoïdale à 60Hz avec une amplitude de 10g dans la direction  $\vec{i}$ . On observe la porteuse puis les deux raies qui l'encadrent dont le niveau est plus faible.

Cette différence de niveau entre la porteuse et les deux autres raies traduit l'amplitude de la modulation de la fréquence et donc la sensibilité accélérométrique du résonateur dans la direction d'application de la vibration. La valeur  $\Gamma_i$  de la sensibilité accélérométrique est recalculée à partir de la relation de Filler (décrite précédemment) :

$$\Gamma_i = \frac{\sqrt{2}f_v}{A_i f_0} 10^{\frac{\mathcal{L}_v}{20}}$$

avec  $f_0 = 10\text{MHz}$ ,  $f_v = 60\text{Hz}$ ,  $A_i = 10\text{g}$  et la mesure  $\mathcal{L}_v = -71.0743\text{dB}$ . La sensibilité accélérométrique  $\Gamma_i = 3.35 \times 10^{-10}/g$  pour la direction  $i$  considérée.

La valeur de la sensibilité accélérométrique est souvent une grandeur scalaire obtenue en calculant la moyenne quadratique des sensibilités des trois directions principales décrites sur la figure 2.3 :

$$\Gamma = \sqrt{\Gamma_i^2 + \Gamma_j^2 + \Gamma_k^2} \quad (2.12)$$

### 2.2.2 Vibration aléatoire.

De la même manière que pour la mesure en vibration sinusoïdale, l'excitation se fait sur une plage de fréquences autour de la porteuse. Le palier de bruit observé en analyse spectrale traduit la puissance reçue par le résonateur. A l'aide de la formule de Filler appliquée aux vibrations aléatoires, la sensibilité accélérométrique  $\Gamma_i$ , dans la direction  $\vec{i}$  d'application de la vibration, peut être calculée à partir du graphe de la mesure et des paramètres du test.

$$\Gamma_i = \frac{\sqrt{2}f_v}{A_i f_0} 10^{\frac{\mathcal{L}_v}{20}} \quad (2.13)$$

où  $\mathcal{L}_v$  correspond au niveau moyen du bruit de phase sous la porteuse mesurée à la fréquence  $f_0$ .

La graphe 2.6 correspond à la mesure d'un résonateur 10MHz testé à 2g en vibration aléatoire sur une plage de 100Hz. La sensibilité  $\Gamma_i$  est égale à  $2.5 \times 10^{-10}/g$ .

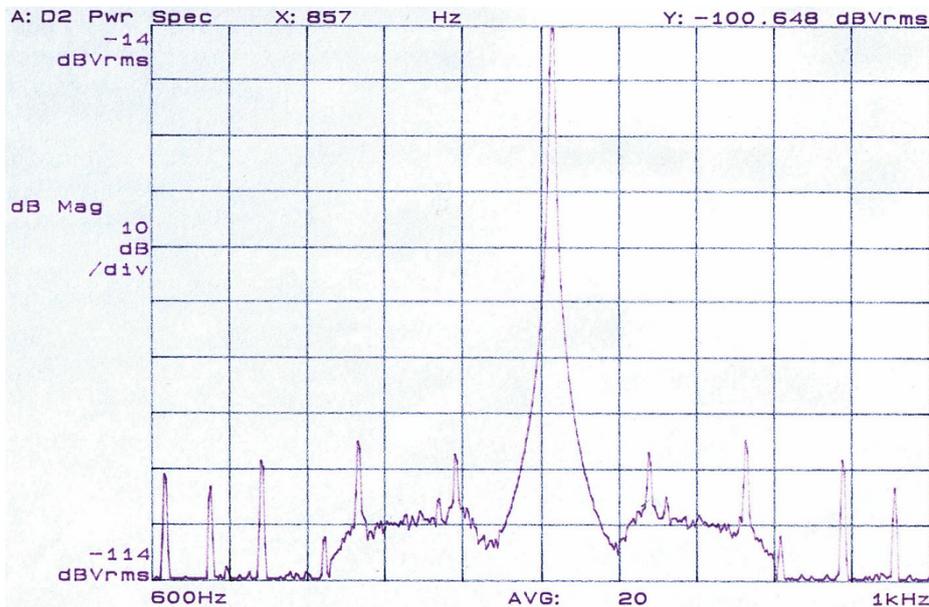


FIGURE 2.6: Spectre d'un résonateur soumis à une vibration sinusoïdale.

Il existe une autre méthode de mesure nécessitant un dispositif expérimental plus simple car l'excitation exploite le champ de gravité terrestre, c'est la mesure dite "2g-tipover".

### 2.2.3 '2g-tipover'

L'objectif de cette méthode est de mesurer la variation de fréquence pour 2 positions opposées et ainsi évaluer la sensibilité accélérométrique.

Tout d'abord, le champ de gravité terrestre est considéré comme l'excitation accélérométrique et verticale. Le résonateur est positionné de telle sorte que la direction  $\vec{i}$  soit verticale, on mesure la fréquence de résonance dans cette position. Ensuite, le résonateur est pivoté de  $180^\circ$  autour d'un axe horizontal et la fréquence est à nouveau relevée. Si dans la première position, le champ d'accélération par rapport au résonateur est supposé de  $+1g$  alors dans la seconde position il sera de  $-1g$ . Il en résulte une différence de  $2g$  entre les deux mesures. C'est ainsi que la sensibilité accélérométrique  $\Gamma_i$  est obtenue. La figure 2.7 présente un exemple de signal mesuré avec la procédure '2g-tipover'.

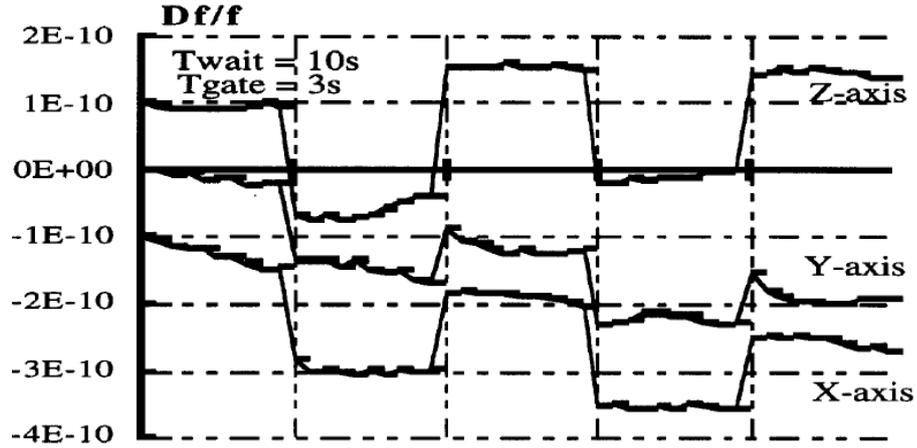


FIGURE 2.7: Mesure '2g-tipover' d'un résonateur BVA [18].

Comme pour les autres types de mesure, l'opération est répétée pour les trois directions principales et la sensibilité accélérométrique  $\Gamma$  est calculée avec la relation 2.12.

Ce type de mesure ne peut être employé qu'avec des oscillateurs avec une grande stabilité à long terme. En effet, si la sensibilité accélérométrique est de  $10^{-10}/g$ , on se retrouve dans une zone de performance pour laquelle il est difficile de différencier la sensibilité accélérométrique et le vieillissement.

Nous venons de décrire les conventions utilisées pour la fabrication des résonateurs, les principales relations pour calculer les modes de vibration à ondes de volume d'une lame de quartz, la description de la coupe SC et le lien entre les contraintes mécaniques et la sensibilité accélérométrique ainsi que les méthodes pour mesurer cette dernière.

Maintenant, nous nous intéressons au vieillissement et plus précisément aux phénomènes physiques qui interviennent dans cette dérive lente de la fréquence de résonance des résonateurs à quartz à ondes de volume.



# Le vieillissement des résonateurs à quartz à ondes de volume.

## 3.1 Description du vieillissement.

Avant de commencer à approfondir la connaissance de cette caractéristique des résonateurs, il est très important de bien cerner ce qu'est le vieillissement proprement dit. Pendant des années, les chercheurs et fabricants ont parlé de vieillissement sans qu'une définition claire ait été énoncée dans une norme.

La norme pour les oscillateurs MIL-O-55310 [19] qui est recommandée par "IEEE Standard Coordinating Committee 24 on Time and Frequency", est en quelque sorte la "bible" pour les oscillateurs à quartz. C'est en 1990 que la norme MIL-O-55310 a intégré la définition du vieillissement écrite par le CCIR [20] qui fait clairement la différence entre le vieillissement et la dérive (Aging et drift, respectivement en anglais).

Ainsi, le vieillissement correspond à la variation systématique de la fréquence de résonance en fonction du temps due aux changements internes à l'oscillateur, si on parle d'oscillateur, ou bien du résonateur, s'il s'agit de la spécification du résonateur. Et la dérive correspond à la variation systématique de la fréquence en fonction du temps d'un oscillateur due au vieillissement, aux variations de l'environnement et autres facteurs extérieurs à l'oscillateur. La dérive contient donc le vieillissement.

Le vieillissement est une caractéristique du composant (résonateur ou électronique) comme sa sensibilité accélérométrique, les paramètres motionnels du résonateur ou la stabilité court terme.

Cette caractéristique des résonateurs à quartz est très importante et étudiée depuis de très nombreuses années pour son rôle dans la durée de vie d'un oscillateur.

Tout d'abord, il faut savoir que les résonateurs montés dans des oscillateurs servent dans des applications très variées : dans le domaine militaire, ils sont montés dans des dispositifs parfois stockés des années et doivent redémarrer sans intervention particulière ; dans le domaine spatial, les oscillateurs sont contraints de fonctionner sans défaillance pendant plusieurs années et aucune intervention de maintenance n'est possible. Donc les oscillateurs basés sur un résonateur à quartz doivent toujours fournir la même fréquence stable pendant près de 20 ans. Il est alors important de connaître la variation de fréquence sur plusieurs années et faire en sorte qu'elle soit la plus faible possible car les oscillateurs

possèdent un système limité de rattrapage de la fréquence.

Sur les oscillateurs de type OCXO, la plage relative de rattrapage de la fréquence est de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-7}$ . Si nous supposons un vieillissement linéaire du résonateur de l'ordre de  $10^{-10}$ /jour alors l'oscillateur corrigera cette variation de fréquence pendant 5000 jours (14 ans, en supposant bien sur que le vieillissement soit la seule source de variation de la fréquence, ce qui est rarement le cas). Après ce délai, l'oscillateur ne fournira plus la bonne valeur de fréquence. Le vieillissement est donc une donnée majeure pour fixer la durée de vie d'un oscillateur.

Le vieillissement s'exprime sous la forme d'une variation normalisée de fréquence par unité de temps après une période de fonctionnement donnée. Par exemple, un OCXO a un vieillissement de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-10}$ /jour ( $1,5 \cdot 10^{-8}$ /mois,  $1,8 \cdot 10^{-7}$ /an) après 30 jours de fonctionnement.

Pour des résonateurs à quartz à ondes de volume tels que ceux que nous étudions, il existe trois types d'allure de vieillissement. La figure 3.1 donne une représentation de ces trois variations de fréquence possibles pour un résonateur.

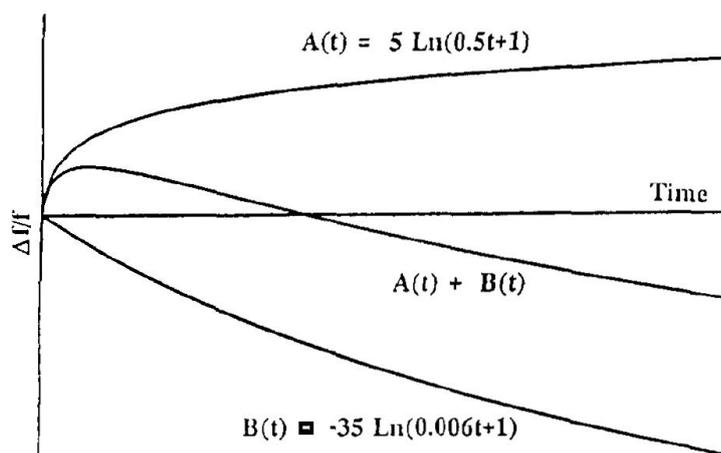


FIGURE 3.1: Allure des différents vieillissements [21].

Le quatrième type de variation, d'abord négatif puis positif, n'a jamais été constaté au laboratoire et aucun auteur n'a évoqué ce cas.

Le comportement le plus courant correspond à une variation positive, il est admis comme le fonctionnement normal, la courbe apparaît clairement obéir à une somme de lois logarithmiques. Le vieillissement est plus important dans les premiers jours de fonctionnement. Cette période est couramment appelée le vieillissement initial ("Initial aging"), c'est une période de stabilisation des phénomènes qui entrent en jeu dans sa définition.

Les résonateurs ayant un vieillissement négatif présentent une courbe avec une pente moins importante dans les premiers jours et semble avoir une dépendance en fonction du temps quasi linéaire, les phénomènes physiques entrant en jeu ayant une constante de temps plus petite. Cette différence nous fait penser que les phénomènes physiques

prépondérants ne sont pas les mêmes dans les deux cas. Les rares résonateurs dont le vieillissement présente un changement de pente sont souvent considérés comme inexploitable et rejetés dans une production. Cependant sur ces résonateurs, le vieillissement est le résultat de phénomènes physiques qui provoquent un comportement positif et négatif. Durant les premiers jours, il est clair que le vieillissement se rapproche d'un comportement positif. Puis les phénomènes physiques se stabilisent et prennent progressivement moins d'importance que ceux mis en jeu dans le comportement négatif. C'est ce qui pourrait expliquer ce changement de variation de fréquence après quelques jours de fonctionnement sur certains résonateurs et la somme des deux courbes présentée sur la figure 3.1.

Si nous supposons que toutes les courbes de vieillissement contiennent deux phénomènes physiques en concurrence alors l'un d'eux possède une faible constante de temps et l'autre une assez grande. A l'aide d'un logiciel, nous avons tracé ce que nous pourrions obtenir en prenant les fonctions suivantes pour chacun des phénomènes .

Pour le phénomène A :  $A(t) = \Delta f/f(t) = 5 \log(t + 1)$

Pour le phénomène B :  $B(t) = \Delta f/f(t) = -20 \log(0.02t + 1)$

Le vieillissement du résonateur est la somme pondérée des deux phénomènes et s'écrit

$$\Delta f/f(t) = c_1 \cdot A(t) + (1 - c_1) \cdot B(t) \quad (3.1)$$

Voici les courbes que l'on obtient mathématiquement en prenant dans un premier temps  $c_1 = 1$  dans un second temps  $c_1 = 0.5$  et pour finir  $c_1 = 0$

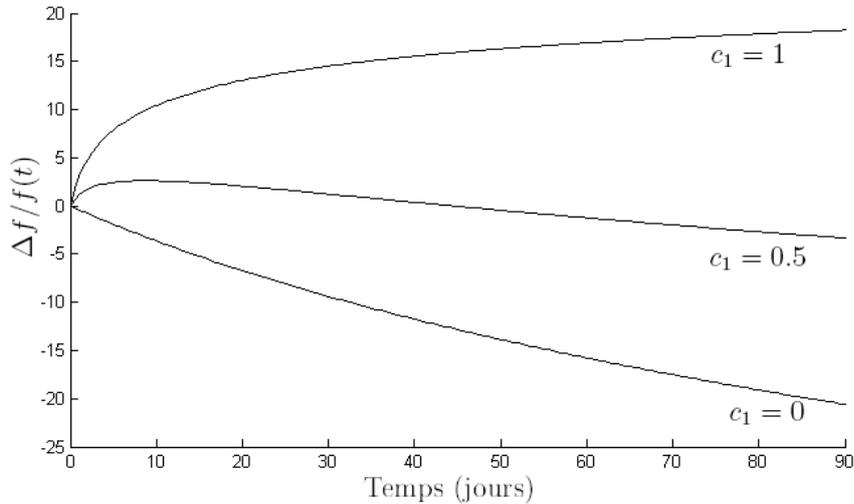


FIGURE 3.2: Allure des différents vieillissements calculés.

Il est donc clair qu'au minimum deux phénomènes physiques au comportement logarithmique induisent la variation de fréquence observée lors de la mesure de vieillissement d'un résonateur à quartz. Il serait simple d'évaluer les différents phénomènes, de les étudier scientifiquement et les simuler pour prédire le vieillissement s'ils pouvaient être isolés l'un après l'autre. Malheureusement l'observation du vieillissement d'un résonateur se faisant en fin de fabrication rend impossible l'isolation de chaque phénomène physique pour leur étude.

Cependant, le vieillissement peut être approché et prédit assez fidèlement pour un fonctionnement en continu et après un certain nombre de jours de mesure.

L'importance considérable du vieillissement pour la qualité des oscillateurs fait que la recherche de sa maîtrise a débuté dès le passage des résonateurs à quartz dans la phase industrielle, il y a un demi siècle. Cet axe de recherche a bien évidemment intéressé les chercheurs dans les laboratoires scientifiques pour tenter de l'expliquer, dans un premier temps, et de le simuler dans un second temps, afin de prédire rapidement le comportement des résonateurs. Il y a eu des périodes plus denses que d'autres dans cette recherche, en particulier dans les années de 1975 à 1990. D'ailleurs, la fin de cette période marque un tournant important puisque les entreprises commencèrent à s'intéresser au vieillissement et ont pris le relais en exploitant les études passées. Elles apportèrent la possibilité de mener des études statistiques sur de grande quantité de systèmes (OCXO, TCXO, ...). Dès lors, les entreprises privées et les laboratoires publics n'ont eu de cesse de collaborer pour tenter d'atteindre les performances ultimes en série et prédire le comportement avec peu de jours de mesure.

Les premières études, menées au début des années 60, tentaient déjà d'établir des règles de prédiction de la variation de fréquence. Il est apparu alors que les résonateurs encapsulés sous verre sont plus stables à long terme que ceux montés dans des boîtiers métalliques. C'est la preuve qu'il y a une influence de la contamination sur le vieillissement [22].

La fabrication a une très grande importance sur les performances d'un résonateur à quartz. Évidemment, la qualité du cristal de quartz a lui aussi son importance. Elle traduit le taux et le type d'impuretés qui risquent de diffuser tout au long de la vie du résonateur sous l'effet de la composante continue de la puissance qui lui sera appliquée, si elle existe. D'autres défauts peuvent aussi perturber le volume vibrant du résonateur. Néanmoins, les défauts tels que les dislocations, ne jouent aucun rôle pour le vieillissement. Leurs déplacements dans le quartz ne peuvent se produire qu'à très haute température et pour des pressions très élevées, ce qui n'est pas du tout le cas dans les résonateurs à quartz.

Le quartz est généralement mis en forme par procédé abrasif, ce qui ne manque pas d'introduire des contraintes mécaniques dans la pièce finie. Des précautions sont généralement prises avec une diminution progressive de la taille des grains d'abrasif et de la pression exercée pour éliminer la couche la plus "stressée" à chaque étape du rodage puis du polissage. Ces contraintes sont souvent éliminées par des recuits à température élevée. Il est admis qu'un recuit à  $T > 300^\circ\text{C}$  associé à une mise sous vide poussé (idéalement  $10^{-8}$  mbar) pendant une longue durée permet la relaxation des contraintes et le dégazage du quartz [23]. Des mesures montrent clairement une estimation de cette relaxation combinée au dégazage, nécessairement à une température élevée, de l'ordre de  $300^\circ\text{C}$  et plus (voire beaucoup plus mais bien inférieure à la température de Curie,  $573^\circ\text{C}$ ) [23], [24], [25] et [26].

Les lames mises en forme sont ensuite nettoyées. Ce nettoyage est loin d'être une phase simple de la fabrication. Sa qualité participe à réduire le vieillissement en minimisant les polluants tel que les molécules longues (l'huile de certain type de pompe, graisse, ... qui diffuse) pour lesquelles le quartz est très sensible en raison de sa structure cristallographique

à canaux. Il est donc nécessaire d'utiliser du matériel stérile [25] pour limiter la contamination. Le travail en salle blanche assure une quantité de poussière limitée mais de nombreux polluants organiques, le méthanol ou l'acétone par exemple, y sont très présents. Ce sont des polluants très volatiles, il faut donc limiter le temps d'exposition des résonateurs à l'ambiance d'une salle blanche pour réduire au maximum le rôle de la contamination dans le vieillissement [27]. Tous ces polluants interviennent sur le vieillissement par modification de la répartition de la masse en vibration ("mass loading"). Ils vont ensuite intervenir dans le phénomène d'adsorption-désorption en fonction de leur niveau d'activation [28] et l'apport d'énergie thermique modifiant à nouveau la topologie de la masse en vibration.

La réalisation des électrodes joue un rôle non négligeable dans le comportement d'un résonateur. Si la métallisation est effectuée en plusieurs étapes (en raison du réglage précis de la fréquence), elle contiendra des impuretés, des polluants et sera moins homogène entraînant ainsi un comportement moins stable du matériau employé. Dans ce cas, la diffusion sera plus importante. Il paraît donc préférable de réaliser la métallisation en une seule fois et procéder par enlèvement de matière pour ajuster finement la fréquence du résonateur [25]. Les électrodes sont le plus souvent constituées d'une mince couche (environ 150Å) de chrome pour l'accroche et d'une couche plus épaisse (environ 2500Å) d'or. Des études sur des électrodes réalisées en argent, aluminium, titane, palladium ou cuivre montre qu'une oxydation est possible [29] et la diffusion peut être plus ou moins importante [30] et [31]. Selon le matériau employé pour les électrodes, des réactions catalytiques activées thermiquement peuvent provoquer une détérioration de la métallisation, en particulier dans le cas de l'argent [29]. La variation de fréquence qu'accompagne cette dégradation est positive du fait de la diminution de la masse. Cependant, l'effet le plus important qui motive le choix d'un autre matériau que l'or pour les électrodes reste l'influence sur la sensibilité accélérométrique.

L'étude des procédés de fabrication d'un résonateur à 10MHz nous amène à conclure que les performances en vieillissement peuvent passer de quelques  $10^{-7}$ /mois à quelques  $10^{-9}$ /mois en améliorant le nettoyage et les métallisations [32] et [33]. Ces étapes sont donc très sensibles dès lors que le vieillissement demande à être affiné.

Une fois le résonateur mis en forme et métallisé proprement, la question du maintien mécanique de la lame se pose avec toutes les fonctions qu'il doit assurer, comme la rigidité pour la sensibilité accélérométrique, ou la dilatation pour l'hystérésis thermique ([34], [35], [36], [37] et [38]), ou bien l'effet force-fréquence ([39], [40], [41] et [42]). Dans la plupart des cas, il s'agit d'un montage sur des clips (2, 3 ou 4) scellés par collage. La nécessité d'un collage polymérisé à faible température n'est plus à démontrer depuis longtemps [24]. Il faut même que sa mise en oeuvre se fasse à une température proche de celle du fonctionnement du résonateur dans l'oscillateur. Des mesures sur 100 jours montrent qu'une phase de recuit à haute température (300 à 425°C) avant la fermeture du boîtier favorise le dégazage des points de colle et de l'embase du boîtier [24] et améliore le vieillissement du résonateur. Bien que des précautions réduisent la variation systématique de la fréquence en fonction du temps, tenir compte de l'évolution dans le temps des matériaux employés reste une action non négligeable. Et, quel que soit le montage utilisé, ces matériaux, métalliques ou non, sont soumis à des contraintes mécaniques plus ou moins élevées qui tendent à diminuer de façon logarithmique par leur propriété de fluage [43]. Nous reviendrons plus en détail sur le fluage dans la partie 4.

Certes des traitements thermiques aident à stabiliser l'ensemble du montage mais la variation des contraintes mécaniques n'est pas définitivement stoppée. Ces contraintes continuent à évoluer lentement participant ainsi au vieillissement du résonateur. Ce recuit peut être réalisé sous un vide poussé, c'est même préférable car il favorise le dégazage. Le suivi du vieillissement de pièces ayant subi un tel recuit à une température d'environ 300°C montre une nette amélioration [26] permettant d'espérer approcher un vieillissement de quelques  $10^{-12}$ /jour.

La dernière étape, qui scelle définitivement l'état initial de l'ensemble des phénomènes physiques du vieillissement, a aussi son importance. Il s'agit de la fermeture du boîtier, presque toujours faite par thermo-compression à froid. D'ailleurs, si polymériser la colle à la température d'exploitation du résonateur (celle du point d'inversion de la courbe fréquence-température sur les OXCO) permet de réduire les contraintes mécaniques alors il est peut être tout aussi important de fermer le boîtier à cette même température. En effet, si le boîtier est fermé à l'ambiante pour un résonateur utilisé à la température du point d'inversion de sa courbe fréquence-température alors la déformation par la dilatation des pièces constituant le boîtier pourrait introduire des contraintes mécaniques. Ces contraintes seraient moins grandes pour un boîtier fermé à la température du point d'inversion. Cette fermeture doit se faire sous un vide le plus poussé possible pour réduire au maximum le taux de polluant de l'atmosphère interne au boîtier.

La fermeture du boîtier produit généralement un décalage de la fréquence de résonance de l'ordre de quelques ppm<sup>1</sup>, ceci parce que le résonateur est enfermé dans un vide poussé mais ce n'est peut-être pas la seule raison à ce décalage. La fermeture par thermo-compression consiste à appliquer une pression élevée (plus dizaine de bars) sur la collerette du boîtier pendant quelques secondes. Sous l'effet de la pression et du temps, la collerette de l'embase et du capot sont soudé localement. Ce procédé, mécaniquement brutal, permet de fermer les boîtiers avec une pollution nulle mais introduit des contraintes dans le boîtier qui peuvent se transmettre au résonateur en remontant par les clips. Cette hypothèse n'a jamais été démontrée et négliger cette source de contraintes n'est donc pas une évidence.

La recherche montre que la fabrication du résonateur à quartz définit les conditions initiales des phénomènes physiques participant au vieillissement mais aussi aux autres performances comme le facteur de qualité, l'hystérésis ou la stabilité court terme par exemple. Dans le processus d'amélioration du vieillissement du résonateur à quartz, chaque phase de sa fabrication doit être considérée comme une dégradation de la qualité par rapport au cas de fabrication théorique qui partirait du même bloc de quartz et n'engendrerait aucune contamination, aucune contrainte mécanique.

La fabrication est une question de moyens techniques, financiers et humains. Elle ne peut donc qu'être rarement à l'image de ce que nous venons de décrire.

Chaque résonateur part d'un état initial propre à l'ensemble de sa fabrication et va subir des perturbations [44] et [45] thermiques, mécaniques ou créées par les radiations qui constitueront son historique. Un peu comme une mémoire, le vécu du résonateur ne s'efface jamais puisque les phénomènes physiques évoluent en fonction de l'énergie ther-

---

1. ppm pour "part per million" =  $10^{-6}$ , c'est une unité de variation relative de fréquence.

mique qui leurs est apportée. La température est connue comme pouvant accélérer le vieillissement, de même que la puissance électrique [46]. Malheureusement, le niveau de la puissance électrique est aussi défini pour optimiser les autres performances de l'oscillateur, comme le bruit par exemple. Elle ne peut donc pas être utilisée pour accélérer le vieillissement et atteindre un état plus stable des phénomènes physiques.

Après la fermeture du boîtier, les résonateurs sont soumis au déverminage, aussi appelé pré-vieillessement ou bien recuit. C'est une période durant laquelle le résonateur est monté dans un oscillateur (souvent c'est le circuit définitif et ne sera plus jamais démonté) pour subir des cycles thermiques qui visent à stabiliser l'état physique du résonateur. Dans ce domaine, il y a peu de publication faisant état de méthode pour l'optimiser. Cette étape reste un secret propre à chaque fabricant, définit par expérience et l'excellente connaissance du procédé de fabrication. C'est sur ce thème clé que nous avons travaillé et mis en place un ensemble de mesures qui font l'objet du chapitre 5.

A ce stade, le résonateur est fabriqué, pré-vieilli et doit être spécifié en vieillissement. Cette caractérisation consiste en une mesure pendant une durée plus ou moins longue qui servira à prédire le comportement futur du résonateur.

Il est admis que le vieillissement des résonateurs à quartz montés en oscillateur est modélisé par un comportement logarithmique, aussi les normes [19] en vigueur dictent la procédure pour prédire le vieillissement. Elle consiste en une mesure d'une durée de 30 jours ou plus (en l'absence de précision). Après l'installation dans l'enceinte thermique, l'oscillateur doit être stabilisé à la température du vieillissement pendant 48 heures avant le début de l'acquisition. La fréquence de chaque pièce est mesurée immédiatement après la phase de stabilisation, et au minimum 4 fois par semaine espacées d'au moins 20 heures. La mesure obtenue est interpolée par la fonction suivante :

$$f(t) = A \ln(Bt + 1) + f_0 \quad (3.2)$$

où  $f(t)$  (Hz) est la fréquence de l'oscillateur,  $t$  (en jours) la date après le début du cycle de vieillissement, et  $A$ ,  $B$  et  $f_0$  sont des constantes déterminées par approximation aux moindres carrés.

Cette procédure s'applique aux comportements monotones (qu'ils soient positifs ou négatifs). Pour les comportements non-monotones, la durée de mesure est allongée à 40 jours dont 12 au minimum après le changement de pente de la courbe de vieillissement. Ces 12 jours servent de base pour l'interpolation avec la fonction (3.2).

La variation de fréquence projetée sur un an est calculée par une extrapolation linéaire à partir de la fin de la période de mesure,  $T_a$ , à l'aide des coefficients  $A$  et  $B$  obtenus avec l'équation 3.2. Voici la formule de cette extrapolation :

$$\Delta f(1an) = \frac{A * B}{B * T_a + 1} * (365 - T_a) + \Delta f_{T_a} \quad (3.3)$$

avec  $\Delta f_{T_a} = A * \ln(B * T_a + 1)$ .

La norme [19] préconise une durée de mesure d'au minimum 30 jours pour établir la prédiction du vieillissement d'un oscillateur à quartz. Cette durée est critique pour la

production d'oscillateur puisque elle impose une immobilisation minimale d'un mois au bout de laquelle la prédiction n'est pas assurée. Plusieurs études [47], [48], [49] et [50] montrent qu'une durée de 30 jours reste trop petite pour prédire de façon fiable le vieillissement d'un résonateur à quartz. En 1996 [49], le chiffre d'une incertitude de 50% sur la prédiction est avancé dans le cas d'une durée de 30 jours. L'idée de pondérer les points de mesure [50] est avancée sans suite, comme le fait de prendre des modèles différents [51], [50] de celui des normes militaires [19]. Il semble cependant certain que 60 jours de mesure aboutissent à une prédiction très fiable.

Pour réaliser concrètement les conclusions de ces études, prenons un exemple : des mesures de vieillissement faites sur plus de 400 jours sur des résonateurs fabriqués par TEMEX. Pour bien cerner la problématique de la prédiction du vieillissement, nous avons choisi deux résonateurs au comportement monotone et proche l'un de l'autre mais qui soulèvent le problème de la fiabilité de la prédiction. Nous présentons les courbes et les interpolations avec le logiciel que nous avons développé au tout début de nos travaux.

Cette mesure est réalisée sur deux oscillateurs de conception et de fabrication strictement identiques. La consigne en température de ces oscillateurs est minutieusement réglée à la température du point d'inversion de leurs résonateurs respectifs. De cette manière, la fréquence mesurée est affranchie de toute variation induite par une variation de la température ambiante. La variation de fréquence mesurée correspond donc au vieillissement des résonateurs.

A partir de ces deux bases de données, nous prenons un nombre de jours donné, 30 ou 60, pour calculer une prédiction que nous pouvons ensuite comparer à la mesure. Ainsi, nous pouvons évaluer la qualité de la prédiction faite. Ce travail n'a évidemment quasiment rien à voir avec une prédiction faite en fin de fabrication mais aide à bien comprendre la complexité de cette tâche et son importance. Nous discuterons la pertinence des critères qui peuvent être pris en compte pour juger la qualité de la prédiction tels que la durée de mesure, la pondération des derniers points de mesure ou le coefficient de corrélation.

Dans un premier temps, nous nous concentrons sur une prédiction basée sur 30 jours de mesure puis dans un second nous ferons la même chose avec 60 jours. Cela concerne les figures 3.3, 3.4, 3.5 et 3.6, et les figures 3.7, 3.8, 3.9 et 3.10 pour le calcul fait avec 60 jours de mesure.

Dans le cas du résonateur 12, l'interpolation selon les normes et sans pondération particulière des points de mesure (figure 3.3) présente un coefficient de corrélation de 99,5% mais lorsque nous observons de façon objective la prédiction, nous notons que le vieillissement est sur-estimé. En revanche, en ajoutant un poids plus important sur les derniers des 30 jours de mesure (figure 3.4), la prédiction devient quasi-parfaite. Cette observation valide l'idée de pondérer<sup>1</sup> les points de mesure citée par Olivier Bignon [50]. Ainsi, il n'est pas nécessaire de mesurer plus de 30 jours un oscillateur pour prédire correctement son comportement futur.

---

1. La pondération consiste à augmenter le poids des derniers points de mesure dans le calcul de la interpolation.

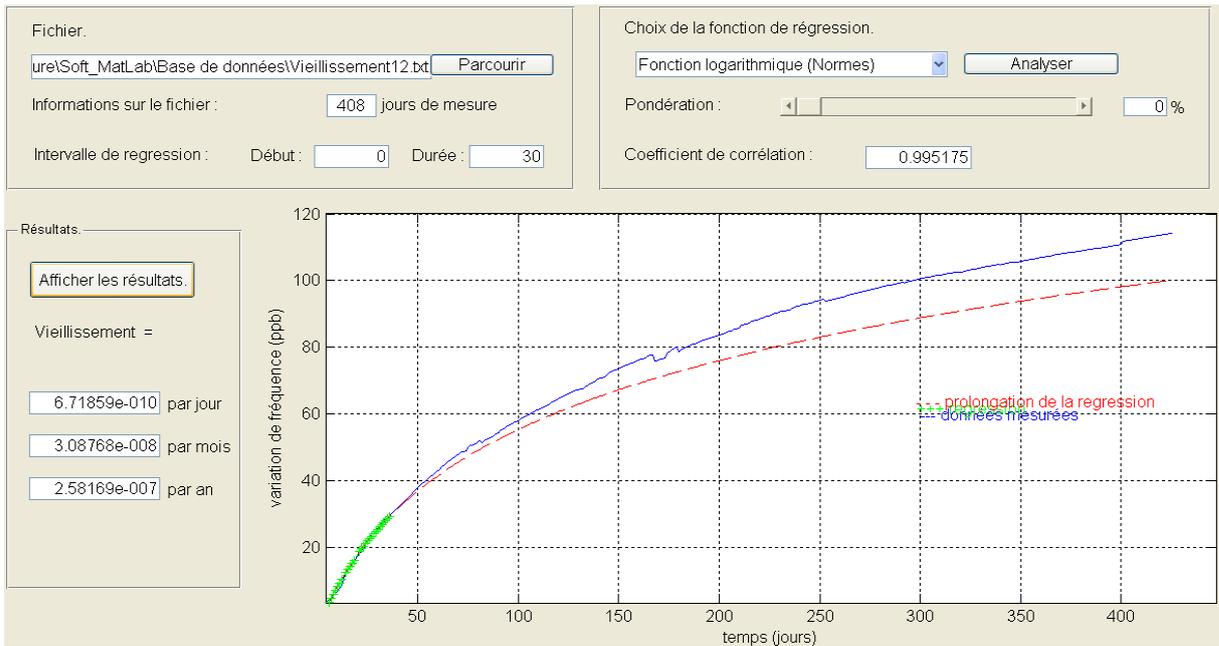


FIGURE 3.3: Prédiction du résonateur 12 sur 30 jours sans pondération.

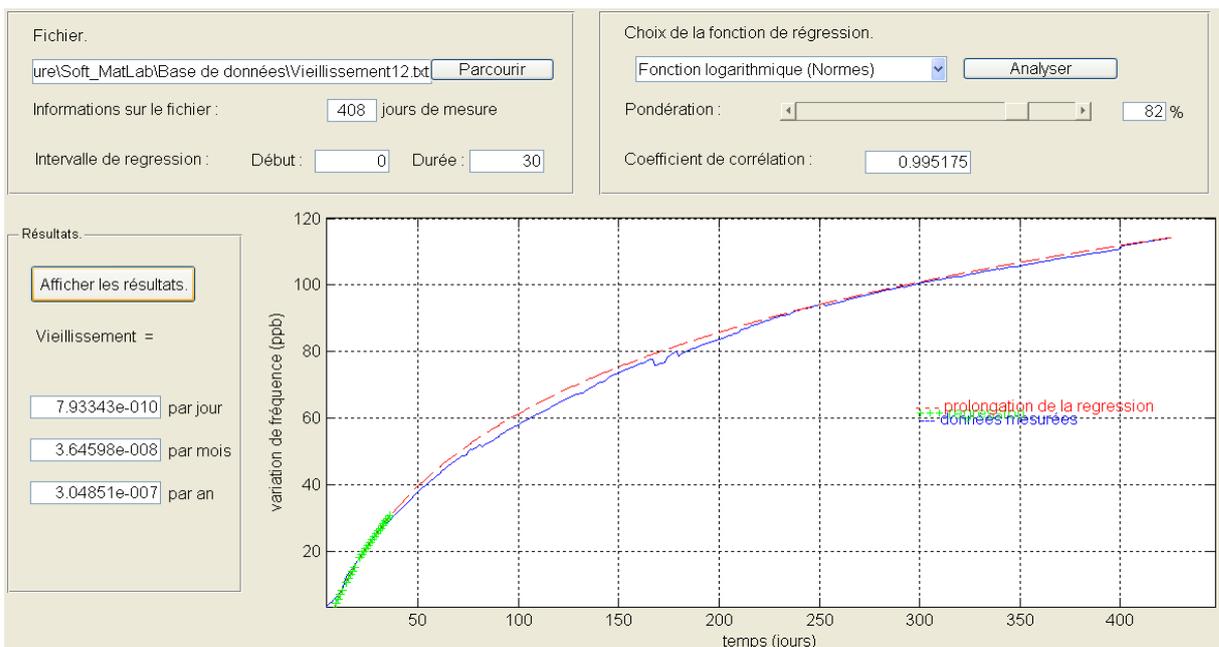


FIGURE 3.4: Prédiction du résonateur 12 sur 30 jours avec pondération.

Dans le cas du résonateur 13, l'interpolation basée sur la fonction (3.2) est effectuée avec un excellent coefficient de corrélation, 99,8%, il est d'ailleurs meilleur que dans le cas du résonateur 12. Par contre, en observant la prédiction, elle n'est pas satisfaisante et la pondération ne l'améliore que très faiblement.

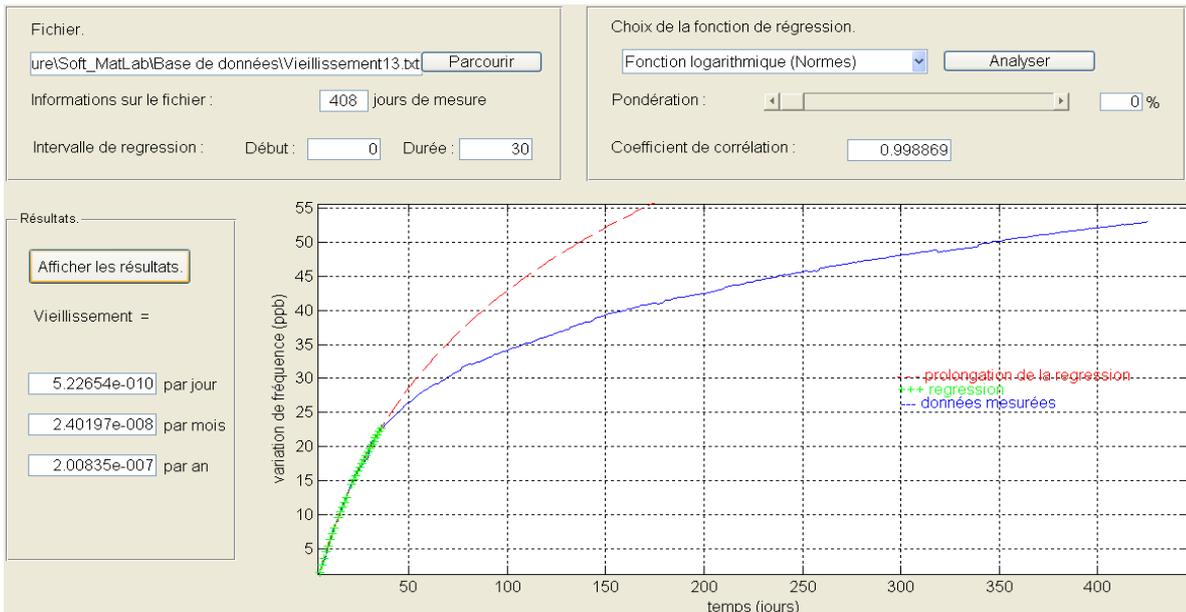


FIGURE 3.5: Prédiction du résonateur 13 sur 30 jours sans pondération.

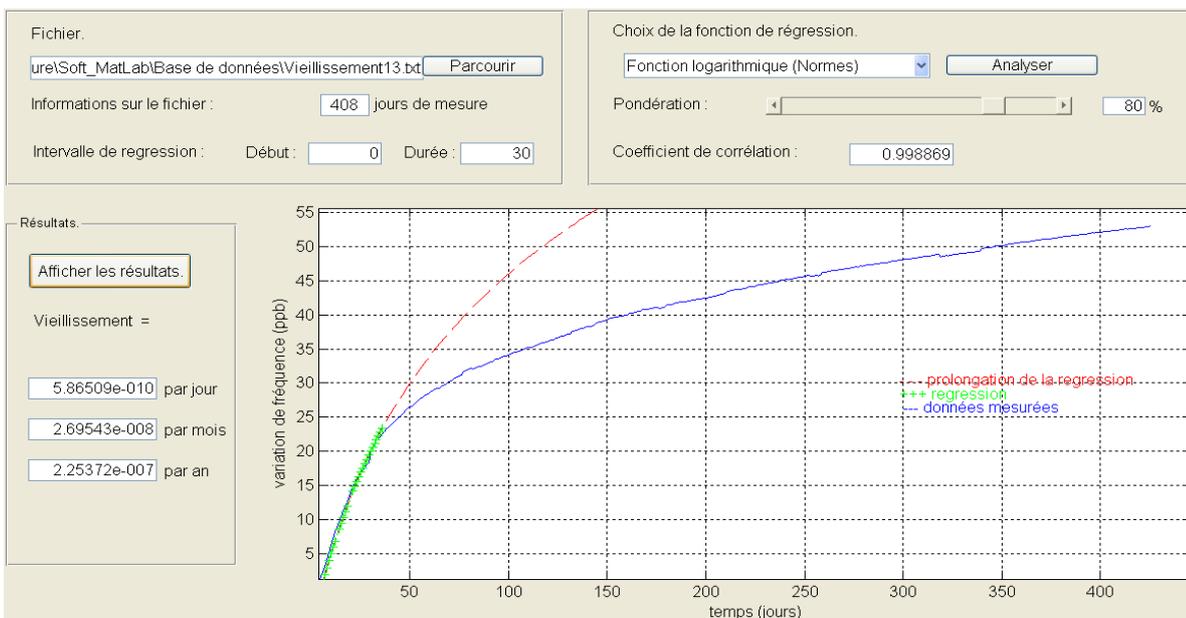


FIGURE 3.6: Prédiction du résonateur 13 sur 30 jours avec pondération.

La première remarque que nous pouvons faire porte sur la prise en compte du coefficient de corrélation dans cette problématique. Ce paramètre n'est nullement le gage d'une bonne prédiction, il sert juste à décrire la qualité de interpolation calculée par rapport à un nuage de points, ici les 30 jours de mesure. Or, ce que nous souhaitons c'est prédire le vieillissement et la qualité de l'interpolation sur la durée de mesure la plus faible possible : c'est l'objectif à atteindre.

Nous venons de voir la pertinence d'une méthode de pondération pour éviter d'augmenter le nombre de jours de mesure dans l'évaluation du vieillissement d'un oscillateur à quartz. Les figures suivantes reproduisent la même étude mais avec 60 jours pour le calcul de l'interpolation. Avec le résonateur 12, la prédiction est d'une grande fiabilité ; on peut le constater sur les vieillissements prédits qui ne changent presque pas en ajoutant la pondération,  $4,94.10^{-10}$ /jour sans pondération et  $5,05.10^{-10}$ /jour avec.

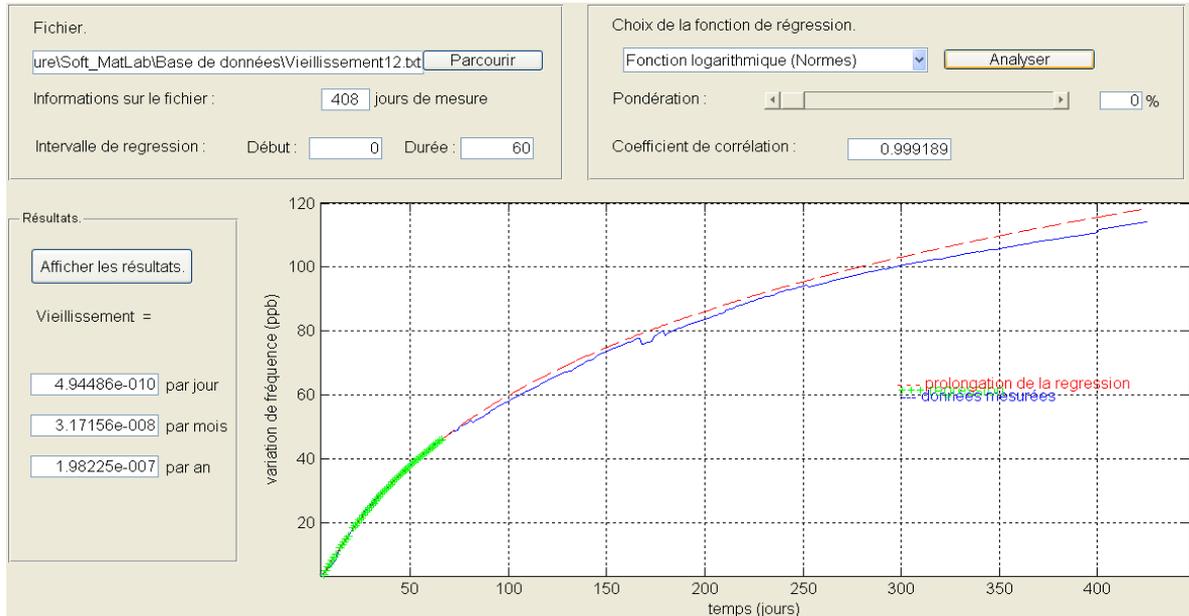


FIGURE 3.7: Prédiction du résonateur 12 sur 60 jours sans pondération.

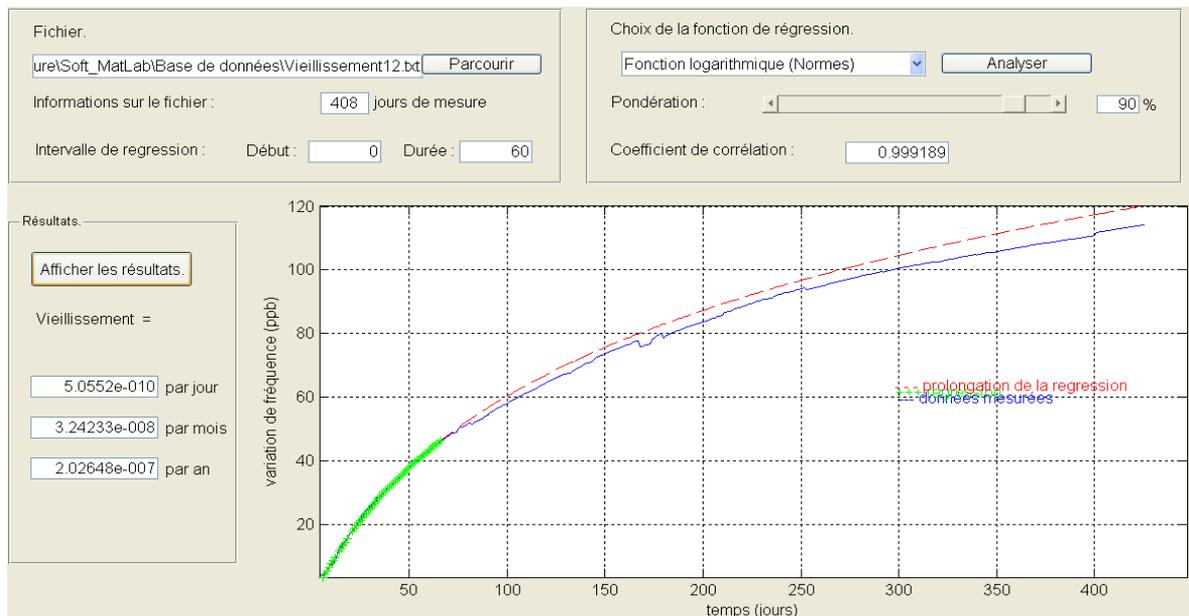


FIGURE 3.8: Prédiction du résonateur 12 sur 60 jours avec pondération.

Le cas du résonateur 12 ne nécessitait pas d'allonger la durée de mesure contrairement au résonateur 13, voici les figures toujours sur le même principe avec et sans pondération.

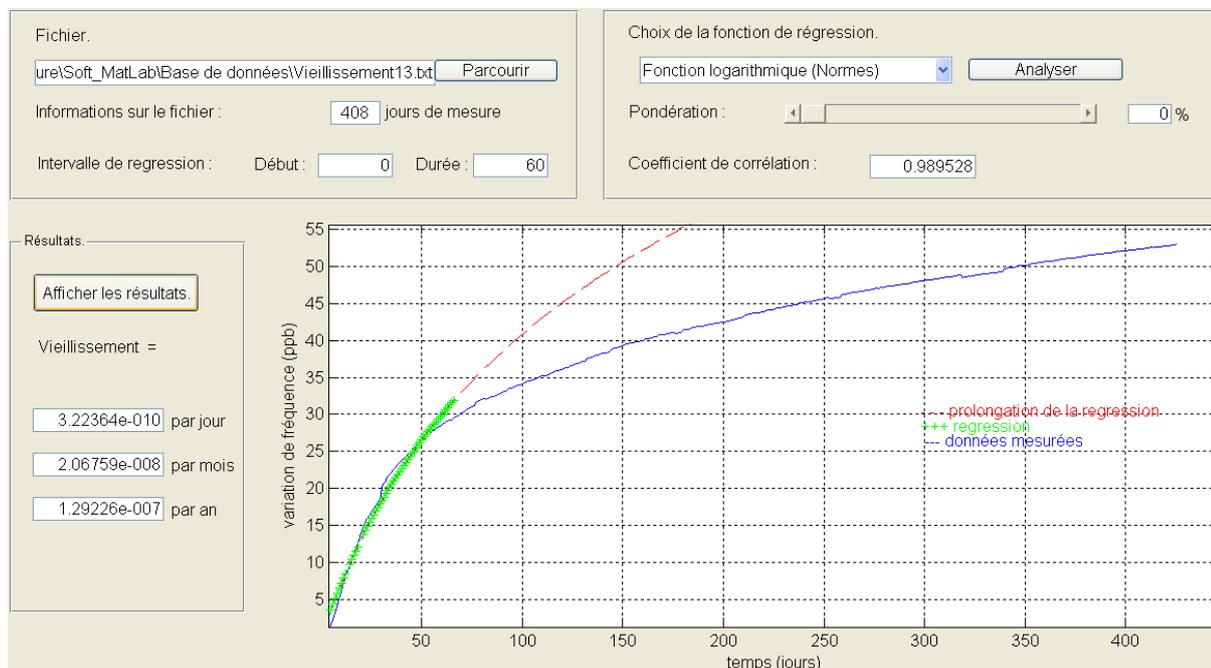


FIGURE 3.9: Prédiction du résonateur 13 sur 60 jours sans pondération.

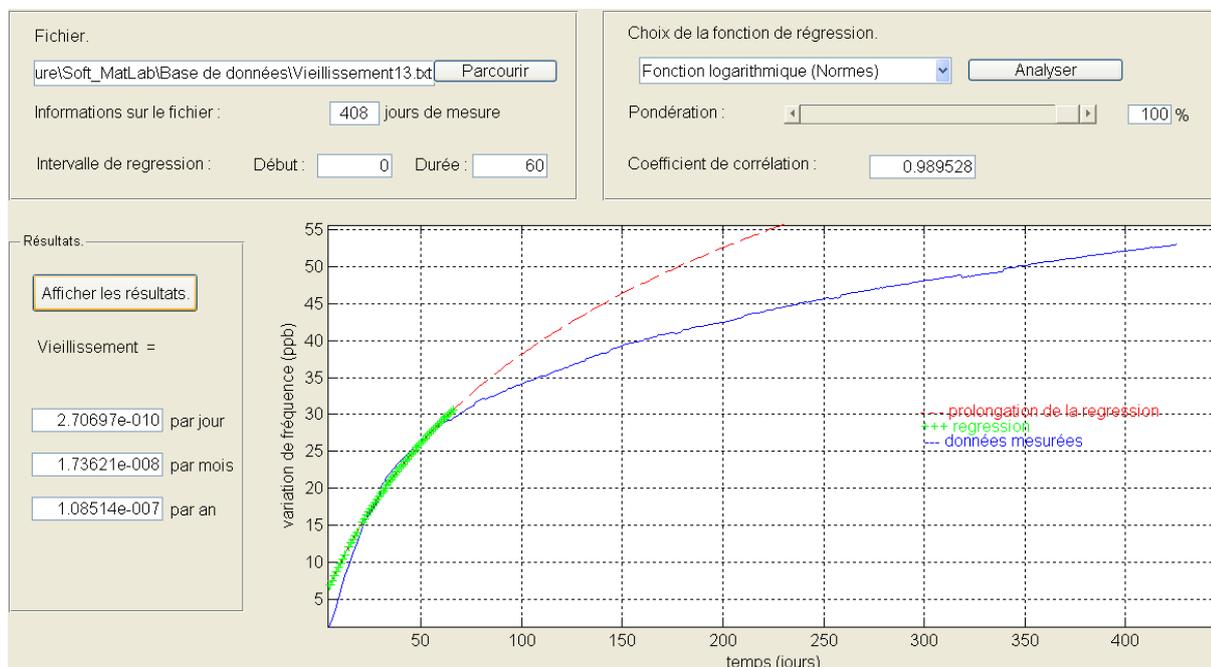


FIGURE 3.10: Prédiction du résonateur 13 sur 60 jours avec pondération.

Nous notons qu'avec 60 jours la prédiction du vieillissement est de  $3,22 \cdot 10^{-10}$ /jour alors qu'il était de  $5,22 \cdot 10^{-10}$ /jour avec 30 jours de mesure. Il est donc clair que la prédiction est meilleure quand on allonge la durée de mesure et ne détériore pas une prédiction déjà correcte avec peu de jour de mesure. Et la pondération l'améliore significativement mais ce calcul n'est pas encore aussi proche que celui fait sur la mesure du résonateur 12. La courbe du suivi du résonateur 13 présente une particularité que n'a pas le résonateur 12. Le vieillissement initial, sur les 40 premiers jours, est très marqué, nous pouvons voir une cassure de pente assez franche. Ce changement brutal de pente peut être interprété de différentes manières, ce peut être l'atteinte d'un état plus stable des phénomènes physiques ou une saturation de transfert de masse. Pour avoir une idée plus précise dans la façon d'interpréter ce type de comportement, nous devons nous intéresser au phénomènes physiques qui sont à l'origine du vieillissement.

## **3.2 Les mécanismes du vieillissement.**

Nous venons de voir l'importance de chaque étape de la fabrication d'un résonateur à quartz sur son vieillissement. Cet état des lieux met en évidence l'influence de l'ensemble des phénomènes physiques sur la variation de la fréquence de résonance observée lors d'une mesure de vieillissement. Nous pouvons ainsi dire que le vieillissement est le résultat de l'évolution de nombreux phénomènes physiques parmi lesquels certains sont prépondérants. Parmi ces causes de la variation de fréquence, la relaxation des contraintes mécaniques et les transferts de masse sont connus depuis longtemps comme les plus importantes [23]. Évidemment, d'autres phénomènes peuvent induire une part du vieillissement, des micro-fuites qui provoqueraient une variation de pression à l'intérieur du boîtier, des variations de température... Cependant, nous ne considérons que les deux plus importants car les micro-fuites dépendent de la qualité de la fermeture des boîtiers qui est généralement maîtrisée et testée par des technique de ressuage. Quant aux variations de température, elles sont quasiment nulles puisque les oscillateurs dont le vieillissement est une des performances surveillées sont thermostatés avec une grande précision. Il reste néanmoins le vieillissement des composants électroniques de l'oscillateur et du thermostat. En général, après un recuit et un réglage optimum, ils peuvent être considérés comme stables et négligeables en terme de vieillissement.

Nous nous intéressons donc maintenant à l'étude des deux principaux phénomènes physiques : les transferts de masses et la relaxation des contraintes mécaniques.

### **3.2.1 Les transferts de masse.**

Ce qui est appelé transfert de masses concerne tout changement dans la répartition des masses sur le résonateur à quartz. Le principe de fonctionnement d'un résonateur peut se résumer grossièrement à la vibration d'une certaine quantité de matière avec une répar-

tition donnée. La valeur de la fréquence de résonance est fonction de cette configuration des masses. Si des particules se déposent sur le résonateur alors la fréquence ne sera plus la même et sa nouvelle valeur dépendra de la zone où sont ces particules. C'est sur ce principe que repose le fonctionnement des nanobalances et des microbalances. La fréquence de vibration peut aussi varier si la symétrie des masses change par un déplacement d'impuretés présentes dans le matériau.

Les transferts de masse sont donc provoqués par le dépôt de particules ou de molécules organiques, la diffusion des électrodes, la détérioration par oxydation des électrodes (quand les matériaux employés y sont assujettis), le déplacement des impuretés et l'adsorption-désorption des polluants en surface du résonateur.

Dans le boîtier du résonateur, le déplacement des impuretés du matériau ne peuvent pas se produire car les conditions nécessaires n'y sont pas réunies, notamment en terme de courant électrique et de température. Ce phénomène n'est donc pas à l'origine d'une partie du vieillissement de résonateur.

L'oxydation des électrodes concerne exclusivement les résonateurs dont les matériaux employés pour la dernière couche réagissent avec l'oxygène. Ce phénomène a déjà été observé [29] et les résonateurs avec de telles métallisations ne sont généralement pas employés pour leur vieillissement mais pour d'autres qualités telles que la sensibilité accélérométrique [52]. De plus, une couche visant à stopper cette oxydation (couche de passivation) peut être mise en oeuvre. Nous étudions des résonateurs où les électrodes sont en or, ce problème là ne les affectent donc pas.

Les transferts de masses au sein du boîtier d'un résonateur à quartz sont donc provoqués par le dépôt de particules et de molécules organiques, la diffusion des électrodes et l'adsorption-désorption. Intéressons nous à la contamination qui participera ensuite à la déposition sur la surface du quartz puis au phénomène d'adsorption-désorption.

### 3.2.1.1 La contamination.

La contamination peut avoir plusieurs origines telles que le dégazage du quartz, l'accroche de polluants à la surface du résonateur, la fermeture pas complètement hermétique, la perméabilité et le dégazage des parois du boîtier. Nous avons déjà abordé la fermeture du boîtier et nous avons vu qu'elle est maîtrisée et testée à fréquence régulière dans un procédé de fabrication. Nous considérons que la pollution induite par la perméabilité des parois du boîtier est négligeable au regard des autres sources de contamination.

Supposons qu'après la mise en forme de la lame de quartz, la fabrication se poursuive dans une salle blanche. Le taux de particules y est contrôlé et son impact sur la fréquence est réduit. Les particules solides agissent généralement sur le bruit plutôt que sur le vieillissement. En revanche, une salle blanche est généralement polluée par des molécules organiques et très volatiles.

Faisons un calcul quantitatif pour bien comprendre ce qu'il se passe.

La salle blanche de classe 100 est désormais assez courante pour la prendre en exemple. Le taux de particules solides (les poussières) est de l'ordre de  $20ng/m^3$  alors que celui des

molécules organiques volatiles approche les  $100\mu g/m^3$  soit 5000 fois plus. De plus, la vitesse de déposition des molécules organiques est plus grande que celle des poussières dans une salle blanche. Notons que le méthanol et l'acétone sont très volatiles et recouvrent rapidement les surfaces propres du résonateur. Les deux tables suivantes représentent une liste non-exhaustive des produits volatiles couramment utilisés en salle blanche (aujourd'hui, certains de ces produits sont interdits).

Trichloroethane	Cellosolve acetate
Trichloroethylene	Hexamethylcyclotrisiloxane
Tetrachloroethylene	Octamethylcyclotetrasiloxane
Dichlorobenzenes	3-Methylhexane
Benzene	Trimethylhexane
Toluene	Dimethylcyclohexane
Ethylbenzene	Tetrachloroethane
Xylenes	Propylbenzene
C <sub>3</sub> -Alkylbenzenes	3-Ethyltoluene
Methylcyclohexane	4-Ethyltoluene
n-Nonane (Nonane)	1,3,5 Trimethylbenzene
n-Decane (Decane)	2-Ethyltoluene
n-Undecane	1,2,4 Trimethylbenzene
C <sub>12</sub> -C <sub>16</sub> n-alkanes	Butyl acetate

FIGURE 3.11: Polluants organiques présents dans une salle blanche. [27].

Compound	Arrival Rate (At Charcoal) $\mu g/(cm^2sec)$	Concentration (Active Samplers) $\mu g/cm^3$	Ambient Mass Transfer Coefficient * cm/sec
Toluene	$3.0 - 5.3 \times 10^{-7}$	$0.5 - 8.9 \times 10^{-6}$	0.006 - 0.65
Ethylbenzene	$0.7 - 1.3 \times 10^{-7}$	$0.2 - 3.7 \times 10^{-6}$	0.02 - 0.43
Butyl acetate	$8.9 - 88 \times 10^{-7}$	$2.6 - 88 \times 10^{-6}$	0.08 - 2.4
Cellosolve acetate	$4.3 - 10.2 \times 10^{-7}$	$0.6 - 4.2 \times 10^{-6}$	0.1 - 1.67
Nonane	$0.6 - 1.91 \times 10^{-7}$	$0.18 - 4.7 \times 10^{-6}$	0.14 - 0.44
Decane	$1.3 - 2.6 \times 10^{-7}$	$0.36 - 11.9 \times 10^{-6}$	0.014 - 0.46

FIGURE 3.12: Polluants organiques présents dans une salle blanche. [27].

Ces tables montrent que la plupart des polluants volatiles présents dans une salle blanche sont des hydrocarbures linéaires qu'il faut éliminer le plus possible de la fabrication de résonateurs à quartz comme nous le disions dans la partie précédente. Prenons l'exemple du nonane qui a une vitesse de déposition de  $1, 3 \cdot 10^{-7} \mu g/(cm^2 \cdot s)$ . En supposant un coefficient d'adhérence de 0,5, alors  $4, 68 \cdot 10^{-4} \mu g$  se seront déposés en 1 heure sur une surface de  $1cm^2$ .

Sauerbrey a établi en 1959 [53] une relation simple entre la variation de fréquence et la variation de la masse en vibration. Cette relation est basée sur l'hypothèse que la masse s'ajoute à la surface du résonateur, ce qui nous convient pour effectuer une estimation par rapport au dépôt de ces molécules organiques. Cette relation s'écrit sous la forme suivante :

$$\Delta f = -\frac{2f_0^2}{\sqrt{\rho \mu_q}} \frac{\Delta m}{A} \quad (3.4)$$

où  $\Delta f$  (Hz) est la variation de fréquence par rapport à la fréquence nominale  $f_0$  (Hz) pour une variation de masse  $\Delta m$  (g) sur la surface  $A$  ( $cm^2$ ).  $\rho$  est la densité du matériau, ici le quartz  $\rho = 2648g \cdot cm^{-3}$  et  $\mu_q$  est le module du cisaillement dans la direction considérée et pour une coupe donnée, ici le mode C du cisaillement d'épaisseur de la coupe SC,  $\mu_q = c_{66}^*$  ( $c_{66}^*$  est la constante effective de la coupe étudiée obtenue par rotation du tenseur des constantes élastiques).

Les  $4, 68 \cdot 10^{-4} \mu g$  de nonane qui se dépose en une heure d'exposition à l'ambiance d'une salle blanche induirait  $-1.10^{-8}$  de variation de fréquence. Ce calcul concerne la contami-

nation des surfaces dans une salle blanche. Le résonateur est encapsulé dans un boîtier où règne un vide de l'ordre de  $10^{-8}$ mbar, les molécules y sont plus rares et le taux de déposition bien plus faible.

En supposant que le résonateur n'ait pas été exposé à l'air entre le dégazage et sa fermeture alors la contamination provient des polluants enfermés dans le boîtier. Le volume des boîtiers HC40 est de  $3\text{cm}^3$ . Pour une fermeture par thermo-compression à froid, la température est de l'ordre de  $25^\circ\text{C}$  et la pression est de  $10^{-8}$ mbar. En utilisant en première approximation, l'équation des gaz parfaits :

$$\frac{P \cdot V}{n \cdot T} = R \quad (3.5)$$

où  $P$  est la pression,  $V$  le volume,  $T$  la température,  $n$  le nombre de mole de gaz et  $R$  la constante des gaz parfaits qui est égale à  $8,314\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ .

Nous obtenons que  $1,2 \cdot 10^{-12}$  mole de gaz est enfermé dans un boîtier HC40. Considérons que l'on enferme dans le résonateur des gaz dont les molécules sont de la taille de celle de l'eau, soit  $0,3\text{nm}$  de rayon. Il y a donc l'équivalent d'une mono-couche d' $\text{H}_2\text{O}$  d'une surface de  $0,26\text{mm}^2$  dans un boîtier HC40 où règne une pression de  $10^{-8}$ mbar. En poids, ceci correspond à  $2,1 \cdot 10^{-11}\text{g}$ . La variation de fréquence calculée avec la relation 3.4 est alors de  $-4,5 \cdot 10^{-10}$  en supposant que toutes les molécules se déposent à la surface du résonateur. Plus simplement, dans le cas que nous venons de prendre en exemple, la variation induite par la contamination ne pourra être au maximum de  $-4,5 \cdot 10^{-10}$  (notons qu'un résonateur haut de gamme présente un vieillissement nominal de l'ordre de  $10^{-11}/\text{jr}$ ). La contamination, à elle seule, ne peut donc pas produire le vieillissement d'un résonateur.

### 3.2.1.2 L'adsorption-désorption.

Le phénomène d'adsorption-désorption provient des polluants enfermés lors de la fermeture. La quantité de polluant dépend bien évidemment de la pression dans le boîtier, des polluants déposés sur les surfaces des différentes pièces, des gaz contenus dans le quartz et dans les points de colle.

L'adsorption-désorption fait partie des interactions gaz-surface. Ce type de réaction est souvent compliqué, car il faut considérer la vitesse de dépôt des gaz, leur volume qui peut varier en fonction de la variété des gaz et du dégazage. Le dégazage du quartz est connu [26] mais celui des colles dépend du type employé et du volume des points réalisés manuellement. Ce phénomène ne touche vraisemblablement que les premières couches atomiques d'un résonateur. La fréquence de résonance sera perturbée mais avec une constante de temps probablement caractéristique de ces phénomènes de surface et différente de la variation de fréquence induite par un phénomène affectant le volume du résonateur. Cette différence pourrait être étudiée avec des résonateurs à ondes de volume très minces comparés à des résonateurs plus massifs. Cette comparaison nécessiterait un grand nombre de résonateurs dont la conception sera dédiée à cette étude et en s'appuyant sur la meilleure

fabrication possible. Un tel projet requiert un financement et les moyens techniques importants car les résonateurs à ondes de volume les plus minces avoisinent  $80\mu m$  (pour des fréquences de 100 à 120MHz).

Le phénomène d'adsorption-désorption qui pourrait provoquer du vieillissement reste donc très délicat à évaluer d'autant plus qu'il est impossible de découpler ce phénomène physique des autres phénomènes de surface.

Cependant, nous pouvons rappeler la relation liant le temps d'adsorption à la température en fonction de l'énergie d'activation pour un gaz donné. Cette relation est une loi d'Arrhénius dont le temps d'adsorption d'un demi volume donné de molécules est calculé de la manière suivante [21] :

$$t_{\frac{1}{2}} = t_0 e^{\frac{E_d}{R \cdot T}} \quad (3.6)$$

où  $R = 8,314 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$  est la constante des gaz parfaits,  $t_0 \approx 10^{-13} s$ ,  $E_d$  l'énergie d'adsorption et  $T$  est la température.

A l'ambiante, c'est-à-dire  $T = 25^\circ C$  (298K), si  $E_d = 20 kcal \cdot mol^{-1}$  alors  $t_{1/2} = 30s$ , si  $E_d = 30 kcal \cdot mol^{-1}$  alors  $t_{1/2} = 30ans$  et si  $E_d = 40 kcal \cdot mol^{-1}$  alors  $t_{1/2} = 109ans$ . Dans ces conditions, la variation de fréquence provoquée par une mono-couche moléculaire sur un résonateur de coupe AT dont le fondamental est à 20MHz sera égale à  $10^{-9}/jr$  pour un gaz dont l'énergie d'activation est de  $E_d = 30 kcal \cdot mol^{-1}$ , elle sera théoriquement égale à  $10^{-17}/jour$  si  $E_d = 40 kcal \cdot mol^{-1}$ . L'épaisseur d'un tel résonateur est de l'ordre de  $90\mu m$ , il est donc plus sensible à ce type de phénomène physique qui s'apparente bien à un phénomène de surface comme nous l'avions dit précédemment.

Les molécules ayant un énergie d'adsorption de  $30 kcal \cdot mol^{-1}$  pour une température de  $150^\circ C$  sont absorbées en une fraction de seconde à l'ambiante, celles-ci contribuent certainement au vieillissement.

Néanmoins, des approches très théoriques peuvent être avancées pour expliquer le caractère logarithmique de l'adsorption mais le lien à la variation de fréquence n'en est pas physiquement établi, puisqu'il s'agit de considérer le transfert de masse à l'intérieur du matériau.

Les vitesses du phénomène d'adsorption-désorption et de l'oxydation des électrodes qui affectent la fréquence de résonance présentent généralement des lois logarithmiques. La majorité des données expérimentales d'adsorption-désorption et d'oxydation des métaux peut être décrite par la relation suivante [21] :

$$q = \frac{1}{b} \log\left(\frac{t - t_0}{t_0}\right) \quad (3.7)$$

où  $q$  est le volume de gaz adsorbé,  $t$  le temps,  $b$  est une constante propre au système et  $t_0$  un paramètre constant qui caractérise le vieillissement.

L'adsorption est un phénomène fortement dépendant de l'énergie d'activation et peut-être supposé linéaire en fonction du volume et ne dépendant pas de la concentration en polluant. La vitesse d'adsorption peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{dq}{dt} = C e^{-\frac{E_{a0} + E_{a1} q}{kT}} \quad (3.8)$$

où  $q$  est le volume de matériau adsorbé,  $t$  le temps,  $T$  la température,  $E_{a_0}$  et  $E_{a_1}$  sont les composantes linéaires de l'énergie d'activation,  $k$  la constante de Boltzmann et  $C$  est une constante.

En intégrant le relation 3.8 entre  $t$  et  $t_0$ , on obtient :

$$q(t) - q(t_0) = D \ln(1 + B(t - t_0)) \quad (3.9)$$

avec  $D = \frac{kT}{E_{a_1}}$

De cette façon, on peut représenter graphiquement la dépendance logarithmique du phénomène d'adsorption en fonction du temps, par la courbe du volume  $q$  en fonction d'une échelle logarithmique du temps. Les paramètres intéressants sont  $D$ , la variation de  $q$  par décade pour le long terme, et  $\frac{1}{B}$ , le temps caractéristique pour lequel le comportement logarithmique commence. Ainsi, pour le cas simple (un seul type de molécule),  $BD = Ce^{-v_0}$  avec  $v_0 = E_{a_0} + \frac{E_{a_1}q(t_0)}{kT}$  est activé au sens d'Arrhénius si  $E_{a_0}$  et  $E_{a_1}$  sont indépendants de la température d'imprégnation.

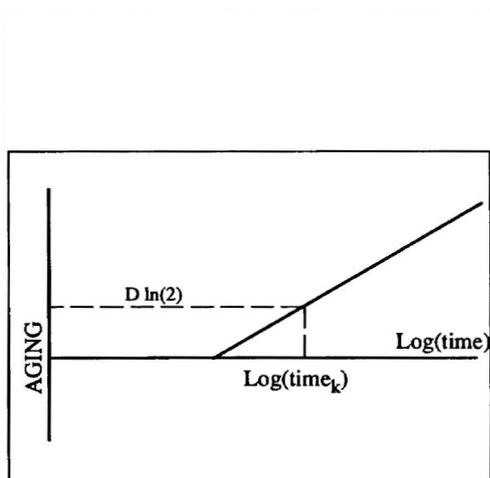


FIGURE 3.13: dépendance logarithmique du vieillissement induit par l'adsorption-désorption. [21].

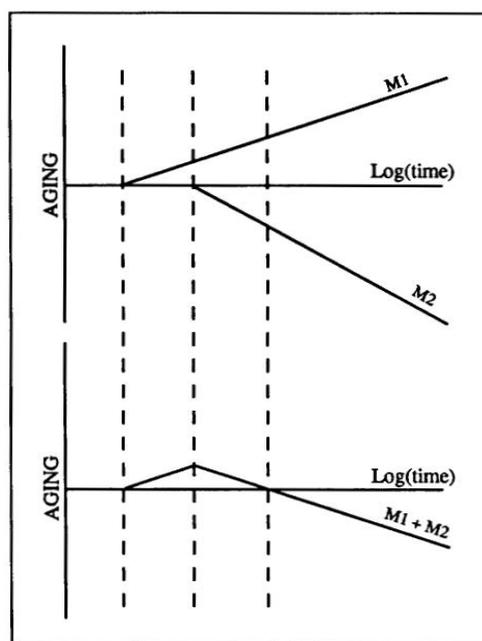


FIGURE 3.14: Dépendance à deux mécanismes logarithmiques du vieillissement changeant de direction. [21].

Cette modélisation décrit le cas d'un seul type de gaz dans le phénomène d'adsorption 3.13. Pour s'approcher un peu plus de la réalité du phénomène dans le résonateur à quartz, il faudrait recenser les principaux gaz qui obéissent à l'adsorption. Compte tenu de tous les gaz présents dans une salle blanche, cette modélisation devient ardue à exploiter pour le résonateur. Par exemple sur la figure 3.14, deux types ( $M1$  et  $M2$ ) de gaz sont pris en compte avec des lois d'activation différentes mais toutes deux linéaires, de nombreuses

configurations peuvent apparaître pour le phénomène global. Cela peut se traduire par une cassure de pente brutale, par un changement de direction à un instant particulier comme le montrent la figure 3.14.

Cette modélisation est très complexe à mettre en oeuvre pour évaluer quantitativement l'influence du phénomène d'adsorption dans la variation de fréquence observée lors d'une mesure de vieillissement d'un résonateur à quartz. Pourtant, elle permettrait d'expliquer la dépendance logarithmique, la cassure de pente et le changement de direction de la variation de fréquence s'il s'agit du phénomène prépondérant du vieillissement.

L'adsorption-désorption se traduit de façon similaire à la déposition, cela modifie la distribution des masses en vibration. Ces transferts de masse se produisent avec une quantité finie de gaz présents dans le boîtier du résonateur. Par conséquent, il y a une probabilité non nulle que ces phénomènes physiques s'arrêtent dans un état d'équilibre. De même, la désorption est le phénomène inverse de l'adsorption, le transfert de masse provoqué doit donc aussi être en sens opposé. Si ces deux phénomènes se produisent dans le boîtier alors ils doivent tous les deux avoir les mêmes constantes de temps sans quoi des variations de la vitesse du transfert de masse surviendraient. Et nous observerions des variations alternatives de la fréquence de résonance qui ne sont pas observées lors de la mesure du vieillissement.

De plus, si l'adsorption-désorption était le principal phénomène physique du vieillissement alors la qualité du vide dans lequel est enfermé le résonateur influencerait grandement l'ampleur de cette variation de fréquence. L'amplitude des vieillissements respectifs serait grandement différente entre un résonateur encapsulé sous  $10^{-8}$ mbar et sous  $10^{-4}$ mbar alors que ce n'est pas le cas dans la pratique. Effectivement, le vieillissement d'un résonateur à quartz à ondes de volume est caractérisé par l'irréversibilité et la continuité de la variation de fréquence. Nous pouvons donc être amené à penser que l'adsorption-désorption joue un rôle minime dans la dérive temporelle de fréquence.

### 3.2.1.3 Les effets de diffusion.

Notons que la diffusion des électrodes dans le substrat est aussi à l'origine de transfert de masse. Cette migration des atomes métalliques est irréversible, ce qui est en accord avec l'évolution du vieillissement d'un résonateur.

Le phénomène de diffusion se traduit par le coefficient de diffusion  $D$  qui pour un flux  $J$  d'atomes passant par une unité de surface dans la direction  $x$  perpendiculaire à cette surface est défini par la loi de Fick :

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (3.10)$$

$\frac{\partial c}{\partial x}$  désigne la variation d'atomes (ou de la concentration) correspondant au flux par unité de temps à travers la surface considérée.

Le taux de diffusion peut être calculé de la manière suivante :

$$D = \frac{m h}{A(c_{x+h} - c_x)t} \quad (3.11)$$

où  $m$  est la masse des atomes qui diffusent,  $h$  la profondeur considérée,  $A$  la surface de diffusion et  $c_x$  est la concentration des atomes à la surface  $x$ .

Voici quelques valeurs de coefficient de diffusion pour les matériaux utilisés pour les métallisations.

<b>Metal System</b>	<b>D (cm<sup>2</sup>/sec)</b>
<b>Al into Cu</b>	<b>1.75 X 10<sup>-2</sup></b>
<b>Au into Cu</b>	<b>4 to 16 X 10<sup>-2</sup></b>
<b>Cu into Ag</b>	<b>5.95 X 10<sup>-5</sup></b>
<b>Ni into Cu</b>	<b>6.5 X 10<sup>-5</sup></b>
<b>Pd into Cu</b>	<b>1.6 X 10<sup>-4</sup></b>

FIGURE 3.15: Constante de diffusion pour quelques métaux à la température ambiante. [21].

La diffusion est un phénomène physique qui se produit lorsqu'un ensemble hétérogène d'atomes sont mal répartis dans l'espace et ont tendance à aller vers un état d'équilibre plus stable.

Le coefficient de diffusion  $D$  est caractéristique d'une mobilité à une température donnée. La diffusion, lié à l'agitation des atomes, se modifie donc avec la température. Elle obéit par conséquent à une relation exponentielle, du type relation d'Arrhénus. Le coefficient s'écrit sous la forme :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \quad (3.12)$$

où  $Q$  ( $eV.mol^{-1}$ ) est l'énergie d'activation,  $R = 8,314.J.K^{-1}.mol^{-1}$  la constante des gaz parfaits,  $T$  ( $K$ ) la température et  $D_0$  est la valeur du coefficient de diffusion pour  $1/T = 0$  obtenu pour une température infinie.

A basse température, généralement en dessous de 30% de la température de fusion ( $T_f$ ), la diffusion est dite superficielle. Il n'y a des mouvements atomiques que dans les zones les plus libres du cristal, en surface où des liaisons sont coupées. Ce type de diffusion permet au chrome d'adhérer sur le quartz, contrairement à l'or.

A moyenne température ( $0,3$  à  $0,5.T_f$ ), la diffusion se produit dans les zones les plus perturbées du matériau, les défauts tels que les lacunes.

Dans les deux cas, la relation d'Arrhénus reste valable mais avec des énergies d'activation différentes.

La diffusion activée thermiquement, considérée comme un ensemble de sauts atomiques à l'intérieur d'un réseau cristallin et régie par la loi de Fick (relation 3.10), peut être modifiée par la présence de forces extérieures. Ces dernières peuvent être de nature chimique, mécanique, électrique ou thermique. Elles introduisent un terme à l'expression du flux  $J$

qui s'écrit alors :

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} + c \langle v \rangle_F \quad (3.13)$$

où  $\langle v \rangle_F$  est la vitesse d'entraînement atomique dans la direction  $x$ , associée aux forces extérieures.

Les forces extérieures qui se superposent au phénomène normal de diffusion dans notre application sont le champ électrique et dans une moindre mesure les gradients de température. La force agissante dans le cas du champ électrique  $\vec{E}$  est :

$$\vec{F} = q\vec{E}$$

Et la force agissante pour le gradient de température  $\frac{\partial T}{\partial x}$  est :

$$F = -\frac{\Delta H}{T} \cdot \frac{\partial T}{\partial x}$$

où  $\Delta H$  est l'enthalpie associée au phénomène de transport.

Les gradients thermiques, pour un résonateur à quartz dont le fonctionnement prévu est réglé à la température d'inversion, sont très réduits. Ils n'influenceront donc pas la diffusion dans les métallisations et la diffusion des électrodes vers le quartz.

Pour le champ électrique, un phénomène de transport peut se produire. En la présence d'un courant électrique, certains atomes se comportent comme des ions : certains sont donneurs d'électron prenant une taille ionique plus petite qui entraîne leur transport vers le pôle négatif, d'autres ont un comportement inverse.

Les coefficients de diffusion peuvent être calculés à partir de la conductivité électrique. En effet, la conductivité ionique est proportionnelle à la mobilité de l'ion considéré, suivant la relation de Nernst-Einstein :

$$\sigma_i = t_i \sigma = n_i Z_i^2 e^2 u_i \quad (3.14)$$

avec  $\sigma_i$  la conductivité des ions de type  $i$ ,  $\sigma$  la conductivité totale dans le matériau,  $t_i$  le nombre de transport des ions  $i$  (nombre d'ions transportés par rapport au nombre total d'ions),  $n_i$  le nombre de sites des ions  $i$  par unité de volume,  $Z_i$  la valence des ions  $i$ ,  $e$  la charge de l'électron et  $u_i$  la mobilité des ions de type  $i$ .

Le coefficient de diffusion est lui-même proportionnel à la mobilité d'après  $D_i = kT u_i / q$  où  $k = 1,38.10^{-23} m^2.kg.s^{-2}.K^{-1}$  est la constante de Boltzmann et  $T$  la température. On en déduit que :

$$D_i = \frac{kT}{n_i Z_i^2 e^2} \sigma_i \quad (3.15)$$

Le déplacement se fera soit vers la cathode, soit vers l'anode suivant que  $Z_i$  est positif ou négatif.

Pour ce qui nous concerne, le résonateur à quartz est monté en oscillateur, le champ électrique est alors alternatif. Par conséquent, les migrations d'atomes de la métallisation vers le substrat de quartz ne pourront pas se produire. Il est néanmoins possible qu'une composante continue s'ajoute au signal principal alternatif mais elle reste très faible.

Nous sommes sûrs que l'or migre dans la couche de chrome et vice versa. Cette diffusion provoque un transfert de masse qui a certainement lieu dès les premiers traitements thermiques ayant pour but d'homogénéiser les électrodes dans la fabrication. Ce transfert qui se limite à l'interface entre les deux matériaux n'évolue plus pendant la vie du résonateur. Sa participation dans le vieillissement est très limitée et faible.

La diffusion entre le chrome et le quartz est superficielle puisqu'elle se produit à une température plutôt basse par rapport aux températures de fusion du chrome (1875°C) et du quartz (1650°C). D'ailleurs, c'est elle qui réalise l'adhérence des métallisations avec le quartz.

La diffusion, avec migration d'atomes dans le volume, est observée pour des densités de courant et des températures élevées. De telles conditions font effectivement diffuser les impuretés présentes dans le quartz. Le balayage ("sweeping") qui vise à réduire le taux des impuretés dans un bloc de quartz exploite cette diffusion pour les faire remonter en surface. Ainsi la partie centrale du bloc possède un taux d'impuretés réduit. Les densités de courant et la température imposées par un oscillateur au résonateur à quartz sont extrêmement éloignées des conditions nécessaires à la diffusion des électrodes ou au déplacement des impuretés. Nous pensons donc que la diffusion n'évolue quasiment pas pour un résonateur fonctionnant en oscillateur à la température du point d'inversion de la courbe fréquence-température (inférieures à 100°C) et pour des puissances de l'ordre de quelques microwatts.

Cependant, le facteur temps joue peut-être un rôle dans cet électrotransport mais aucune expérience n'a été effectuée dans ce sens.

En 1998, [56] un chercheur russe démontre que la diffusion des impuretés dans le quartz a une dépendance logarithmique en fonction du temps. Sous des conditions particulières  $\frac{4Dt}{d^2} > 0,3$  et  $4m_1^2 D \frac{t}{d^2} < 1$  ( avec  $t$  : le temps,  $d$  : épaisseur), la variation de fréquence provoquée par la diffusion s'exprimerait sous la forme :

$$\frac{\Delta f}{f} = F G \ln(Ct + 1) \quad (3.16)$$

ou  $F$ ,  $G$  et  $C$  sont des constantes.

La probabilité de diffusion des électrodes et des impuretés est quasiment nulle dans les conditions de fonctionnement du résonateur monté en oscillateur. En revanche, il se peut que les électrodes diffusent dans le quartz durant les traitements thermiques de la fabrication. Le transfert de masse change la fréquence de résonance mais le vieillissement est caractérisé une fois la fabrication terminée. Il ne doit donc pas y avoir d'effet sur l'allure du vieillissement d'autant plus que la diffusion ne peut raisonnablement pas provoquer un transfert de masse suffisamment important pour le déceler lors de la mesure de vieillissement.

### 3.2.1.4 Dégazage du matériau quartz.

Le dégazage du matériau est à l'origine d'une partie du transfert de masse. Le quartz se vide progressivement et lentement des gaz qu'il contient sous l'effet de la température, changeant ainsi irréversiblement la répartition des masses en vibration. Ce phénomène est bien connu des utilisateurs du silicium pour les MEMS. Aussi, de nombreuses études sont réalisées sur le dégazage du silicium mais il y en a peu sur le quartz. Nous avons malgré tout trouvé une étude menée en 1994 [26] et qui présente un intérêt certain pour notre recherche sur le vieillissement des résonateurs.

Dans cette étude, le dégazage du quartz est mesuré pour deux méthodes de chauffage afin de découpler le dégazage de l'élément chauffant du dégazage de l'échantillon étudié.

De même, les pastilles de quartz proviennent de 3 fabricants différents qui ont appliqué les mêmes procédures de fabrication. Voici les relevés effectués :

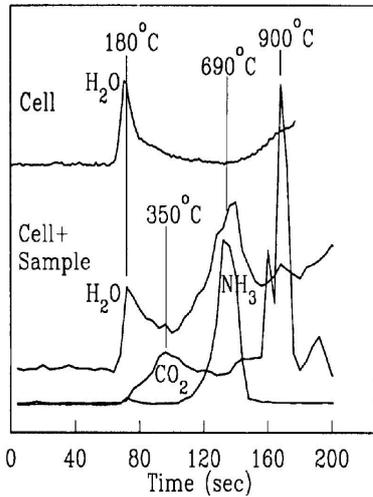


FIGURE 3.16: Dégazage avec chauffage par une cellule de tantale. [26].

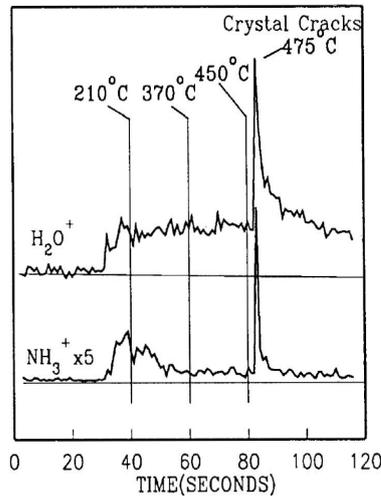


FIGURE 3.17: Dégazage avec chauffage par LASER. [26].

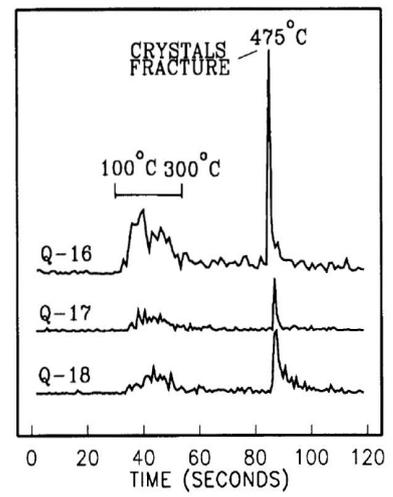


FIGURE 3.18: Dégazage de l'ammonium avec chauffage LASER. [26].

Ces courbes présentent les résultats de mesure de dégazage sur des plages de température allant au delà de 500°C. Pour les résonateurs, il est inutile de connaître ce qu'il se passe à quelques dizaines de degrés en deçà du point de Curie, soit 573°C car les qualités piézoélectriques se dégradent et le matériau se fracture quelquefois pour finalement se transformer en un quartz  $\beta$  (très peu piézoélectrique). Le figure 3.18 l'illustre bien puisque l'échantillon s'est fracturé à 475°C.

Nous constatons que dans les deux cas d'éléments chauffants, le dégazage d' $H_2O$  débute vers 180°C et continue de manière constante jusqu'à des températures supérieures à 475°C. Nous remarquons aussi un pic de  $CO_2$  dans le dégazage vers 350°C et un palier de dégazage pour le  $NH_3$  entre 100 et 300°C. Donc quel que soit l'élément chauffant, le dégazage du quartz commence aux environs de 100°C. Il semble qu'un traitement ther-

mique permette d'extraire une grande partie de ces gaz.

Le dégazage participe au transfert de masse en allégeant les masses en mouvement mais certains gaz comme la vapeur d'eau participe ensuite à catalyser des réactions comme l'oxydation pour les électrodes qui y sont sujettes. Dans l'étude évoquée [26], les mesures permettent de définir le traitement thermique nécessaire pour que le dégazage soit efficacement réalisé.

Voici deux tables qui présentent les résultats de dégazage pour des températures et des durées différentes :

Bake Temp.	Activation Energy (kcal)/ Desorption Peak Temperature (°C)		
	28 kcal/ 200°C	35 kcal/ 300°C	41 kcal/ 400°C
100°C	30 min.	7 years	10 <sup>4</sup> yrs
200°C	1 sec.	3 hours	72 days
300°C	3 msec.	2 sec.	1 hour

FIGURE 3.19: Désorption  $t_{1/2}$  en fonction de l'énergie d'activation pour différentes températures de recuit. [26].

300°C Bakeout	Surface coverage (monolayers)	Desorption rate at 100°C (monolayer/day)	Aging rate per day
0 hr.	1	8 x 10 <sup>-7</sup>	8 x 10 <sup>-13</sup>
1 hr.	0.5	4 x 10 <sup>-7</sup>	4 x 10 <sup>-13</sup>
10 hrs.	0.001	8 x 10 <sup>-10</sup>	8 x 10 <sup>-15</sup>

FIGURE 3.20: Vieillessement calculé pour un résonateur en fonction de la durée du recuit à 300°C (Calcul pour des molécules dont  $E_a = 41\text{kcal/mol}$ ). [26].

Selon la figure 3.19, un dégazage à 100°C doit durer 7 ans pour qu'un résonateur dont la fréquence de résonance est de 5MHz dégaze l'équivalent d'une demi-couche moléculaire d' $H_2O$ . Les résultats présentés dans ces deux tableaux indiquent clairement qu'un dégazage d'une heure à 300°C conviendrait pour enlever la majorité des gaz dégazés par le quartz.

Nous pouvons conclure qu'un dégazage à 300°C est suffisamment efficace pour que le vieillissement induit par ce phénomène soit inférieur à  $10^{-12}$ /jour.

Le vieillissement du résonateur à quartz n'est sûrement que faiblement induit par des transferts de masse. Un autre phénomène physique ayant une influence plus grande sur la fréquence est à l'origine du vieillissement couramment observé. La fabrication introduit certaines contraintes mécaniques qui sont plus ou moins bien relaxées par des recuits judicieusement placés entre certaines étapes de fabrication. Les contraintes restantes vont évoluer au cours du temps en fonction des matériaux et de leur capacité plastique.

### **3.2.2 Etat des contraintes mécaniques.**

Les sources de contraintes mécaniques dans le quartz sont multiples. La mise en forme du quartz par abrasion, le dépôt des électrodes et le montage sur les clips constituent la majorité des sollicitations mécaniques de la lame. Les impuretés, les inclusions et les dislocations dans le matériau y contribuent de manière plus limitée.

Dans la lame de quartz, l'évolution des contraintes mécaniques est à la fois dynamique et quasi-statique. Le caractère dynamique des contraintes est provoqué par les différents changements des conditions extérieures au résonateur comme la température. Ainsi les variations de température induisent des variations de contraintes mécaniques à cause des divers coefficients de dilatation et de conduction thermique des matériaux des clips, de la colle ou du quartz. Par définition, ces contraintes n'entrent pas en ligne de compte pour le vieillissement. Le vieillissement est plutôt concerné par l'évolution lente des contraintes mécaniques, il s'agit de contraintes ayant un comportement quasi-statique. Ce comportement peut être induit par la relaxation des contraintes présentes à la fin de la fabrication du résonateur. Cette relaxation dépend des caractéristiques propres des matériaux de chaque pièce, elle dépend aussi du temps et de la température qui aura pour effet de l'accélérer.

Il faut donc recenser méticuleusement les différentes sources de contraintes dans la lame de quartz et étudier celles qui entrent en jeu dans le comportement à long terme de la fréquence de résonance des résonateurs à quartz à ondes de volume.

Les contraintes intrinsèques qui nous intéressent proviennent des usinages mécaniques, de la polymérisation de la colle, de la flexion des clips, de la déformation de l'embase et de la flexion initiale de la lame dû au montage, particulièrement pour la suspension en quatre points puisque ce montage est hyperstatique.

#### **3.2.2.1 Les électrodes.**

Le dépôt des électrodes (généralement par évaporation) introduit des contraintes mécaniques qui dépendent fortement des conditions de dépôt. Ainsi, la propreté du substrat, sa cristallinité (amorphe, orientation, ...), la pureté du métal, la température d'évaporation, la vitesse de dépôt, la pression et les gaz dans l'enceinte d'évaporation sont autant de paramètres à ajuster rigoureusement afin d'obtenir une métallisation homogène et faiblement contrainte mécaniquement. La métallisation obtenue sera finalement plus ou moins en tension ou en compression et provoquera des variations de fréquence relativement faibles au cours du temps par leur relaxation. Les conditions de dépôt des couches minces sont très largement étudiées car ce sont des technologies fréquemment employés pour les MEMS.

Ces études sur les dépôts métalliques aboutissent à la conclusion générale suivante : pour une température de dépôt proche de la température de recristallisation du métal, le film obtenu est plus stable que pour un dépôt à faible température. De plus, la stabilité du film est aussi influencée par la vitesse de déposition, ce qui veut dire que, le film gagne en stabilité quand la métallisation se fait lentement. La température du substrat

est également à prendre en compte car si elle est élevée, cela minimisera les polluants absorbés par la métallisation et par conséquent sa pureté.

Malgré l'existence de ces contraintes mécaniques induites par les procédés de fabrication, des méthodes permettent de les réduire, voire les annuler. Il a été démontré [21] qu'un traitement thermique de quelques heures est suffisant pour détendre les contraintes mécaniques à l'interface quartz-métallisation, réduisant ainsi leur influence sur le vieillissement du résonateur.

D'autres phénomènes pouvant induire du vieillissement restent à considérer. Leur intensité est directement liée à leur niveau d'énergie d'activation : c'est le cas de l'oxydation. Or quelques métaux comme l'or adhèrent faiblement au quartz et une couche d'accroche en chrome de quelques nanomètres d'épaisseur est généralement déposée sur le substrat. Seulement en fonction des énergies d'activation, des réactions se produisent aux interfaces dont certaines participent à l'adhérence mais aussi au vieillissement. L'oxydation de la couche en Cr (dont l'énergie d'activation est de  $-270\text{kcal/mol}$ ) ou bien celle de l'aluminium (à  $-399\text{kcal/mol}$ ) crée une liaison avec les atomes d'oxygène du quartz, dont l'énergie d'activation de l'oxydation est de  $-201,34\text{kcal/mol}$ . A l'interface électrode-quartz, la présence d'oxygène et autres gaz dans le résonateur catalyse les réactions comme l'oxydation. Ces réactions plus ou moins catalysées sont à l'origine de variations de tensions mécaniques entre la métallisation et la lame de quartz.

Un gros travail de recherche a été fait dans ce sens et a abouti à deux grandes avancées pour les résonateurs à quartz : la coupe SC (Stress Compensated) et le design à électrodes non-adhérentes nommé BVA. Le design BVA s'affranchit totalement des effets des électrodes par un design à électrodes non-adhérentes. Ce type de résonateur présente généralement un vieillissement de l'ordre de  $10^{-12}/\text{jour}$  mais le lien entre ce comportement et le fait que les électrodes soient non-adhérentes n'est pas clairement établi. La coupe SC apporte une insensibilité à des contraintes homogènement réparties sur une circonférence par un phénomène de compensation des forces coplanaires diamétralement opposées. Cette coupe constitue une bonne solution pour compenser les effets des contraintes induites par des métallisations circulaires. Pour des designs classiques de résonateurs, il faut donc limiter les effets des réactions à l'interface quartz-métal pour améliorer le vieillissement. L'or n'est pas réactif avec l'oxygène et les contraintes induites par un film d'or se relaxent rapidement. Ainsi, des résonateurs très "haut de gamme" de coupe AT avec les électrodes en or atteignent un vieillissement de l'ordre de quelques  $10^{-12}/\text{jour}$  [21]. L'influence des électrodes n'est pas clairement établie mais semble toutefois faible puisque avec une très grande qualité de fabrication un résonateur métallisé présente des performances identiques à un résonateur à électrodes non-adhérentes.

Avec des électrodes en cuivre et beaucoup de précautions vis-à-vis de l'oxydation, il est également possible d'obtenir un faible vieillissement initial et un comportement à long terme similaire aux électrodes en or [21]. Les résonateurs avec des électrodes en argent présentent aussi de bonne caractéristique en vieillissement en limitant l'oxydation.

Les électrodes n'ont donc qu'une influence faible pour considérer qu'elles ne sont pas à l'origine du vieillissement qui est observé sur des résonateurs à ondes de volume. Cette conclusion est d'autant plus vraie que les résonateurs de coupe SC ([39], [40], [41],[57] et [42]), de coupe AT et BVA ([58], [18], [59], [60], [61] et [62]) présentent des vieillissements

identiques pour les meilleurs procédés de fabrication existant à ce jour.

### 3.2.2.2 La structure de montage.

En général, il s'agit de capot métallique, en alliage cuivreux pour la thermocompression et l'embase est en verre ou céramique et en métal avec des connections en Kovar. Lors de la fermeture, l'ensemble est soumis à une pression élevée (proche de 65 bars) qui peut déformer légèrement le boîtier et induire des contraintes par l'intermédiaire des clips. Cette source de contrainte est considérée comme négligeable car une déformation de l'embase provoquerait des fissures dans la partie en verre.

Pour le design BVA, le boîtier compte une bague en acier sur laquelle est montée les ressorts de la suspension. L'effet de la déformation du boîtier en est encore plus réduite.

Le boîtier est donc une source probable mais très petite de contraintes mécaniques dans la lame de quartz comparée au montage sur les clips. Nous pouvons évidemment le négliger.

#### Le montage

Les lames de quartz sont maintenues mécaniquement dans le boîtier. Ce lien mécanique doit répondre à tout un ensemble de spécifications comme la résistance aux chocs ou une certaine rigidité pour assurer une bonne insensibilité accélérométrique. Pour cela, les résonateurs sont montés entre des clips. Plusieurs configurations sont possibles comme le montre les figures suivantes :

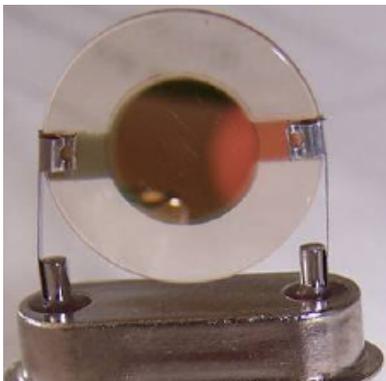


FIGURE 3.21: Montage d'un résonateur en 2 points.



FIGURE 3.22: Montage d'un résonateur en 3 points.

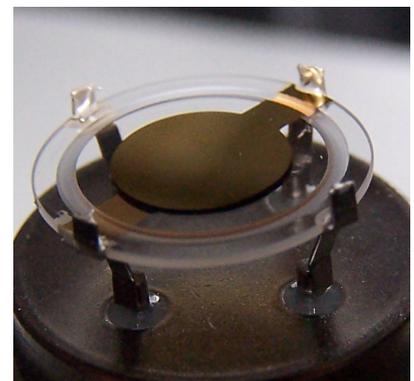


FIGURE 3.23: Montage d'un résonateur en 4 points.

L'étape du montage est très délicate et c'est certainement là qu'est introduite la plus grande partie des contraintes mécaniques qui viendront influencer le vieillissement. Cette étape est effectuée généralement par la main d'opérateurs très minutieux et malgré cela, le résonateur est quand même contraint. Une fois montée, la lame est scellée par collage. Les clips de la suspension comme les points de la colle sont difficiles à contrôler tant le

résonateur est sensible et le besoin en stabilité grand. De plus, les variations de température provoquent des dilatations et la relaxation d'une partie des contraintes induites. Le vieillissement induit par le montage dépend également du type de lame (coupe, forme, usinage ultrasonore), du type d'embase (2, 3 ou 4 clips) et de la position des clips.

L'importance des contraintes mécaniques sur le vieillissement peut être minimisée en menant une étude de la répartition des contraintes introduites par la structure de montage dans la lame de quartz.

Les contraintes imposées par la structure de montage proviennent principalement de la flexion des clips. L'influence de ces contraintes sur la fréquence de résonance a été modélisée dans les années 70 par le coefficient force-fréquence que nous détaillons dans le chapitre 4. Celui-ci définit la relation entre la fréquence de résonance et les forces diamétrales et coplanaires appliquées par deux clips opposés. Ce coefficient permet de déterminer la position du montage où l'influence des contraintes induites sera minimisée. Le montage n'applique pas que des contraintes radiales, elles peuvent aussi être tangentielles. En général, tel que le résonateur est monté, les contraintes tangentielles sont bien plus faibles que les radiales, et leur influence sur la fréquence de résonance est moins importante [63]. Ces contraintes mécaniques vont lentement varier au cours du temps et provoquer une partie du vieillissement.

Au montage, les clips sont déformés et ne changeront plus de forme. Il se produit alors le phénomène de relaxation. En mécanique, lors d'un essai de relaxation (figure 3.24), une déformation est imposée brusquement, puis elle est maintenue au cours du temps. La contrainte chute alors que la déformation viscoplastique continue à augmenter.

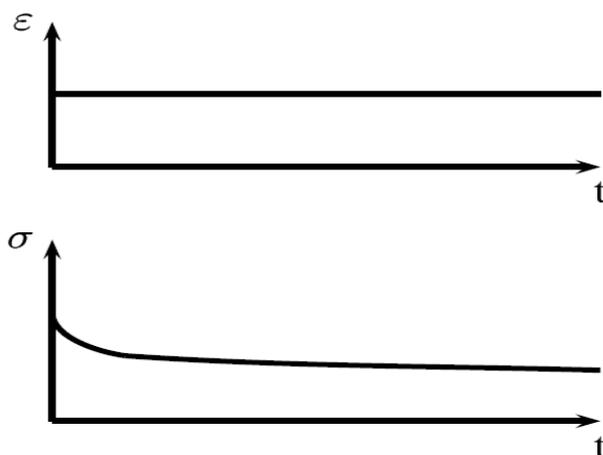


FIGURE 3.24: Déformation et contrainte lors d'un essai de relaxation.

Au cours de la relaxation, les vitesses de contraintes  $\dot{\sigma}$  et de déformations viscoplastiques  $\dot{\epsilon}_v$  sont liées par la relation suivante :

$$\dot{\sigma} = -E \cdot \dot{\epsilon}_v \quad (3.17)$$

où  $E$  est le module d'Young.

Les lois établies et utilisées pour rendre compte des effets de vitesse et de température sont les lois de fluage. Dans de nombreux cas, les lois simples ne sont pas capables de décrire simultanément et précisément le fluage et la relaxation.

Les clips sont donc dans le même cas que l'éprouvette soumise à l'essai de relaxation, nous pouvons donc décrire leur comportement à l'aide des lois de comportement du fluage. D'ailleurs, l'allure des contraintes lors de la relaxation est proche de l'allure de la variation de fréquence lors de la mesure du vieillissement.

Commençons par rappeler brièvement ce qu'est le fluage en mécanique. Le fluage se définit comme une déformation lente et continue en fonction du temps, de la température et de la contrainte appliquée. La figure 3.25 présente le fluage en traction simple sous charge et température constante (la courbe A correspond à un essai de fluage avec rupture de l'éprouvette alors que l'éprouvette donnant la courbe B flue sans casser).

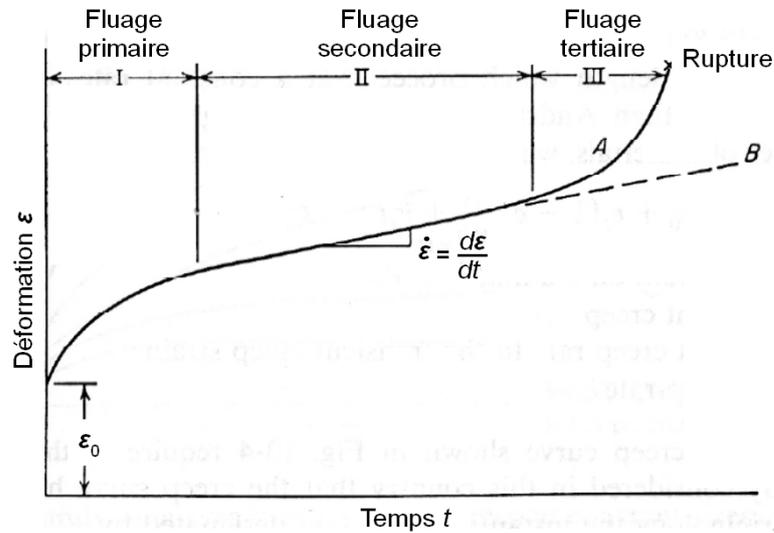


FIGURE 3.25: Courbe d'un essai de fluage en traction.

A la mise sous charge, une déformation  $\varepsilon_0$  se produit instantanément. Si la charge est maintenue, la pièce va se déformer avec le comportement présenté sur la figure 3.25. La déformation de fluage se déroule en trois phases.

Dans la première, le fluage primaire, le matériau se durcit et ne se déforme de manière permanente que si la contrainte appliquée est suffisante pour que les dislocations, assujetties à rester dans le plan de glissement, puissent franchir les obstacles (friction de réseau, impuretés). Le fluage primaire est observable uniquement pour les basses températures (inférieures à  $0,3.T_f$ ,  $T_f$  température de fusion du matériau) et il est souvent décrit par la loi suivante :

$$\varepsilon = A \ln\left(1 + \frac{t}{t_0}\right) \quad (3.18)$$

Au cours de la seconde phase, le fluage secondaire, le matériau flue de manière constante à la vitesse minimale,  $\dot{\varepsilon}$ . Ce type de déformation est prépondérant si  $T > 0,3.T_f$ . Ici, les dislocations libérées par la diffusion des atomes (vers les lacunes des mailles du réseau)

peuvent franchir les obstacles par changement de plan de glissement. Leur mouvement est responsable de la déformation permanente et continue. Le fluage secondaire intervient sous l'action de la contrainte appliquée plus faible que celle nécessaire en plasticité à basse température en l'absence d'activation thermique. La relation empirique de Norton sert en général pour décrire cette déformation :

$$\dot{\epsilon} = \left( \frac{\sigma - \sigma_s}{K} \right)^M \quad (3.19)$$

où  $\sigma_s$  est la contrainte interne moyenne,  $\sigma$  la contrainte appliquée et  $K$  et  $M$  sont des constantes propres au matériau.

La troisième et dernière phase, le fluage tertiaire, correspond à l'endommagement de la pièce et conduit à sa rupture. Des déformations permanentes se créent sous l'action d'une diffusion rapide d'atomes au sein des grains. Cette diffusion est anisotrope et guidée par la contrainte appliquée. Nous sommes sûr que ce dernier type de fluage n'intervient pas dans le cas du résonateur et de son montage sur des clips métalliques.

Par contre, le fluage primaire ou secondaire se produit probablement au niveau des clips toujours plus ou moins précontraints.

Des industriels ont travaillé sur la tenue au fluage des matériaux utilisés pour les clips afin d'améliorer le vieillissement de leur résonateur [43]. L'optimisation du choix du matériau des clips a nécessité une étude sur le fluage de plusieurs alliages. Dans ce travail, des alliages ferreux et cuivreux sont soumis à une flexion en 3 points pour des températures allant de 200°C à 400°C pendant 8 heures. Le fluage est ensuite caractérisé par les paramètres  $A$ ,  $B$  et  $n$  propres à chaque alliage et définis de la manière suivante :

$A$  représente la vitesse de déformation à température constante tel que  $\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{A}{t}$   
 $B$  et  $n$  décrivent l'effet de la force appliquée tel que  $A = BF^n$

Voici les valeurs de ces paramètres pour les alliages étudiés :

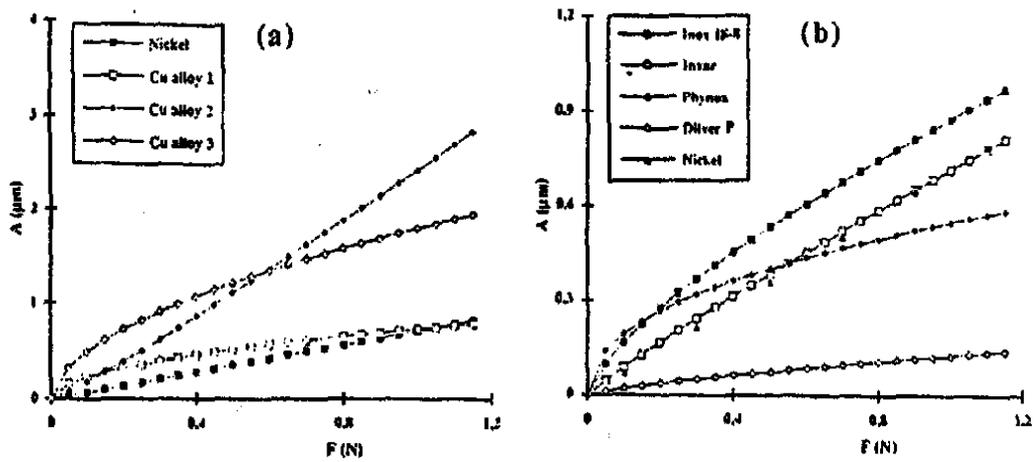


FIGURE 3.26: Valeurs de  $A$  pour une température de  $200^{\circ}\text{C}$ . [43].

	Chemical composition (Wt %)	$n$	$B$ ( $\mu\text{m}/\text{N}^n$ )
Nickel	Ni pur	1,00	0,72
Copper alloy 1		0,50	0,74
Copper alloy 2		1,12	2,42
Copper alloy 3		0,56	1,80
Inox 18/8	Fe Cr 18 Ni8	0,72	0,88
Invar	Fe Ni36	0,90	0,72
Phynox	Fe Co40 Cr20 Ni16Mo7	0,45	0,55
Dilver P.	Fe Ni29 Co17	0,75	0,13

FIGURE 3.27: Valeurs de  $B$  et  $n$  pour une température de  $200^{\circ}\text{C}$ . [43].

Ces valeurs ne correspondent pas exactement au cas du fonctionnement réel du résonateur à sa température du point d'inversion (soit à  $85^{\circ}\text{C}$  environ). Cependant, la figure 3.26 introduit clairement un comportement logarithmique. Dans l'idéal, il faudrait faire à nouveau la procédure pour évaluer les valeurs de  $A$  et de  $B$  à une température proche de  $85^{\circ}\text{C}$  pour le matériau employé dans le résonateur. De plus, dans le boîtier, le montage est fixe, les clips sont liés à la lame de quartz et ne peuvent pas se déformer, par contre la force qu'ils exercent va diminuer au cours du temps.

Dans cette même étude [43], une simulation du vieillissement est établie en se basant sur l'intégration de

$$\frac{dF}{dt} = -\frac{\beta B F^n}{t}$$

où  $B$  et  $n$  sont les coefficients précédemment définis,  $F$  est la force appliquée sur le diamètre,  $\beta$  la souplesse du montage qui dépend de la géométrie et du module de Young. La vitesse du vieillissement est définie par

$$V = \frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta f}{f_0} \right)$$

La relation de force-fréquence s'écrit :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{KFf_0}{pD}$$

où  $p$  est le rang du partiel,  $D$  le diamètre du résonateur et  $K = \frac{2.K_f.N_0}{\sqrt{\frac{C_{ij}}{\rho}}}$

La vitesse du vieillissement peut être écrite sous la forme suivante :

$$V = -\frac{\beta B K f_0}{t p D} \left( F_0^{1-n} + (n-1)\beta b \log \left( \frac{t}{t_0} \right) \right)^{\frac{n}{1-n}} \quad (3.20)$$

Voici les courbes calculées obtenues avec cette formule et les valeurs des constantes  $B$  et  $n$  de la table 3.27.

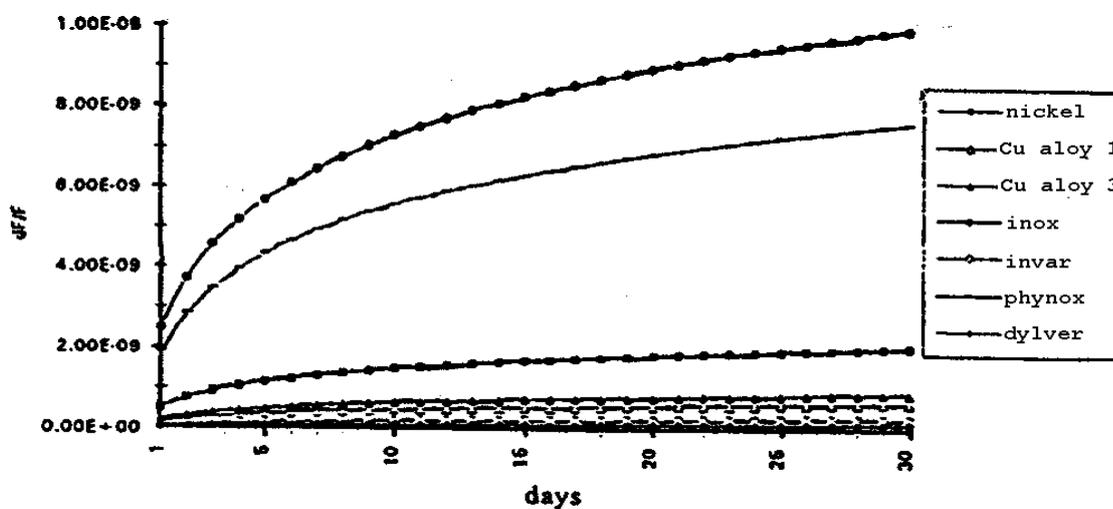


FIGURE 3.28: Variation de fréquence calculée à 75°C pour divers matériaux. [43].

Nous notons que les essais pour évaluer les constantes  $A$ ,  $B$ , et  $n$  de chaque matériau ont été réalisés à 200°C et les calculs du vieillissement à 75°C. Or le fluage dépend de la température et il n'aura pas le même comportement si  $T < 0,3.T_f$ , domaine de la plasticité ou  $0,3.T_f < T < 0,7.T_f$ , domaine du fluage dislocation. Pour le matériau utilisé pour les clips, la température de fusion se situe aux environs de 1400°C. Par conséquent, le fluage est faible puisque le fonctionnement est au alentour de 85°C et les traitements thermiques à 300°C soit bien inférieur à  $0,3.T_f \approx 430°C$ . A de telles températures, le mécanisme prépondérant responsable des effets de vitesse de déformation viscoplastique est l'activation thermique de la plasticité, dont la loi de comportement s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_v = \left( \frac{\sigma}{K} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (3.21)$$

avec

$$m = \frac{b.\sigma.A^*}{k.T}$$

Cette relation permet de relier la vitesse de déformation viscoplastique à l'aire d'activation  $A^*$  (aire balayée par la dislocation lors de son passage de l'état initial à la position de col de la barrière potentiel).

La présence du fluage tient au fait que le mouvement des dislocations (sur de faibles distances de l'ordre du vecteur de Burger  $\vec{b}$ ) se fait dans le plan de glissement sans rencontrer d'obstacles, tel qu'un précipité. Les obstacles peuvent être franchi grâce à une contrainte appliquée ou une agitation thermique, on dit que le segment de dislocation a franchi la barrière de potentiel qui s'oppose à son mouvement. Le glissement est particulièrement efficace pour propager la déformation, et se produit généralement sans autre apport énergétique qu'une faible contrainte extérieure.

On peut déduire que la pré-contrainte des clips lors du montage participe à l'apport d'énergie favorisant ce glissement et par conséquent le fluage à long terme.

Donc la structure de montage pré-contrainte soumet les clips au fluage, se traduisant par une variation de fréquence au cours du temps. Et ce phénomène est favorisé par la régulation thermique de l'oscillateur à la température d'un premier point d'inversion du résonateur (relation 3.21). La structure de montage semble alors être une source relativement importante de variation de fréquence à long terme.

Entre les clips et le résonateur, la colle servant de scellement va elle aussi ajouter des contraintes qui évolueront au cours du temps et certainement en fonction de la température.

### Le collage.

Nous avons vu que les contraintes dues aux clips de montage peuvent être optimisées en étudiant leur comportement en fluage. Mais la présence de colle entre les clips et le résonateur, en plus ou moins grande quantité, peut aussi jouer un rôle non négligeable sur le vieillissement.

En effet, il existe plusieurs types de colle pouvant assurer les fonctions de scellement et de conduction électrique. Chacune présente des propriétés mécaniques différentes qui pourront légèrement varier en fonction des procédés de polymérisation employés. Ces colles peuvent être polymérisées à différentes températures, ce qui peut prendre plus ou moins de temps. Ce choix n'est pas anodin car c'est un facteur important de génération de contraintes sur le résonateur. Par exemple, une polymérisation faite à une température élevée prendra peu de temps mais introduira des contraintes mécaniques en refroidissant, tout comme une polymérisation lente à l'ambiante. La température de polymérisation doit être très proche de la température de fonctionnement nominal du résonateur afin de contraindre le moins possible la lame de quartz. De cette manière, la relaxation de ce type de contraintes aura une influence limitée au cours du temps.

Ces colles sont habituellement à base d'époxy ou de polyimides dont le fluage secondaire (relaxation) se produit pour la température de transition vitreuse soit au alentour de 250°C. Nous avons vu que le fluage secondaire est contrôlé par la diffusion, il est donc activé thermiquement selon la lois d'Arrhénius suivante :

$$\dot{\varepsilon}_v = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^M \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \quad (3.22)$$

où  $K$  est le module de plasticité,  $T$  la température,  $R$  la constante des gaz parfait et  $Q$  l'énergie d'activation thermique (égale à l'énergie d'auto-diffusion  $Q_A$  pour les métaux purs).

Étant donné que le niveau de contrainte est faible, la rupture par fluage est impossible. La déformation viscoplastique se stabilisera après un traitement thermique à  $250^\circ\text{C}$  ce qui permettra de relaxer une grande partie de ces contraintes.

Par contre, il est possible que les traitements thermiques dégradent les caractéristiques principales des points de colle. Des chercheurs [43] ont mené une analyse sur l'élasticité de quelques colles. Les échantillons subissent des traitements thermiques de 15 minutes à des températures entre  $200$  et  $400^\circ\text{C}$ . Ils sont ensuite placés à  $100^\circ\text{C}$  sous charge et leur longueur est observée pendant 1000 minutes comme le montre les deux courbes suivantes :

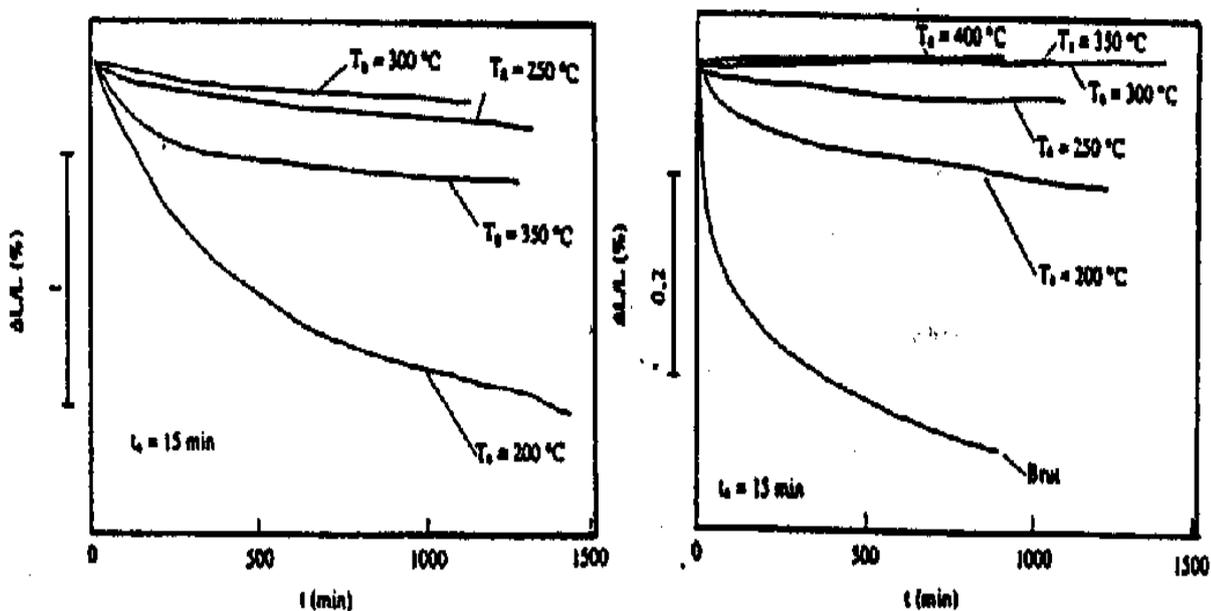


FIGURE 3.29: Variation de longueur en fonction du temps pour 2 colles différentes maintenues à  $100^\circ\text{C}$  après pré-vieillessement de 15min à plusieurs températures. [43].

Nous pouvons remarquer que les échantillons de colle ayant subi un traitement thermique à une température supérieure à  $300^\circ\text{C}$  ont énormément durci, l'allongement est quasiment nul. Les traitements thermiques successifs dégradent donc les performances mécaniques des points de colle. Dans la mesure où la polymérisation est fonction du temps et de la température, la dégradation de ces performances se comporte probablement de la même manière. Elles se produisent peut-être sur un traitement thermique plus long à une température plus basse. Alors, la colle participe très certainement au vieillissement du résonateur par une lente dégradation à la température du point d'inversion, soit  $85^\circ\text{C}$ .

Maîtriser la géométrie des points de colle semble donc être primordial pour limiter les effets de la dégradation de ses propriétés au cours du temps sur la fréquence de résonance.

En réduisant le collage à un mince film entre la surface du clip et celle de la lame de quartz, la fixation sera extrêmement bien assurée et le volume très réduit. Les défauts de symétrie affectant la répartition des contraintes imposées par le clips sera aussi diminuée, voire éliminée.

### 3.2.2.3 La fabrication.

La mise en forme du résonateur se fait par procédé mécanique. La lame est tout d'abord coupée dans un barreau de quartz par sciage avec une lame diamantée. Le sciage est un procédé brutal pour le matériau et les surfaces de la lame obtenue sont très contraintes mécaniquement. Généralement, l'épaisseur de la lame sciée est bien supérieure à celle de la lame finie. Cette sur-épaisseur est définie pour permettre d'enlever les couches contraintes par le sciage. A ce stade, la lame se présente sous la forme d'un losange ou d'un carré. Ainsi, l'étape suivante, la rectification circulaire, va la mettre sous la forme d'une pastille circulaire. Encore une fois, des contraintes mécaniques sont introduites dans la lame.

La lame est ensuite rodée. Le rodage est un procédé abrasif, il consiste à frotter la lame sur la surface de référence enduite d'une solution contenant des abrasifs calibrés. La surface de référence est plane pour la surface plane du résonateur et elle est concave pour générer le rayon de courbure.

Le rodage se passe en plusieurs étapes car son rôle est d'amincir la lame de quartz et lui donner sa forme définitive. Chaque phase de rodage se fait avec une taille de grain d'abrasif plus petite pour éliminer la couche contrainte par le sciage et ne pas produire des couches contraintes supplémentaires.

Dès que la lame est proche de sa forme définitive, elle est polie avec le même procédé que le rodage (à la différence près que l'outil de mise en forme est recouvert d'un feutre qui emprisonne les grains de la pâte à polir) et des grains très fins. Les étapes de polissage vont à nouveau réduire les contraintes introduites par le sciage et partiellement éliminées par le rodage. A la fin du polissage, la lame a sa forme définitive et présente des surfaces lisses avec une rugosité généralement inférieure à quelques dizaines de nanomètres .

Une surface est toujours constituée de creux et de pics de matière, c'est en mesurant l'écart entre ces deux caractéristiques qu'on obtient la rugosité de la surface. Mais lors du polissage, comme lors du rodage, les pics de matière sont arrachés et forment un agrégat qui vient combler les creux de la surface formant ainsi la couche morte. Cette couche perturbe localement l'effet piézoélectrique de la lame mais aussi l'accroche des métallisations. Pour éliminer cette couche, les lames subissent une légère attaque chimique à la fin du polissage.

Malgré toutes les précautions prises lors les phases de rodage, de polissage et d'acidage, les premières couches atomiques du résonateur sont contraintes mécaniquement. Ces contraintes mécaniques sont plutôt en surface et moins importantes que celles introduites par les clips. Cependant, un traitement thermique à haute température (proche de  $400^{\circ}\text{C}$ ) pendant plusieurs heures permet de les réduire au point qu'elles soient négligeables par

rapport aux autres sources de contraintes pour les résonateurs à ondes de volume.

# Etude des contraintes mécaniques dans le résonateur.

## 4.1 Introduction.

Comme cela a été dit dans le premier chapitre, les contraintes mécaniques dans la lame de quartz provoquent une variation de la fréquence de résonance du mode de cisaillement d'épaisseur.

Ces contraintes mécaniques ont plusieurs origines. Les usinages mécaniques comme le sciage, la rectification cylindrique et le rodage, sont très brutaux pour le matériau. Ces contraintes mécaniques sont réduites et stabilisées par des recuits pratiqués après la mise en forme des lames de quartz. La fabrication est aussi pensée et organisée pour les minimiser en respectant une sur-épaisseur pour les lames lors du sciage. Par la suite, cette même sur-épaisseur est progressivement éliminée lors des phases de rodage et de polissage avec des grains abrasifs de plus en plus fins. De cette façon, l'usinage est de plus en plus doux pour la pièce de quartz. Seules les dernières couches atomiques sont considérées contraintes. L'acidage, dont le but est d'éliminer la couche morte<sup>1</sup>, réduit un peu plus la couche contenant les contraintes dues aux procédés de mise en forme de la lame.

Le dépôt des électrodes peut introduire des contraintes mécaniques à l'interface avec le quartz. En travaillant sur cette source de contraintes, E. P. EerNisse [64] a découvert et définit la coupe SC (stress Compensated). Pour cette coupe, un champ de contraintes planes mécaniques homogènement réparties sur un cercle a un effet nul sur la variation de fréquence, c'est l'effet de compensation.

La plus grosse partie des contraintes mécaniques dans le résonateur à quartz provient de la structure de montage. Ces contraintes sont irrégulières à cause du montage manuel et de la production pièce par pièce. Le collage peut varier en dimension et en symétrie. Les forces exercées par chaque clip peuvent être décalées par rapport à la direction passant par le centre de la lame.

---

1. La couche morte ou "dead lattice" est la couche de matière constituée de quartz aggloméré par le procédé mécanique d'usinage. Le rodage usine le quartz par arrachement de matière avec des grains d'abrasif. La surface résultante présente une certaine rugosité. Les étapes de rodage successives arrachent la matière et l'écrasent partiellement dans les gorges formées par l'abrasif à l'étape précédente. Cela forme une couche avec du quartz et un agrégat de poudre de quartz, c'est la couche morte.

Quoi qu'il en soit ces contraintes mécaniques sont liées à la nature des clips utilisés et à la précision et régularité avec lesquelles ils sont montés.

Pour améliorer l'état de contrainte mécaniques dans la lame de quartz, il faut nécessairement travailler sur son maintien mécanique dans le boîtier puisque ce dernier induit la majeure partie des forces qui s'appliquent sur le résonateur.

Pour la compréhension du vieillissement, les contraintes mécaniques nous intéressent particulièrement car une lame de quartz en résonance y est sensible. Des contraintes piégées lors du montage induisent un décalage de la fréquence de résonance. Au court de la durée de vie du résonateur, la stabilité de l'état de contrainte du résonateur impacte sur la fréquence de résonance.

L'évolution des pièces du montage telles que les clips s'apparente au phénomène de fluage. Le clip est monté légèrement précontraint, avec une déformation élastique donnée, et il se détend avec le temps. La force qu'il exerce sur le résonateur va donc diminuer progressivement. Le relâchement de la force exercée par les clips évolue de façon logarithmique en fonction du temps, du matériau et de la température.

## 4.2 L'effet force-fréquence.

Les forces appliquées sur la lame de quartz sont à l'origine d'une grande partie de la variation de fréquence observée lors de la mesure de vieillissement d'un résonateur à ondes de volume. Ces forces proviennent principalement de la structure de montage, c'est-à-dire des clips. Depuis plusieurs dizaines d'années, le maintien mécanique du résonateur à quartz intéresse aussi bien la communauté internationale des chercheurs que les industriels car il a aussi une influence importante sur la sensibilité accélérométrique et la résistance au chocs et aux vibrations.

Généralement, les clips sont au nombre de 2, 3 ou 4. Pour les montages en 2 ou 3 points, il n'y a pas d'hyperstatisme et les forces peuvent être considérées coplanaires et diamétralement opposées. Par contre dans le cas du montage en 4 points, l'hyperstatisme introduit des forces tangentielles dont l'effet n'est pas nul. Elles peuvent cependant être négligées par rapport aux forces diamétrales. Dans cette étude, nous considérons que les forces tangentielles sont introduites par un défaut de montage. Nous avons donc travaillé en ne prenant compte que des forces coplanaires.

### 4.2.1 Description de la sensibilité force-fréquence.

Dans notre recherche bibliographique, nous avons constaté que les nombreuses années de travaux ont abouti sur une très bonne connaissance de l'effet des forces extérieures sur la variation de fréquence de résonance. Nous allons résumer cette recherche afin de rappeler l'essentiel des propriétés qui nous intéressent dans la prise en compte de l'état de contrainte comme phénomène induisant le vieillissement.

L'étude de la sensibilité d'un résonateur à quartz aux forces qui lui sont imposées par les électrodes et la structure de montage a commencé par la définition empirique d'un coefficient. Ce coefficient devant décrire la variation de fréquence en fonction de la contrainte mécanique, Ratajski [65] l'a défini pour les contraintes provenant des électrodes sous la forme suivante :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = -K.T_q \quad (4.1)$$

où  $K$  est le coefficient de contrainte et  $T_q$  la contrainte moyenne introduites par les électrodes.

Cette formulation a permis de tracer la courbe 4.1 qui met en évidence l'existence d'une coupe particulière où  $K = 0$ . Cette coupe a été mise au point par E. P. EerNisse [66] qui l'a appelé "Stress Compensated Cut" ou coupe SC. En effet, cette coupe, dont les angles sont  $YXwl \theta = 34^\circ 17'$   $\phi = 22^\circ 30'$ , est compensée pour une des contraintes réparties circulairement comme dans le cas des électrodes circulaires centrées sur chaque face de la lame de quartz.

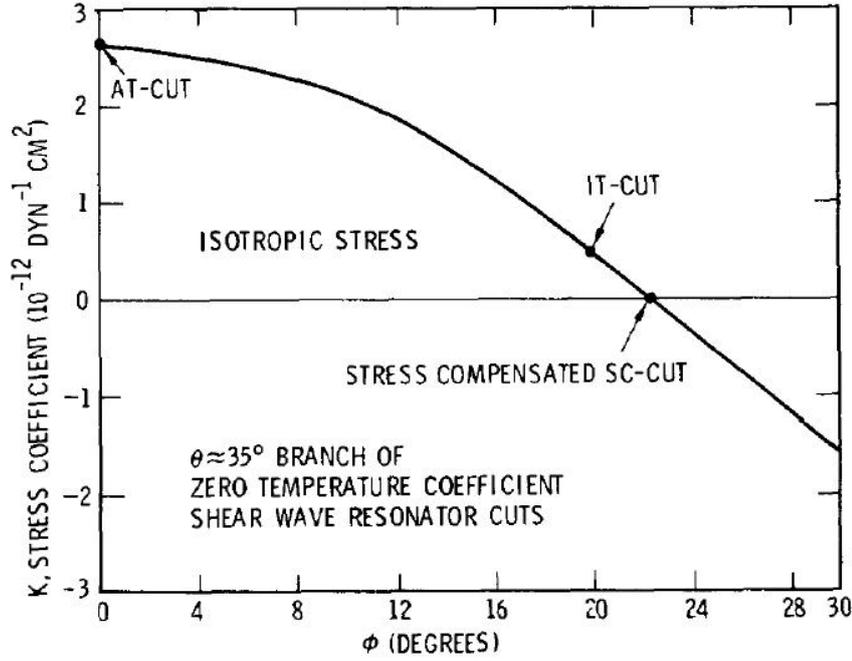


FIGURE 4.1: Coefficient de contrainte en fonction de l'angle  $\phi$  [66].

Par la suite, l'étude de l'effet des forces extérieures sur la fréquence de résonance s'est formalisée dans le cadre de l'effet force-fréquence. Dans cette formalisation, les forces appliquées sur le résonateur sont considérées comme coplanaires et diamétralement opposées. Il s'agit de la même hypothèse que pour l'essai de compression diamétrale du disque. Ici, le disque est un résonateur à quartz et la position des forces est repérée par l'angle  $\Psi$ , ce qui est nécessaire du fait de l'anisotropie du matériau.

E. P. EerNisse a défini un coefficient caractérisant la sensibilité force-fréquence, le coefficient  $K_f(\Psi)$  à la température ambiante. Ce coefficient relie les forces appliquées et la variation de fréquence induite. Voici la définition du coefficient  $K_f$  qui le rend intrinsèque à la coupe et au mode :

$$K_f(\Psi) = \frac{\Delta f(\Psi)}{f_0} \cdot \frac{2h \cdot D}{F} \cdot \frac{1}{N_0} \quad (4.2)$$

où  $2h$  correspond à l'épaisseur du résonateur,  $D$  à son diamètre,  $N_0$  est la constante de fréquence (qui dépend de la coupe, du mode et du rang de partiel, pour le mode C de la coupe SC :  $N_0 = 1797 m \cdot s^{-1}$ ),  $f_0$  la fréquence nominale et  $\frac{\Delta f(\Psi)}{f}$  la variation de fréquence pour les forces  $F$  appliquées l'azimut  $\Psi$ .

Ainsi,  $K_f(\Psi)$  est caractéristique de la coupe, du mode de vibration. Pour le mode C (cisaillement d'épaisseur le plus lent) un résonateur de coupe SC présente la particularité suivante :  $\langle K_f \rangle = \frac{1}{\pi} \int_{\Psi=0}^{\pi} K_k(\Psi) d\Psi = 0$ . Cette relation décrit la compensation des contraintes mécaniques uniformément réparties sur un cercle.

La caractérisation de cet effet s'effectue par la mesure de la variation de fréquence en fonction de la position des forces diamétrales. La figure 4.2 présente la configuration

théorique pour un essai force-fréquence par rapport aux axes cristallographiques du quartz.

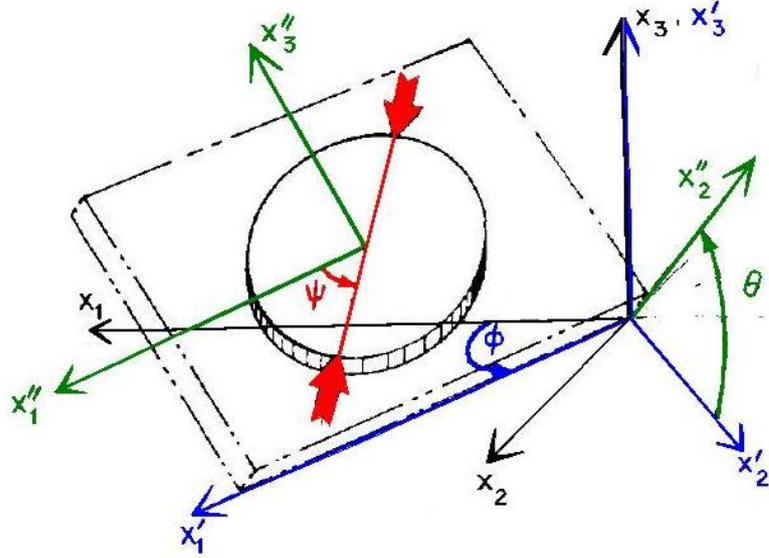


FIGURE 4.2: Configuration théorique de l'essai force-fréquence. [67].

Le résultat de cet essai est une variation de fréquence en fonction de l'angle  $\Psi$ . A partir de ces données, le coefficient force-fréquence est calculé avec la formule 4.2.

#### 4.2.2 Expression théorique du coefficient force-fréquence $K_f(\Psi)$ .

Ce coefficient est calculé théoriquement en s'appuyant sur la relation de propagation des ondes présentée au chapitre 1. Cette équation s'écrit :

$$\gamma_0 V^2 {}^o u_i = \bar{\Gamma}_{ik} {}^o u_k \quad (4.3)$$

$\bar{\Gamma}_{ik} = \Gamma_{ik} + \frac{\gamma_i \gamma_k}{\epsilon}$  est le tenseur de Christoffel durci par la piézo-électricité qui permet de calculer la fréquence de résonance naturelle du résonateur.

N. L. Nissim [68] utilise cette équation de propagation à laquelle elle ajoute un terme de perturbation. Ce terme ajouté au tenseur de Christoffel décrit l'effet non linéaire produit par les contraintes mécaniques. Les vitesses et les directions de propagation (valeurs propres et vecteurs propres du tenseurs de Christoffel) peuvent être calculées pour une répartition de contraintes donnée. L'équation de propagation s'écrit alors sous la forme :

$$\gamma_0 V^2 {}^o u_i = \bar{\Gamma}_{ik}^* {}^o u_k \quad (4.4)$$

où  $\bar{\Gamma}_{ik}^* = \Gamma_{ik} + \bar{\Delta}_{ik}$ .

Le terme  $\bar{\Delta}_{ik}$  est le tenseur de perturbation. Il est calculé à partir des contraintes mécaniques  $T_i$ , du rapport des masses spécifiques  $\det \bar{J}$ , des déformations statiques  $s_i$  et des propriétés élastiques du 2ème  $c_{iskr}$  et 3ème ordre  $c_{iskrv}$  par l'expression [68] suivante :

$$\begin{aligned} \bar{\Delta}_{ik} = & \left[ (\det \bar{J} T_{sr}) \delta_{ik} + c_{iskr}(s_i + s_s + s_k + sr) + c_{iskrv} s_v + c_{jskr} \frac{\partial \bar{u}_i}{\partial a_j} \right. \\ & \left. + c_{imkr} \frac{\partial \bar{u}_s}{\partial a_m} + c_{ispr} \frac{\partial \bar{u}_k}{\partial a_p} + c_{iskq} \frac{\partial \bar{u}_r}{\partial a_q} \right] n_s n_r \end{aligned} \quad (4.5)$$

avec  $j \neq i$ ,  $m \neq s$ ,  $p \neq k$ ,  $q \neq r$  et  $i, j, \dots, q = 1, 2, 3$

Les valeurs propres du tenseur  $\bar{\Gamma}_{ik}^*$  (correspondant aux vitesses de propagation) sont contenues dans le vecteur  $c(m) = c^0(m) + c^1(m)$  où  $c^0(m)$  contient les valeurs propres pour le tenseur de Christoffel  $\bar{\Gamma}_{ik}$  associé aux vecteurs propres  $u^0(m)$ .  $c^1(m)$  est le vecteur des valeurs propres du terme  $\bar{\Delta}_{ik}$  et il s'écrit :

$$c^1(m) = \frac{{}^o u(m) \cdot \bar{\Delta} \cdot {}^o u(m)}{{}^o u(m) \cdot {}^o u(m)}$$

Les  ${}^o u(m)$  sont normés, d'où  $c^1(m) = \bar{\Delta}_{ik} \cdot {}^o u_i(m) \cdot {}^o u_k(m)$ .

Les coefficients  $c^1(m)$  décrivent la variation des vitesses de propagation des modes de résonance d'un résonateur soumis à un état de contrainte donné, celui-ci peut être induit par les forces diamétrales. Cependant, nous nous intéressons au cisaillement d'épaisseur donc la variation d'épaisseur  $\frac{dh}{h}$  qui s'exprime simplement par la déformation  $\bar{s}_2$  de l'expression de la variation de la fréquence dans le repère de la plaque. L'expression de la variation de fréquence pour un résonateur soumis à des forces de compression diamétralement opposées est de la forme suivante :

$$\frac{df(m)}{f(m)} = -\bar{s}_2 + \frac{\bar{\Delta}_{ik} \cdot {}^o u_i(m) \cdot {}^o u_k(m)}{2 \cdot c^0(m)} \quad (4.6)$$

Ce calcul est ensuite mené pour les différentes positions des forces repérées par l'angle  $\Psi$  pour tracer la courbe  $\frac{\Delta f}{f_0}(\Psi)$  et l'allure du coefficient  $K_f$  en fonction de  $\Psi$  pour un résonateur et un mode de vibration donné.

Ce calcul théorique de la perturbation de la fréquence pour un résonateur de coupe SC vibrant sur le 3<sup>ème</sup> partiel du cisaillement d'épaisseur à été effectué par F.L. Nissim [68] dans sa thèse soutenue en 1978.

Voici l'allure de la variation de fréquence obtenue théoriquement pour le cas qui nous concerne :

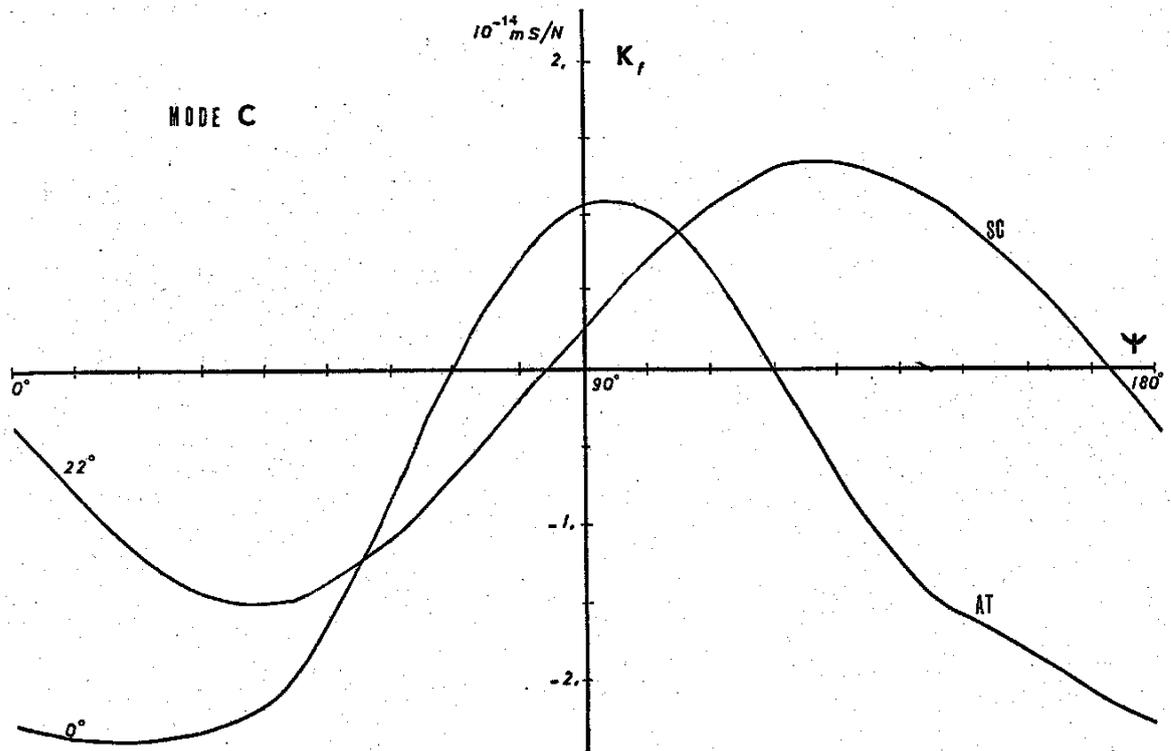


FIGURE 4.3: Coefficient force-fréquence  $K_f(\Psi)$  calculé théoriquement pour le mode C des coupes AT et SC [68].

Nous soulignons que pour sur cette courbe le signe du coefficient force-fréquence est opposé à celui habituellement utilisé, cette différence provient du fait que N. L. Nissim emploie une convention différente. Sur la figure 4.2, l'angle  $\Psi$  est orienté de  $x_1''$  vers  $x_3''$ , c'est la convention employée dans l'ensemble des publications sur le coefficient force-fréquence. N. L. Nissim a défini l'orientation de l'angle  $\Psi$  de  $x_3''$  vers  $x_1''$ , ceci est plus rigoureux mathématiquement. En pratique, les faces circulaires d'un résonateur ne sont pas toujours repérées et les deux conventions sont valables si on fait la correction adéquate de signe pour tracer la courbe du  $K_f(\Psi)$ .

### 4.2.3 Principales propriétés du coefficient $K_f(\Psi)$ .

La connaissance de l'effet force-fréquence permet d'identifier des positions d'insensibilité ou de sensibilité maximale. Cette information se révèle très précieuse pour la conception de capteurs de force, capteurs de pression ou de résonateurs pour des applications métrologiques ultra-stables. Pour la coupe SC qui nous intéresse ici, voici la courbe en coordonnées polaires qui permet de bien visualiser ces positions particulières pour les clips :

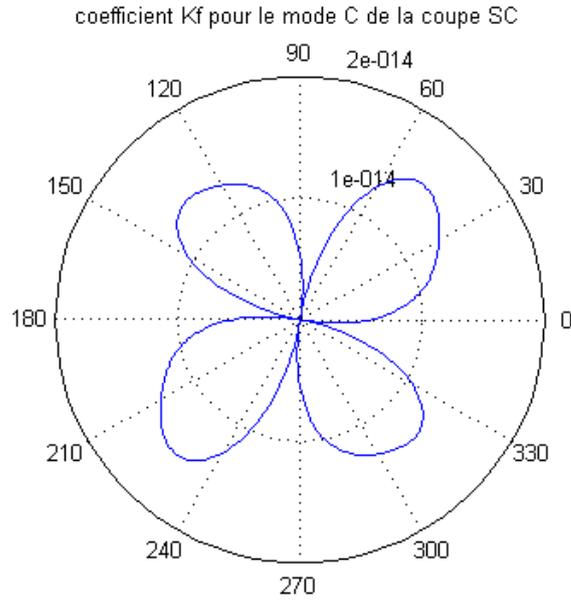


FIGURE 4.4: Coefficient force-fréquence  $K_f(\Psi)$  (à la température ambiante) pour le mode C de la coupe SC en coordonnées polaires.

	Valeur de $\psi$			
$K_{f_{MAX}}$	48°		228°	
$K_{f_{MIN}}$	134°		314°	
$K_f = 0$	-10°	82°	171°	262°

TABLE 4.1: Valeurs particulières du coefficient  $K_f$  pour un résonateur de coupe SC vibrant sur le mode C du cisaillement d'épaisseur.

Seulement, dans le cas pratique, il est très difficile de réaliser des montages suffisamment précis pour que l'erreur tolérée sur l'angle ait un impact négligeable. De plus, les montages en 4 points présentent toujours 90° entre chaque clips, ce qui introduit une erreur d'environ  $\pm 2^\circ$  Par rapport à la position d'insensibilité. Cette erreur équivaut à une sensibilité proche de  $\pm 1,3 \cdot 10^{-15}$  m.sec/N (9% de  $K_{f_{MAX}}$ ). Il est donc impossible d'exploiter pleinement ces positions particulières lors de la fabrication de résonateurs, même haut de gamme. A ceci s'ajoute la sensibilité thermique de l'effet force-fréquence présenté sur la figure 4.5.

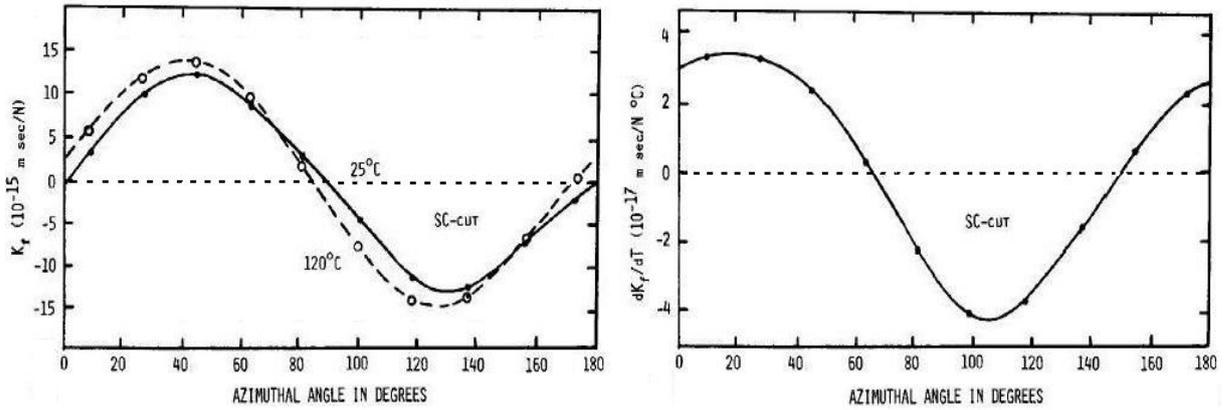


FIGURE 4.5: Sensibilité thermique du coefficient force-fréquence  $K_f(\Psi)$  pour la coup SC. [69].

Entre  $25^\circ\text{C}$  et  $125^\circ\text{C}$ , les positions d'insensibilité se décalent de  $5^\circ$  [69] et provoquent un décalage sur le coefficient  $K_f$  de  $-4.10^{-15} \text{ m.sec/N}$ , soit 28% par rapport à sa valeur maximale.

Donc, tous les résonateurs à quartz présentent une variation de fréquence introduite lors du montage de la lame de quartz sur l'embase. Cette variation de fréquence provoquera intrinsèquement une partie du vieillissement par le fluage des clips principalement.

Pour minimiser cette part du vieillissement du résonateur, il faut minimiser les contraintes mécaniques transmises à la partie active du résonateur qui modifient la vitesse de propagation de l'onde. Moins les contraintes mécaniques seront importantes dans la zone active, moins la fréquence sera perturbée au cours du temps puisque l'état mécanique global est plus proche d'un état stable.

## 4.3 Réflexion sur la conception du résonateur.

Les résonateurs à ondes de volume sont toujours conçus pour que l'énergie de la vibration mécanique soit concentrée, ou piégée, au centre de la lame. Sans ce piégeage, l'énergie de la vibration se dissiperait dans les fixations de la lame de quartz compte tenu de ses dimensions finies. Technologiquement, ce piégeage se fait naturellement par les électrodes pour des résonateurs considérés comme fins. Ces résonateurs présentent un rapport épaisseur sur diamètre suffisamment faible pour se trouver proche des conditions d'une plaque infinie. Quant aux autres résonateurs, le piégeage de l'énergie est réalisé par un usinage d'une courbure sur l'une des faces et plus exceptionnellement sur les deux faces.

La sensibilité force-fréquence, présentée précédemment, concerne les résonateurs avec une face convexe. Cette variation de fréquence induite par des forces opposées, appliquées sur la circonférence du résonateur circulaire, met en évidence que la zone de vibration n'est pas totalement isolée des perturbations provoquées par les points de fixation. La zone centrale où se concentre la quasi-totalité de l'énergie de vibration est habituellement appelée la partie active du résonateur, en opposition avec la zone périphérique de la lame circulaire : la partie dormante. En effet, la partie dormante est inactive en terme de mouvement mécanique et ne sert qu'à éloigner la partie active des fixations.

Nous pensons que l'amélioration du vieillissement, et plus particulièrement celui induit par la relaxation des contraintes mécaniques, passe par une réflexion sur le rôle que peut jouer la partie dormante du résonateur. Celle-ci peut certainement assurer une filtration des contraintes imposées par les fixations et ainsi isoler un peu plus la partie active des perturbations extérieures.

Dans cette réflexion, nous sommes certains que des travaux ont déjà été menés, proposant une géométrie atypique sans forcément avoir pour but d'améliorer le vieillissement. Nous avons donc commencé par une recherche bibliographique sur le thème des résonateurs à ondes de volume ayant une partie dormante ouvragée. Nous avons rencontré plusieurs conceptions, généralement étudiées dans le cadre d'une amélioration de la sensibilité accélérométrique.

### 4.3.1 Le résonateur BVA.

La première lame présentant une partie dormante travaillée pour améliorer le maintien mécanique est issue des travaux menés au sein du laboratoire de chronométrie, électronique et piézo-électricité dans les années 70 par l'équipe du professeur Besson ([58], [59], [61]). Le résonateur BVA, ou boîtier à vieillissement amélioré, a introduit plusieurs innovations par rapport à un résonateur standard.

Tout d'abord, les électrodes sont non-adhérentes pour éviter la diffusion et les contraintes produites par les métallisations [58]. Celles-ci sont déposées sur deux pièces de quartz qui prennent le résonateur en sandwich comme le montre le schéma de la figure 4.6.

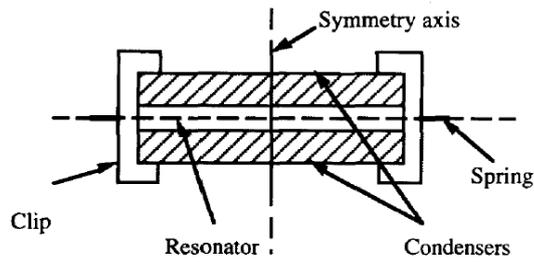


FIGURE 4.6: Schéma du résonateur BVA [18].

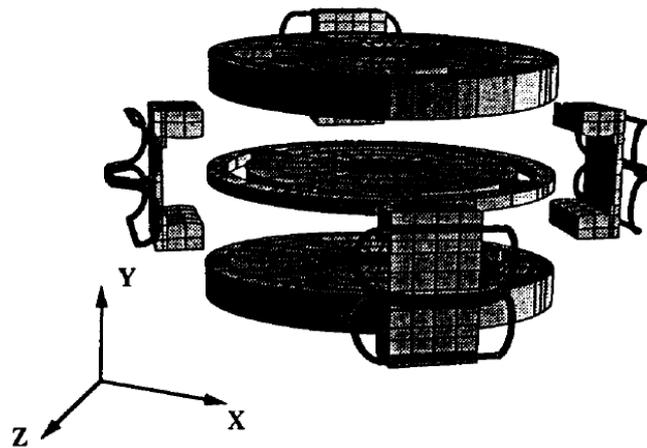


FIGURE 4.7: Montage du résonateur BVA [18].

Il y a ensuite le montage sans colle afin de ne pas polluer l'atmosphère du boîtier présenté sur la figure 4.7. Et enfin l'innovation qui nous intéresse : l'usinage de "ponts" par ultrasons dans la lame de quartz formant le résonateur, selon la géométrie de la figure 4.8.

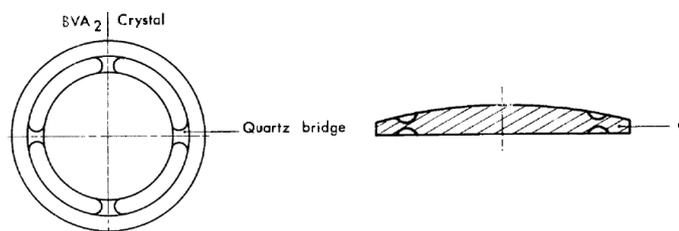


FIGURE 4.8: Géométrie du résonateur  $BVA_4$  [18].

Le résonateur BVA se décline aussi dans une version simple où la lame est métallisée, c'est le  $BVA_4$  quelquefois aussi appelé QAS. Il est connu pour avoir une faible sensibilité

accélérométrique dans les directions du plan principal du résonateur puisque les clips sont scellés entre deux ponts.

Le résonateur BVA, tel que nous le voyons sur la figure 4.7, est conçu pour être plus stable à long terme et il s'avère aussi très performant en stabilité à court terme et en sensibilité accélérométrique. Par contre, bien qu'il ait les électrodes non-adhérentes et aucun point de colle, il présente des courbes de vieillissement dont l'allure (forme logarithmique positive qui tend vers une évolution linéaire) est la même que celle d'un résonateur standard. Ceci signifie que les mêmes phénomènes physiques font varier la fréquence de résonance à long terme dans les deux types de résonateur. Encore une fois, la participation des transferts de masse par la diffusion et l'adsorption-désorption dans le vieillissement est contestée. L'amélioration du vieillissement des résonateurs BVA par rapport au design standard provient certainement de la suspension mécanique par des ressorts. Ce montage est plus rigoureux et les ressorts sont fait dans un matériau dont la zone élastique est plus importante que celle du Kovar (matériau des clips). En effet, les ressorts nécessitent des déformations plus importantes pour obtenir une déformation plastique, le fluage est donc plus réduit. De plus, la lame usinée par ultrasons (figure 4.8) assure un meilleur maintien de la partie active à travers les ponts dont la section est identique pour chaque pont.

La lame de quartz avec les ponts usinés entre bien dans notre recherche de résonateur avec une partie dormante travaillée pour un meilleur maintien de la partie active.

### 4.3.2 Le résonateur rainuré.

Les autres formes de lame que nous avons trouvé pertinentes et pour lesquelles la partie dormante est plus travaillée sur les géométries standards de résonateur sont issues de travaux menés dans le cadre d'une collaboration entre des équipes de recherche américaine et japonaise [70], [71]. Une des lames que ces chercheurs ont étudié est un résonateur classique sur lequel est usiné une gorge sur chaque face. La figure 4.9 présente la géométrie de ce résonateur appelé résonateur à gorge ou rainuré ("grooved resonator").

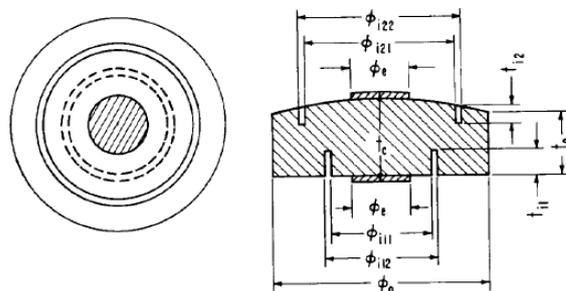


FIGURE 4.9: Géométrie du résonateur SC-cut "grooved" [70].

Ce type de résonateur est simple à fabriquer car les gorges ne nécessitent qu'un ro-

doir circulaire. Les atouts de cette géométrie réside en l'affaiblissement local qui permet d'améliorer la sensibilité accélérométrique suivant la normale à la lame.

### 4.3.3 Le résonateur suspendu à une bague.

Parmi les résonateurs étudiés [70] et [71], nous avons aussi retenu le résonateur suspendu à une bague ("ring-supported resonator"). Il s'agit d'un résonateur bi-convexe mis en forme dans une lame épaisse pour obtenir une bague lié au résonateur par une mince épaisseur de quartz. La figure suivante présente la géométrie de cette lame.

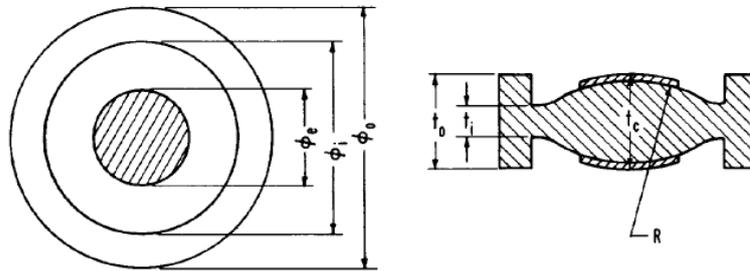


FIGURE 4.10: Géométrie du résonateur SC-cut ring-supported [70].

La géométrie de ce résonateur est très compliquée à réaliser car l'enlèvement de matière pour les résonateurs à quartz se fait par abrasion à l'aide de surface présentant la forme inverse de celle souhaitée. Les surfaces, généralement planes ou convexes, d'un résonateur sont obtenues en faisant des aller-retour circulaires sur la surface de l'outil. Ici, les surfaces sont creusées, c'est donc à l'outil de décrire le mouvement d'aller-retour et de générer le rayon de courbure au centre de la lame. Par contre, ce résonateur présente quelques avantages. Le premier d'entre eux est sa parfaite symétrie par rapport au plan principal du résonateur, c'est un gage certain d'une faible sensibilité accélérométrique. L'autre avantage sera une sensibilité au effet force-fréquence réduite puisque la bague est plus épaisse que le reste du résonateur. Elle oppose une rigidité aussi bien aux forces diamétrales qu'aux forces tangentielles.

Ces résonateurs démontrent bien que nous pouvons considérer le résonateur en deux parties. La première est la partie active dont le rôle est de générer le mode métrologique, la seconde étant la partie dormante qui doit assurer plusieurs fonctions. Elle doit évidemment rester assez éloignée de la zone active pour ne pas produire de perte énergétique qui dégraderait la pureté du signal. Cette partie peut assurer un filtrage des contraintes mécaniques d'après les résonateurs que nous venons de décrire. Cette fonction impose de modifier cette partie en terme purement mécanique, toutes les formes peuvent alors être envisagées.

Le travail et la réflexion sur cette partie du résonateur apparaît vraiment primordiale pour améliorer les performances des résonateurs à ondes de volume, indépendamment des procédés et de la qualité de fabrication.

## 4.4 Fabrication des différents types de résonateurs.

Avant de nous lancer dans la conception d'une nouvelle partie dormante, nous avons décidé de caractériser les lames qui viennent d'être décrites. Les mesures que nous souhaitons faire ont pour objectif d'améliorer notre compréhension de chaque spécificité comme les gorges ou les usinages des ponts. Pour cela, nous effectuons la mesure de la sensibilité force-fréquence et la mesure de sensibilité accélérométrique. Les résultats de ces mesures nous apporteront des informations précieuses sur le comportement de ces résonateurs aux forces imposées par les clips (caractère statique) et sur leur réaction face à une accélération (caractère dynamique).

Nous travaillons exclusivement avec des résonateurs de  $560\mu m$  d'épaisseur ce qui correspond à un mode C de cisaillement d'épaisseur aux environs de 10MHz pour le partiel de rang 3. Tous les résonateurs étudiés dans ce travail ont un diamètre de 13,2mm pour des raisons évidentes d'outillage pour la fabrication.

### 4.4.1 Le résonateur BVA.

Sur cette base, nous avons fabriqué chaque type de lame. Pour les lames  $BVA_4$ , cela fut simple puisque les procédés de fabrication sont issus du laboratoire. En voici la réalisation :

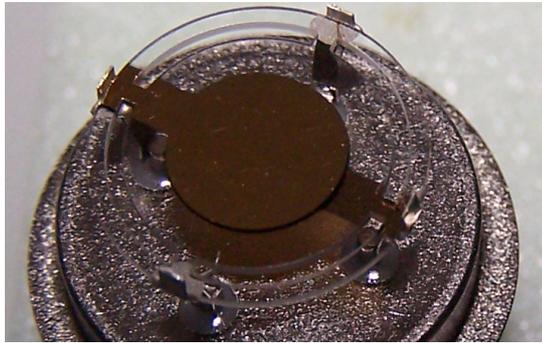
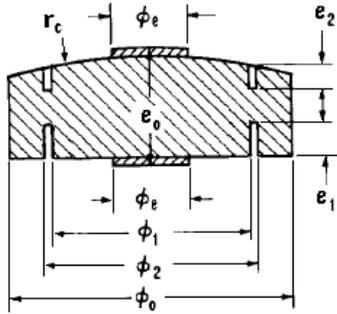


FIGURE 4.11: Résonateur  $BVA_4$  fabriqué au laboratoire.

### 4.4.2 Le résonateur rainuré.

La fabrication des résonateurs rainurés est également simple. Les gorges sont usinées lorsque la pastille de quartz (sans courbure ni polissage) a une épaisseur proche de  $600\mu m$ . Leur forme est donnée par un rodoir circulaire ayant les dimensions souhaitées pour les rainures dont les dimensions sont spécifiées sur la figure 4.12. La profondeur des gorges est contrôlée par la descente de l'outil. La mise en forme de la lame est réalisée après l'usinage des gorges.



DIM.	$\phi_e$	$\phi_1$	$\phi_2$	$\phi_0$	$e_1$	$e_2$	$e_0$	$r_c$
mm	3-4	9.8	10.5	13.2	0.15	0.15	0.56	250

FIGURE 4.12: Géométrie du résonateur rainuré fabriqué.

Nous avons choisi des gorges de même diamètre pour chacune des faces du résonateur car nous ne souhaitons pas étudier en détail l'effet de la différence des diamètres entre les deux gorges. Nous pensons cependant que l'utilisation de diamètres différents permet un équilibrage pour la sensibilité accélérométrique.

Voici le type de résonateur que nous avons réalisé :

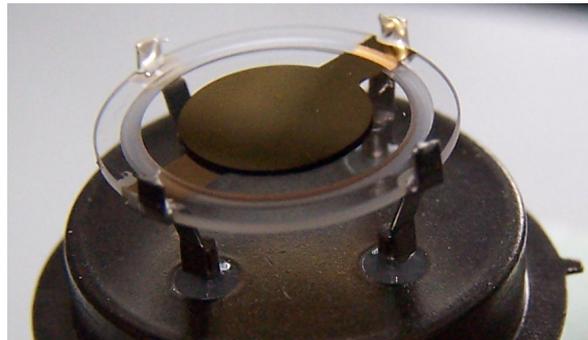


FIGURE 4.13: Résonateur rainuré fabriqué au laboratoire.

#### 4.4.3 Le résonateur suspendu à une bague.

Le troisième design que nous avons fabriqué, le résonateur suspendu à une bague, est compliqué à usiner. La pastille de quartz doit être rodée au centre et pour cela nous avons dû commencer par faire les mêmes rainures que celle du design précédent. Nous avons fait exactement les mêmes, ainsi ce résonateur diffère uniquement par le fait qu'il est bi-convexe et qu'il y a une bague plus massive. Voici sa géométrie :

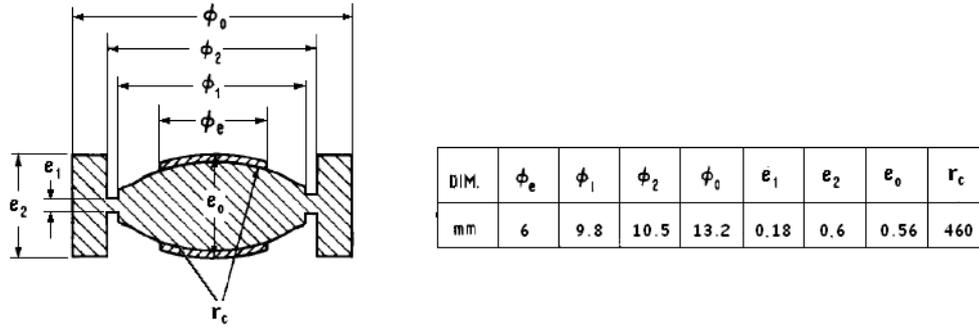


FIGURE 4.14: Géométrie du résonateur suspendu à une bague fabriqué.

Pour des raisons pratiques (gain de temps), nous n'avons pas poli ce type de résonateur. L'état de surface du cristal est mât et sa rugosité est bien supérieure à celle qu'il faut pour des résonateurs de production. Nous ne souhaitons mesurer que la sensibilité force-fréquence et la sensibilité accélérométrique pour lesquelles cette qualité est suffisante. Nos besoins se limitent à la qualité de la symétrie des surfaces convexes et leur coaxialité. Voici le profil des deux faces mesurées au rugosimètre obtenu avec le procédé de fabrication mis au point par Jean-Pierre Romand.

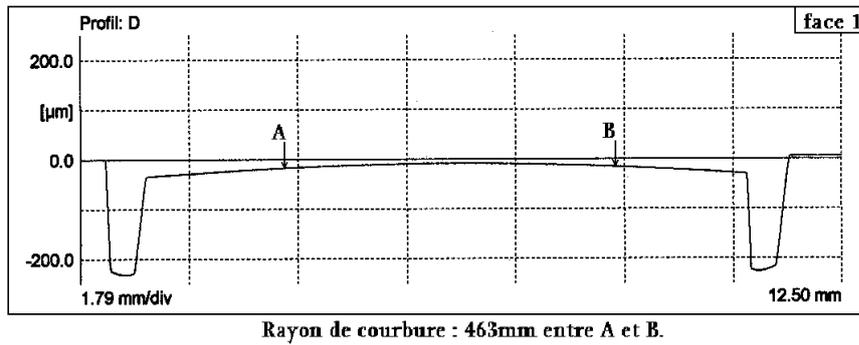


FIGURE 4.15: Profil de la surface 1 d'un des résonateurs suspendu à bague fabriqué.

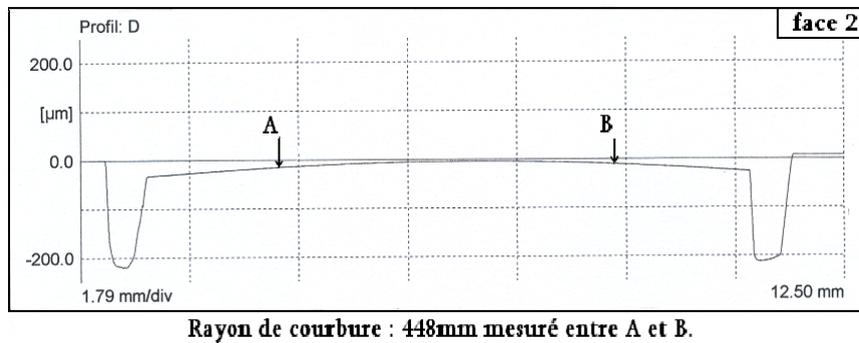


FIGURE 4.16: Profil de la surface 2 d'un des résonateurs suspendu à bague fabriqué.

Nous notons que ces relevés présentent des gorges à flancs inclinés et à fond arrondi. Il s'agit en fait de la limite de la mesure du profil d'une surface par un rugosimètre, la pointe du rubis ne peut pas suivre des flancs verticaux et le fond des rainures. Les figures 4.15 et 4.16 ne présente donc pas la forme réelle des gorges que nous avons usinée.

Géométriquement, nous souhaitons un rayon de courbure de 460mm et la mesure à l'aide du rugosimètre indique 463mm pour la face 1 et 448mm pour la face 2. La coaxialité des deux surfaces courbes est de quelques microns, elle est donc largement satisfaisante. Les quatre résonateurs que nous avons prototypés de cette façon répondent aux mêmes spécifications dimensionnelles lors de ce contrôle. Une fois les électrodes déposées par évaporation, les résonateurs se présentent sous la forme suivante :

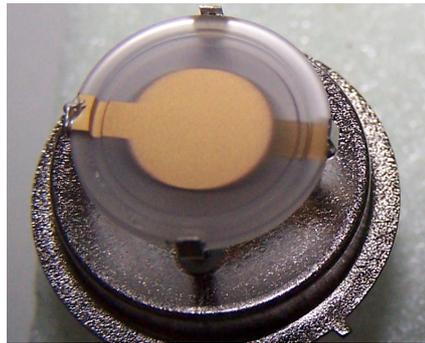


FIGURE 4.17: Résonateur suspendu à bague fabriqué au laboratoire.

A la fin de la fabrication, nous avons préparé les résonateurs pour la mesure de l'effet force-fréquence. Cette préparation consiste à coller des fils de nickel sur le retour de métallisation de chaque face des résonateurs. Ce fil est destiné à la connexion électrique. Après cette étape, nous sommes passés à la caractérisation avec les mesures de l'effet force-fréquence et la sensibilité accélérométrique.

## 4.5 Caractérisation : effet force-fréquence et sensibilité accélérométrique.

La sensibilité accélérométrique est une méthode de caractérisation très connue et très largement employée. Nous effectuerons cette mesure dans un second temps. Dans un premier temps, nous nous intéressons à l'effet force-fréquence qui est moins utilisé pour caractériser une lame. Ce type de mesure permet pourtant d'étudier un résonateur par rapport à une sollicitation extérieure telle que les clips et d'en tracer une cartographie sur laquelle les directions particulières sont identifiées. Les résonateurs standards ont été mesurés et étudiés à plusieurs reprises mais les lames telles que le  $BVA_4$  n'ont jamais été soumises à cette mesure. Nous proposons de faire une étude comparative sur les différentes lames présentées en utilisant comme grandeur la sensibilité force-fréquence (exprimée en  $ppm/N$ ) et pas le coefficient force-fréquence  $K_f$  car il est valable uniquement pour une lame classique (sans discontinuité géométrique).

### 4.5.1 Essai force-fréquence.

#### 4.5.1.1 Dispositif expérimental.

Tout d'abord, la partie mécanique a pour mission de contraindre diamétralement le résonateur à quartz. Pour cela, nous avons employé un dispositif exploitant la gravité (figure 4.18). Le résonateur est placé entre deux pièces biseautées en acier que nous appelons les couteaux. Le couteau inférieur est fixe et l'autre est mobile, celui-ci nous permet le positionnement du résonateur. Ce couteau supérieur, libre en translation verticale et disposant d'un plateau, sert également au réglage de la force appliquée par l'emploi de masses. Ce plateau est équipé d'une mousse pour que la mise en charge du résonateur soit douce et qu'il n'y ait aucune détérioration de l'échantillon.

La photo ci-dessous montre le montage du résonateur entre les deux couteaux. La force appliquée est fixée par le poids de l'ensemble couteau + plateau auxquels nous pouvons ajouter une masse.

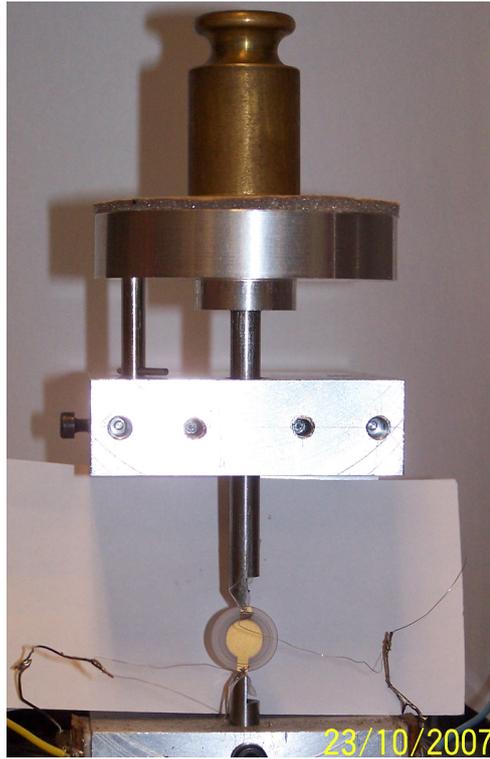


FIGURE 4.18: Montage mécanique de la mesure de l'effet force-fréquence.

Lors d'un essai force-fréquence, les forces doivent être parfaitement diamétrales et coplanaires. Pour cela, le centrage du résonateur est très minutieux. Sur notre dispositif expérimental, le résonateur est centré à l'aide d'une pièce (le gabarit de centrage) qui le maintient verticalement en contact avec le couteau fixe. Le résonateur est également centré latéralement par ce gabarit (figure 4.19).

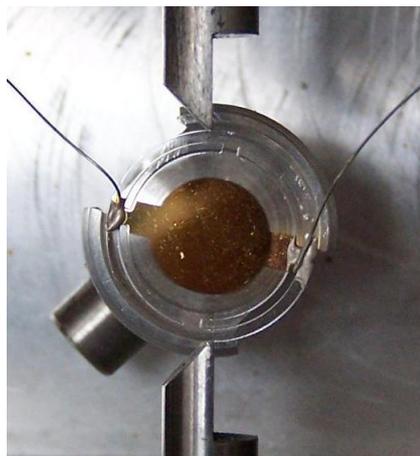


FIGURE 4.19: Dispositif de centrage du résonateur pour mesure de l'effet force-fréquence.

Les dimensions du gabarit sont les mêmes que celles du résonateur et la position du couteau fixe est ajustée précisément en fonction du diamètre du résonateur mesuré. Le couteau supérieur descend ensuite venant prendre l'échantillon en tenaille. Le gabarit de centrage peut alors être retiré laissant le résonateur en position de compression diamétrale entre les couteaux. Cette pièce de positionnement sert aussi à manoeuvrer le résonateur en rotation avant de le soumettre à la contrainte mécanique.

L'angle  $\Psi$  est estimé par un logiciel de traitement d'image à partir d'une photo prise quand le résonateur est en compression. De cette façon, nous avons la valeur de l'angle  $\Psi$  au dixième de degré et nous n'avons pas à nous soucier de l'angle lors de nos mesures. Il suffit simplement de faire tourner le résonateur d'une dizaine de degrés à chaque fois.

La mesure de la fréquence doit, elle aussi, être réalisée avec précision. Pour cette mesure et afin de gagner du temps nous nous sommes basés sur un banc de mesure de courbe fréquence-température. Nous avons fait ce choix car l'ensemble des appareils de mesure dont nous avons besoin sont câblés et référencés sur une horloge atomique.

Le fonctionnement du banc est simple, un voltmètre vectoriel mesure la phase et l'impédance du résonateur monté en pi de mesure sur un synthétiseur. Le voltmètre vectoriel est au préalable calibré sur une résistance pour avoir une phase nulle de référence.

Ce dispositif nous permet ainsi de mesurer la fréquence de résonance du résonateur à la phase nulle avec une précision relative de  $10^{-8}$ . Le phénomène que nous étudions est de l'ordre du ppm ( $10^{-6}$ ), la résolution est donc satisfaisante.

#### 4.5.1.2 Protocole de mesure.

Les résonateurs sont d'abord connectés électriquement aux appareils de mesure. Cette connexion est assurée par des fils minces de nickel immobilisés avec de la colle à l'argent directement sur le retour de métallisation. Les résonateurs sont ensuite connectés sur le montage en soudant les fils de nickel aux bornes prévues à cet effet et visibles sur la partie basse de la figure 4.18.

Nous ne faisons pas la mesure immédiatement, nous laissons le résonateur fonctionner pendant une journée afin que des phénomènes comme le "retrace" ne viennent pas polluer la qualité des résultats observés.

Ensuite, nous plaçons le résonateur dans le gabarit de centrage à l'aide d'une pince équipée d'embouts en plastique. Cette manipulation est délicate car le résonateur n'est maintenu que par les fils de nickel qu'il ne faut surtout pas endommager. Lorsque le résonateur est en place, nous pouvons ajuster sa position angulaire par rapport à la direction de la force, c'est-à-dire, la verticale. A ce moment là, nous déverrouillons le couteau supérieur de sa position haute et nous le mettons délicatement en contact avec le résonateur. Nous retirons le gabarit de centrage et le résonateur se trouve maintenu uniquement entre les couteaux par la force qu'ils exercent.

Les propriétés de symétrie de la coupe SC nous permettent de limiter la mesure de

chaque résonateur à  $180^\circ$ . Nous commençons par la position  $\Psi = 0^\circ$ , puis nous le tournons progressivement pour obtenir des points de mesure régulièrement répartis sur le domaine d'étude.

Nous avons décidé de faire l'étude avec plusieurs valeurs de force matérialisées par les masses que nous disposons sur le plateau du couteau supérieur. Le plateau et le couteau pèse 118,58gr, auquel nous ajoutons successivement 100gr, 200gr, 300gr puis 500gr pour obtenir 5 forces différentes.

L'illustration suivante schématise le déroulement de la mesure en 4 manipulations à répéter dans l'ordre décrit juste après.

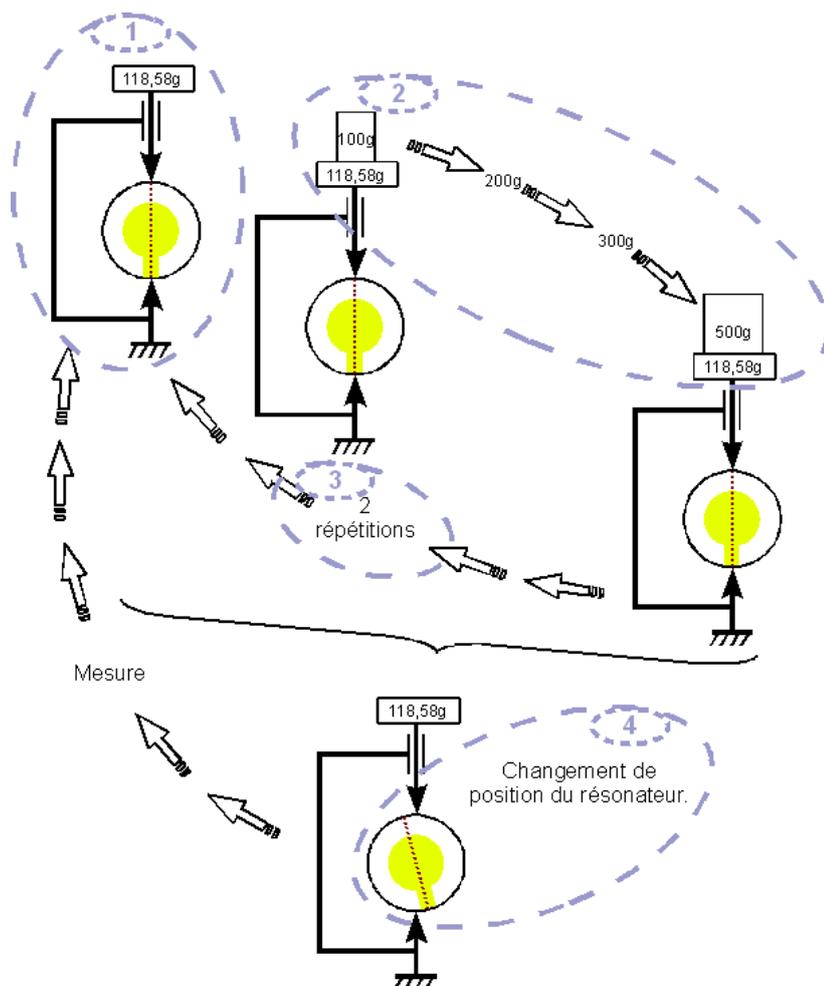


FIGURE 4.20: Schéma du déroulement de la mesure de l'effet force-fréquence.

*Étape 1 :* Nous commençons par positionner le résonateur à  $\Psi = 0^\circ$  et on relève la fréquence dès qu'elle est stable. Nous considérons la fréquence stable dès lors que sa phase ne varie plus ou très peu (c'est-à-dire au bout de 10 secondes). Nous ajustons la fréquence avec le synthétiseur digit par digit jusqu'à obtenir une phase nulle variant faiblement et là nous relevons la fréquence.

*Étape 2 :* Toujours dans cette position, nous relevons la fréquence de résonance du résonateur soumis à la force suivante, c'est-à-dire en ajoutant le poids sur le plateau du

couteau supérieur. La fréquence est mesurée de cette façon pour chaque masse.

*Étape 3* : Nous recommençons 3 fois l'étape 2, obtenant ainsi trois valeurs de fréquence pour chaque force.

*Étape 4* : A cette étape, nous relevons le couteau supérieur pour changer la position du résonateur afin d'étudier un autre azimuth. Lorsque le résonateur est bien en place, nous photographions le montage pour évaluer la valeur de  $\Psi$  à l'aide de l'informatique. Puis nous reprenons la procédure à l'étape 1.

Cette procédure est appliquée pour tous les résonateurs décrits précédemment, c'est-à-dire, le résonateur rainuré, le résonateur suspendu à une bague et le résonateur  $BVA_4$ . Mais avant de procéder à ces mesures, nous avons mené l'étude sur des résonateurs standard pour valider notre protocole.

#### 4.5.1.3 Le résonateur standard.

Nous avons donc effectué l'ensemble des manipulations pour mesurer l'effet force-fréquence pour plusieurs résonateurs standards fabriqués au laboratoire. La figure 4.22 introduit les résultats de l'un de ces résonateurs. Cette courbe représente le coefficient force-fréquence calculé à partir de la formule 4.2 que nous rappelons ici.

$$K_f(\Psi) = \frac{\Delta f(\Psi)}{f_0} \cdot \frac{2h \cdot D}{F} \cdot \frac{1}{N}$$

Nous avons ajouté la courbe du coefficient force-fréquence pour le même type de résonateur que nous avons trouvé lors de notre recherche bibliographique [72] afin d'apprécier la qualité de nos mesures.

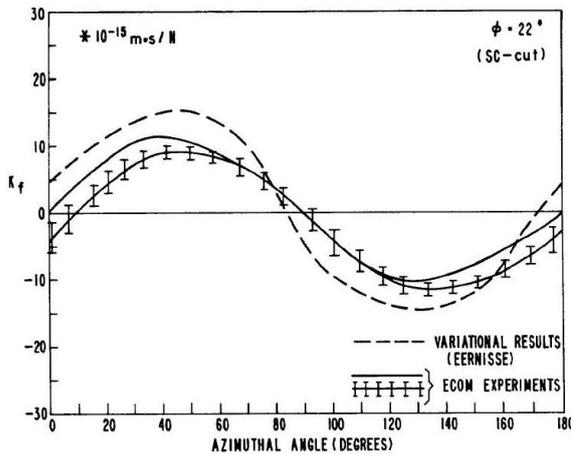


FIGURE 4.21: Coefficient force-fréquence  $K_f(\psi)$  pour le résonateur standard [72].

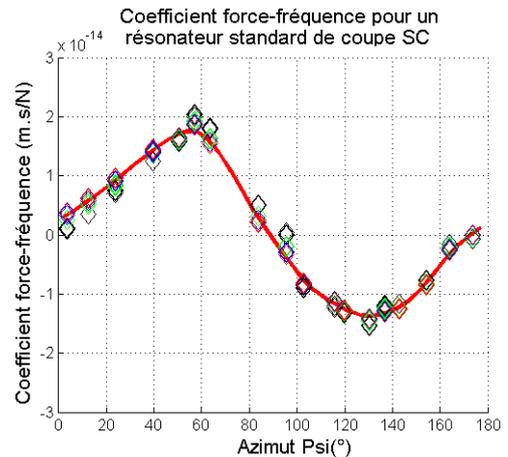


FIGURE 4.22: Coefficient force-fréquence  $K_f(\Psi)$  pour le résonateur standard mesuré.

Il est clair que la courbe du coefficient force-fréquence que nous avons mesuré est identique à celle issue des premiers travaux sur cette caractéristique. Notre méthode de

mesure est donc correcte pour continuer ainsi avec les autres résonateurs.

Dans la suite de cette étude expérimentale des différentes lames, nous adoptons une représentation polaire pour la caractéristique force-fréquence. Ce choix est motivé par le simple fait qu'une telle présentation donne une visualisation très adaptée pour identifier les directions particulières sur des lames circulaires. Voici la courbe polaire pour le résonateur standard que nous venons de comparer aux courbes des travaux d'autres chercheurs.

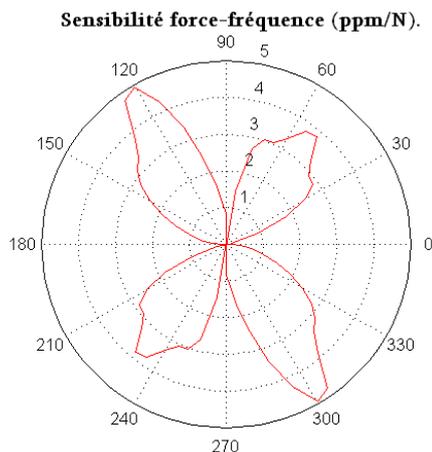


FIGURE 4.23: Sensibilité force-fréquence en coordonnées polaires pour un résonateur standard.

Nous avons mesuré les résonateurs dont les paramètres motionnels dans le vide ont des valeurs correctes. La table suivante présente ces caractéristiques pour les différentes lames :

*tableau des paramètres motionnels et facteur de qualité des résonateurs étudiés.*

Résonateur	Fréquence (Hz)	$Q^1$	$R_m (\Omega)^2$	$L (H)^3$	$C (fF)^4$
résonateur rainuré	9 934 964	$1,31 \cdot 10^6$	69,6	1,46	0,176
résonateur BVA <sub>4</sub>	9 974 122	$1,15 \cdot 10^6$	79,7	1,46	0,175
résonateur suspendu à une bague	10 393 593	$0,8 \cdot 10^6$	107,9	1,33	0,177

TABLE 4.2: Résultat des mesures des paramètres motionnels des différents résonateurs.

- 
1.  $Q$  : le facteur de qualité.
  2.  $R_m$  : la résistance motionnelle.
  3.  $L$  : inductance motionnelle.
  4.  $C$  : capacité motionnelle.

Les parties qui suivent présentent les résultats obtenus pour la mesure de la sensibilité force-fréquence des résonateurs que nous avons sélectionnés puis fabriqués.

#### 4.5.1.4 Le résonateur rainuré.

La mesure de la sensibilité force-fréquence pour le résonateur rainuré va nous informer sur l'intérêt d'usiner des rainures sur un résonateur standard. Voici, ce que nous avons obtenu pour ce type de résonateur :

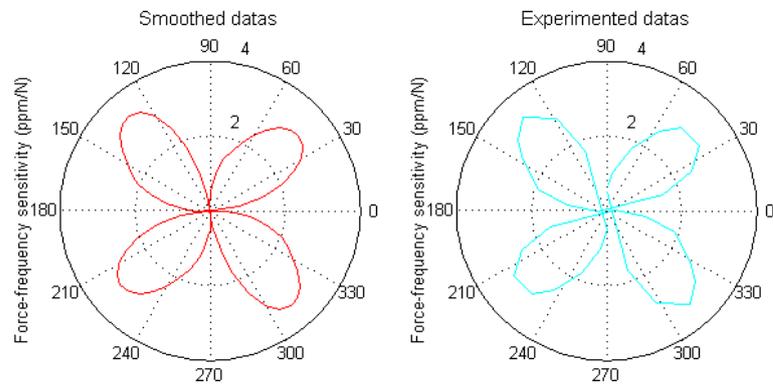


FIGURE 4.24: Sensibilité force-fréquence pour le résonateur rainuré.

En observant cette courbe et en la comparant à celle du résonateur standard, nous remarquons que les boucles sont bien plus régulières. Les positions particulières comme les angles pour lesquels la sensibilité est nulle se répète à  $90^\circ$  avec un décalage de  $6^\circ$ . Autrement dit, une suspension en quatre points à  $90^\circ$  peut être montée sur ce résonateur dans la direction d'insensibilité à l'effet force-fréquence.

De plus, les directions des extremums sont aussi à  $90^\circ$  en alternant un maximum et un minimum. Les rainures agissent aussi sur le maximum de sensibilité qui passent de  $5\text{ppm/N}$  pour le résonateur standard à  $3,2\text{ppm/N}$ .

Globalement, nous pouvons conclure que l'usinage de gorge dans la partie dormante du résonateur a pour effet de symétriser les positions d'insensibilité aux effets force-fréquence. Cette conclusion n'est pas négligeable car elle assure la possibilité de réaliser un montage en quatre points à  $90^\circ$  pour les applications métrologiques. Cette remarque est d'autant plus importante que, dans l'hypothèse du vieillissement principalement induit par la relaxation des contraintes de la structure de montage, celui-ci pourrait être minimisée pour un tel montage.

#### 4.5.1.5 Le résonateur suspendu à bague.

Après la mesure du résonateur rainuré, nous avons procédé à la mesure de l'effet force-fréquence sur le résonateur suspendu à bague. Voici la sensibilité de ce second type de résonateur :

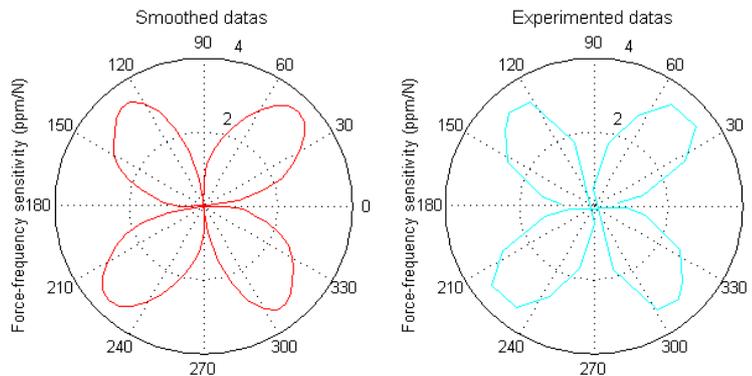


FIGURE 4.25: Sensibilité force-fréquence pour le résonateur suspendu à bague.

Toujours dans le même cheminement intellectuel, nous allons comparer cette courbe avec celle du résonateur standard (figure 4.23) puis celle du résonateur rainuré (figure 4.24).

Nous pouvons faire les mêmes remarques que celles énoncées pour le résonateur rainuré. En effet, nous observons les mêmes effets de symétrie sur la sensibilité force-fréquence par rapport à celle du résonateur standard.

Ce résonateur et le résonateur rainuré possèdent un point commun, l'usinage des gorges de part et d'autre de la lame de quartz. Vraisemblablement, cet usinage produit une symétrisation de la sensibilité force-fréquence de la lame. Les différences de conception entre ces deux résonateurs sont la partie active bi-convexe et une bague extérieure épaisse. Si on observe méticuleusement les courbes des deux résonateurs, on peut noter que la surface des boucles du résonateur suspendu à une bague est plus importante que dans le cas du résonateur rainuré. Cette observation est tout de même fine, elle ne constitue pas une amélioration suffisamment significative de l'effet force-fréquence pour justifier une fabrication aussi compliquée.

Et nous pouvons conclure que l'épaisseur de la bague ne produit pas de modification concrètement appréciable sur la sensibilité force-fréquence de la lame.

#### 4.5.1.6 Le résonateur $BVA_4$ .

Nous avons terminé cette série de mesure par le résonateur  $BVA_4$ . Cette conception est certainement la plus fructueuse en enseignements sur la partie dormante des trois

résonateurs que nous avons mis en évidence. D'autant plus que certains industriels l'exploitent commercialement.

Toujours avec la même procédure de mesure, nous avons obtenu les résultats suivant pour la sensibilité force-fréquence du résonateur  $BVA_4$  :

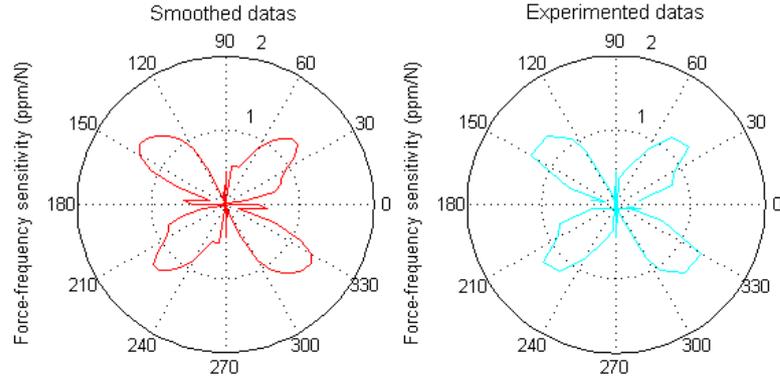


FIGURE 4.26: Sensibilité force-fréquence pour le résonateur BVA.

Nous remarquons que la forme des boucles est symétrique. Par contre, les directions d'insensibilité que nous avons identifiées pour le résonateur standard sont maintenant perturbées. Il y a effectivement un pic sur la courbe en lieu et place d'une simple annulation (insensibilité). Nous notons ici une amplitude de  $\pm 1,4 \text{ ppm/N}$  alors que celle constaté sur la conception classique est de  $\pm 5 \text{ ppm/N}$ , cela correspond à une diminution de 72%.

La lame  $BVA_4$  est donc nettement meilleure qu'une lame standard sur le critère de l'amplitude de la sensibilité force-fréquence. En revanche, elle présente des directions d'insensibilité plus délicates à identifier que sur les deux autres conceptions. Ces orientations dictent la position des clips pour réduire au maximum le vieillissement provoqué par les forces induites par la structure de montage. Le résonateur  $BVA_4$  garantit malgré tout la possibilité de réaliser un montage en quatre points dont la sensibilité à l'effet force-fréquence sera inférieure à  $\pm 0.5 \text{ ppm/N}$  sur une large plage angulaire ( $\pm 15^\circ$ ). Pour obtenir une sensibilité aussi faible avec les lames rainurées, il faut un montage à  $\pm 2^\circ$ .

#### 4.5.1.7 Observations et remarques sur le filtrage des contraintes.

Pour la lame standard, la sensibilité force-fréquence est linéaire. Quel que soit la force appliquée, la variation de fréquence relative est linéaire en fonction des forces appliquées  $F$ . Nous présentons les résultats obtenus pour la mesure avec  $F = 0.581 \text{ N}$  et  $F = 2,05 \text{ N}$ .

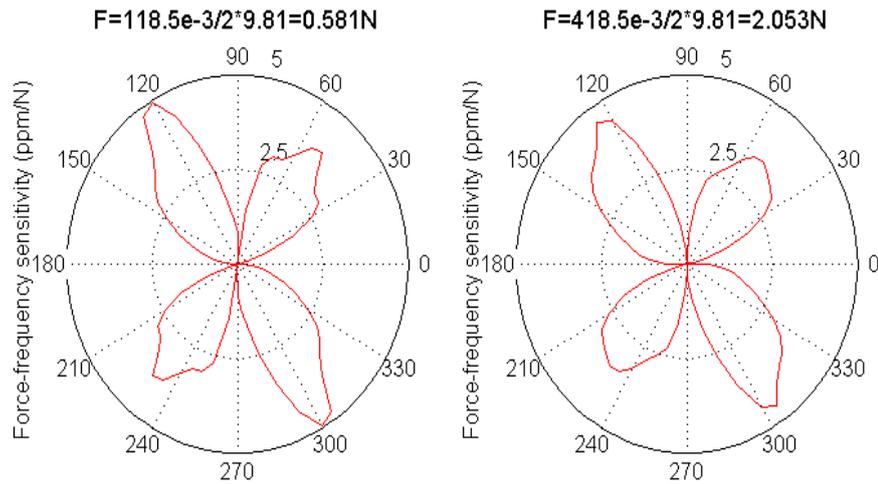


FIGURE 4.27: Sensibilité force-fréquence du résonateur standard pour les essais avec  $F = 0,581N$  et  $F = 2,053N$ .

La linéarité observée traduit simplement la constance du coefficient force-fréquence. Si la partie dormante est usinée produisant un filtrage des contraintes mécaniques alors la sensibilité force-fréquence de la lame n'est plus linéaire. Il ne s'agit pas d'un changement de propriété du coefficient force-fréquence puisque que sa théorie n'est plus valable sur une telle lame. C'est l'effet du filtrage des contraintes mécaniques de la partie dormante.

Ainsi, pour les résonateurs rainurés et ceux suspendus à une bague, la non-linéarité est difficile à observer. Elle peut être négligée au vue des courbes suivantes.

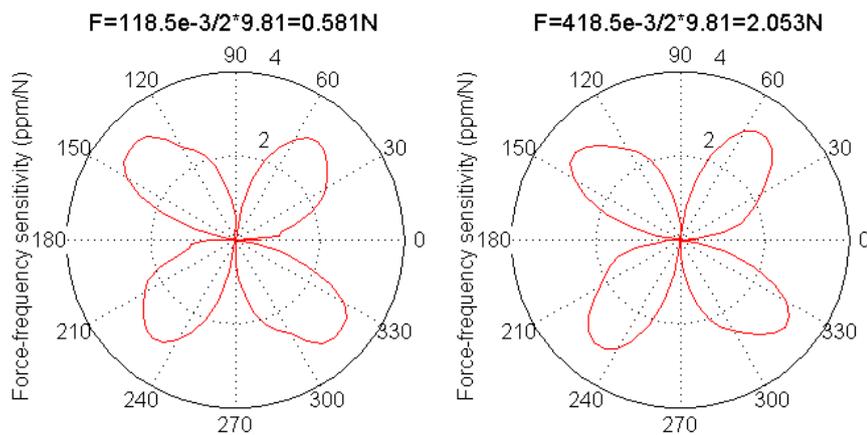


FIGURE 4.28: Sensibilité force-fréquence du résonateur rainuré pour les essais avec  $F = 0,581N$  et  $F = 2,053N$ .

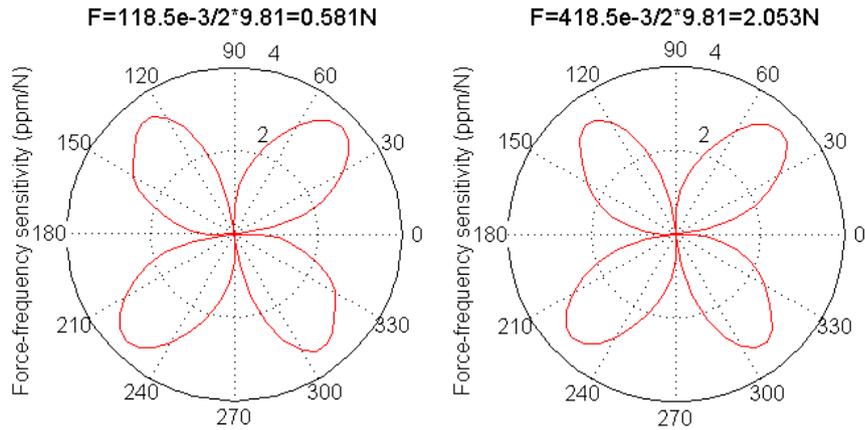


FIGURE 4.29: Sensibilité force-fréquence du résonateur suspendu à une bague pour les essais avec  $F = 0,581N$  et  $F = 2,053N$ .

Le résonateur  $BVA_4$  présente une non-linéarité qui ne peut absolument pas être négligée. La figure 4.30 illustre l'effet du filtrage pour les forces  $F = 0,581N$  et  $F = 2,053N$ .

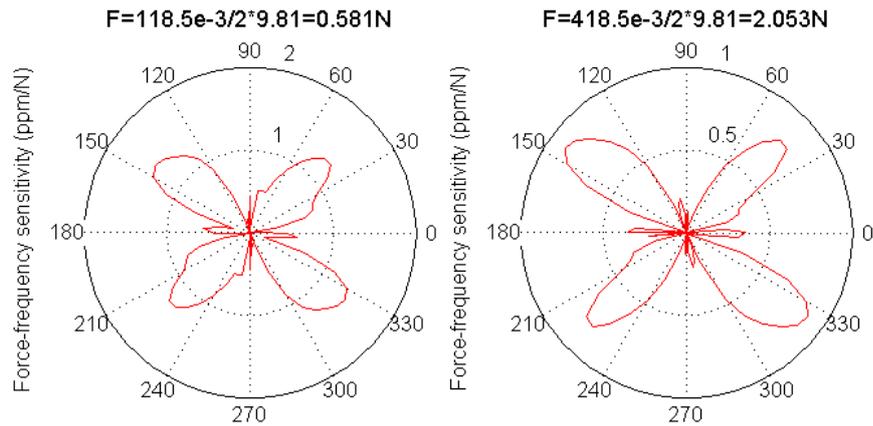


FIGURE 4.30: Sensibilité force-fréquence du résonateur BVA pour les essais avec  $F = 0,581N$  et  $F = 2,053N$ .

Cette caractéristique est introduite par le filtre mécanique que représente la partie dormante. Ce filtre peut être caractérisé par une fonction de transfert et ajusté expérimentalement. Ce travail serait précieux pour prévoir la sensibilité accélérométrique et la réaction de la structure aux vibrations basses fréquences, notamment pour éviter des ruptures produites par une résonance non-désirée et excitée par des vibrations mécaniques extérieures.

Notre étude ne porte pas sur l'amélioration de la sensibilité accélérométrique ni la résistance aux vibrations des résonateurs à quartz. La sensibilité accélérométrique nous intéresse car elle nous donne des informations sur la répartition des contraintes mécaniques

dans le résonateur. Nous n'étudions donc pas la fonction de transfert de la partie dormante.

#### 4.5.1.8 Bilan et remarques sur l'effet force-fréquence.

La première grande conclusion de cette campagne de mesures réside dans la démonstration que la partie dormante peut jouer un rôle dans la sensibilité force-fréquence d'un résonateur. Elle doit à l'évidence permettre de réduire l'influence des forces imposées par les clips sur la fréquence de résonance.

Nous pouvons extraire de ces données des informations pour aider à la conception d'une partie dormante plus efficace vis-à-vis des contraintes mécaniques.

Nous avons observé une symétrisation et une légère diminution des extremas de la courbe de sensibilité force-fréquence pour une lame rainurée. Nous attribuons cette modification au fait que la bague créée par les rainures se comporte comme un anneau qui devient ovale sous l'effet de forces diamétrales. Nous observerions une diminution de l'amplitude bien plus importante si la bague était plus libre de se déformer ; ici, elle est maintenue sur toute sa circonférence par la fine épaisseur de matière restante au niveau des gorges.

En mécanique, une discontinuité, ou non linéarité, géométrique provoque une concentration de contraintes. C'est la raison pour laquelle la diminution brutale d'épaisseur provoque une concentration de contraintes au niveau du fond des rainures. Ces contraintes ne sont alors pas transmises à la partie active du résonateur.

Le résonateur suspendu à une bague présente le même comportement que le résonateur rainuré car lui aussi voit sa bague maintenue sur toute sa circonférence et une diminution d'épaisseur brutale due à l'usinage des rainures.

Ces remarques sont valables pour le résonateur  $BVA_4$ . La concentration des contraintes n'est pas due au changement d'épaisseur mais à la présence des ponts qui constitue une discontinuité radiale. Dans ce cas, l'effet de la bague est plus important puisque elle est totalement libre de se déformer sur des portions d'environ  $85^\circ$  entre deux ponts.

Cette interprétation des effets observés par les mesures que nous avons effectuées est basée sur nos connaissances et expériences de la mécanique. Nous allons utiliser un logiciel de modélisation par éléments finis pour le démontrer. Ensuite, nous utiliserons ce même logiciel pour concevoir une partie dormante exploitant l'interprétation que nous avons faite. Mais avant ça, nous allons présenter les résultats de la mesure de sensibilité accélérométrique.

#### 4.5.2 Mesure de sensibilité accélérométrique.

Les résonateurs que nous avons mesurés en sensibilité force-fréquence ont été montés sur des embases avec 4 clips. Puis nous avons fermé les boîtiers avec la machine de fer-

meture par thermo-compression à froid que nous décrirons plus en détail dans le chapitre suivant. Cette machine permet de faire le dégazage des embases avec les résonateurs et les boîtiers puis de fermer les boîtiers sous ultra-vide (quelques  $10^{-8}mbar$ , sans que ce vide soit cassé entre le dégazage et la fermeture).

Nous avons décidé de confier ces mesures à la société TEMEX où Olivier Bel, spécialiste de la sensibilité accélérométrique, les effectuera. Il s'agit de la mesure du spectre des densités de puissance sous une excitation sinusoïdale à 60Hz et d'amplitude égale à 10g. La table suivante résume les résultats obtenus pour les résonateurs que nous étudions, auxquels nous avons ajouté les sensibilités accélérométriques d'autres formes de résonateur BVA, considéré comme l'état de l'art [14], [62], [18].

conception	$\Gamma_x$	$\Gamma_y$	$\Gamma_z$	$ \Gamma $
Standard	$9, 2.10^{-10}$	$1, 8.10^{-9}$	$2, 2.10^{-10}$	$2.10^{-9}$
Grooved	$7, 8.10^{-10}$	$5, 4.10^{-10}$	$1, 8.10^{-11}$	$9, 4.10^{-10}$
Ring-supported	$1, 4.10^{-9}$	$5.10^{-10}$	$4, 2.10^{-11}$	$1, 5.10^{-9}$
BVA <sub>4</sub> <sup>1</sup>	$9, 2.10^{-10}$	$5, 4.10^{-10}$	$8, 3.10^{-11}$	$1.10^{-9}$
BVA <sub>4</sub> <sup>2</sup>	$6, 5.10^{-10}$	$6, 4.10^{-10}$	$1, 6.10^{-10}$	$1.10^{-9}$
BVA <sub>2</sub> <sup>3</sup>	$9.10^{-11}$	$7.10^{-11}$	$9.10^{-11}$	$1, 4.10^{-10}$
BVA <sub>2</sub> <sup>3</sup> bi-convexe	$1, 4.10^{-11}$	$1, 1.10^{-11}$	$4.10^{-11}$	$4, 4.10^{-11}$

TABLE 4.3: Résultats des sensibilités accélérométriques [73].

La première observation que nous pouvons faire concerne la sensibilité accélérométrique selon l'axe Z qui s'avère meilleure pour les résonateurs rainurés. Cette amélioration, d'environ 300%, est obtenue grâce à l'usinage des gorges sur chaque face de la lame de quartz. Cela peut s'expliquer par l'épaisseur très réduite à ce niveau comparée à la partie active. En fait, le centre de la partie active a une épaisseur de  $545\mu m$  et il reste  $160\mu m$  de quartz entre le fond de chacune des deux gorges. L'épaisseur de quartz restant au niveau des gorges a été choisie arbitrairement, elle peut être optimisée pour améliorer les performances du résonateur mais ce n'est pas notre objectif ici. Cette zone mince absorbe vraisemblablement une grande partie du moment de flexion, assurant grossièrement un rôle de lien souple dans la direction normale à la lame. C'est pour cette raison que cette conception possède une faible sensibilité accélérométrique selon l'axe  $\vec{z}$ .

La seconde observation porte sur les deux autres directions, celles dans le plan de la lame. Nous ne pouvons pas dire que les sensibilités selon ces directions sont bonnes à l'exception du résonateur BVA<sub>2</sub>. Nous voyons aussi que le résonateur BVA<sub>2</sub> bi-convexe est vraiment très peu sensible à un champ d'accélération dans le plan de la lame. Ces résultats selon les axes  $\vec{x}$  et  $\vec{y}$  peuvent s'expliquer par le montage sur ressort à l'intérieur d'une bague

- 
1. La structure de montage est aligné dans la direction des ponts.
  2. L'angle entre les clips et la direction des ponts est de  $45^\circ$ .
  3. BVA<sub>2</sub> a des électrodes non-adhérentes alors que le BVA<sub>4</sub> est métallisé.

rigide ce qui n'est pas le cas du BVA<sub>4</sub>. Nous pouvons faire une autre remarque puisque les résultats de deux résonateurs BVA<sub>4</sub>, l'un monté dans la direction des ponts et l'autre à 45° de ceux-ci, sont inscrits dans la table 4.3. Les deux montages présentent clairement des comportements différents, le montage des clips à 45° permet d'obtenir une sensibilité accélérométrique sur l'axe  $\vec{x}$  identique à celle de l'axe  $\vec{y}$  sans modifier la valeur moyenne  $\bar{\Gamma}$ .

Encore une fois, notre intuition sur la partie dormante est confirmée par des mesures. Nous avons vu précédemment que des usinages sur la partie dormante du résonateur réduisent l'effet force-fréquence; il en est de même pour la sensibilité accélérométrique. Évidemment, la sensibilité force-fréquence et la sensibilité accélérométrique sont intimement liées par les contraintes mécaniques imposées par les clips. L'état de contraintes provoque donc une variation de fréquence qui affecte directement la sensibilité accélérométrique et à long terme le vieillissement par le phénomène de relaxation.

Les résonateurs BVA sont bien connus pour afficher des vieillissements dix fois meilleurs que celui des résonateurs standards à qualité de fabrication égale. Nous pouvons alors conclure qu'un résonateur avec un bon vieillissement présente aussi une faible sensibilité accélérométrique. Ce fait majeur démontre bien qu'il faut diminuer l'influence des contraintes mécaniques sur la partie active. Des travaux ont déjà été entamés dans ce sens mais ils aboutissent pour le moment à des solutions volumineuses et compliquées. Récemment, R. B. Haskell et son équipe [74] ont publié les résultats de leur structure QRM ("Quad Relief Mounting"). Cette structure comprend quatre pièces collées sur l'embase et le résonateur qui sont censées éliminer les contraintes mécaniques provoquées par les effets d'un champ d'accélération. Une telle conception est très sûrement coûteuse et difficile à maîtriser au niveau des collages. Nous allons donc tirer parti de ces expériences pour concevoir une lame ou la partie dormante assurera la filtration des contraintes mécaniques.

Nous nous sommes aidés des outils de simulation pour mettre au point ce résonateur dont le vieillissement et la sensibilité accélérométrique seront réduits. Pour la solution que nous cherchons, le résonateur doit rester aussi compact qu'un résonateur standard pour espérer le miniaturiser à terme. La partie suivante présente l'étude théorique que nous avons menée afin d'aboutir à la définition d'un résonateur dont le vieillissement sera moins affecté par la relaxation des contraintes mécaniques.

## 4.6 Modélisation des différents résonateurs.

Dans notre démarche de modélisation des différents résonateurs, nous nous fixons comme objectif l'optimisation de l'état de contraintes dans la zone active, conformément à ce que nous avons dit précédemment. Nous nous intéressons donc, dans un premier temps, aux contraintes mécaniques principales  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$ . Cette analyse nous permettra de définir une géométrie de lame dont la partie active sera particulièrement peu contrainte mécaniquement. Dans un second temps, nous chercherons un modèle valable pour les parties dormantes avec des discontinuités géométriques. Ce modèle nous permettra de valider la géométrie que nous avons définie juste avant.

**CONFIDENTIEL**

## 4.7 Une nouvelle géométrie de résonateur.

### 4.7.1 Fabrication des prototypes.

**CONFIDENTIEL**

#### 4.7.2 Caractérisation des prototypes.

**CONFIDENTIEL**

## 4.8 Conclusions et perspectives.

Nous avons étudié différentes conceptions de lame utilisées comme résonateur à quartz pour des applications métrologiques. Ces lames présentent des géométries dont la partie à la périphérie, la partie dormante, est plus ou moins usinée. Ceci dans le but d'améliorer la sensibilité force-fréquence et par conséquent la sensibilité accélérométrique et une partie du vieillissement. En effet, notre étude a démontré l'intérêt des performances de ces résonateurs. Ces progrès attestent que la partie active subit moins de contraintes mécaniques introduites par la structure de montage.

Nous attribuons ces résultats au fait que la partie dormante est constituée d'une bague extérieure liée à la partie active par des liens tels que les ponts du résonateur BVA<sub>4</sub> ou la fine épaisseur de matière pour les lames rainurées.

Nous avons clairement démontré par les mesures d'effet force-fréquence que la partie dormante si elle est constituée d'une bague extérieure alors elle supporte une grande partie des contraintes de montage. Cette bague est ensuite liée à la partie active par des ponts. Ces ponts ont pour mission le maintien de la partie active et la filtration des contraintes mécaniques que la bague transmet du fait de sa déformation.

Sur ces deux postulats, nous avons défini une nouvelle géométrie de lame de quartz. Cette géométrie est certes plus délicate à fabriquer mais les prototypes issus des premières tentatives de fabrications révèlent une sensibilité force-fréquence réduite de près de 85% par rapport à un résonateur standard et de 42% par rapport à un résonateur BVA<sub>4</sub> dans la direction la plus défavorable. Ces résultats attestent d'une diminution des contraintes mécaniques dans la zone active du résonateur.

Or la relaxation des contraintes mécaniques est l'une des causes majeures du vieillissement des résonateurs à quartz à ondes de volume. La relaxation des contraintes se produit de façon similaire au fluage, le niveau de contrainte initial définit la vitesse et l'amplitude de cette relaxation. Ce phénomène ne se produit pas dans le quartz mais au niveau des clips métallique assurant le maintien de la lame. Le choix du matériau de ces pièces est donc important car il définit l'allure de la relaxation.

Indépendamment du matériau des clips et leur faculté à fluer, le niveau de contraintes mécaniques dans la zone vibrante de la lame définit les conditions initiales de la variation de fréquence induite par la relaxation de contraintes mécaniques. Par conséquent, une lame qui transmet moins de contraintes mécaniques en son centre aura une plage globale de variation de fréquence réduite. Dans ce cas, le vieillissement induit par la relaxation des contraintes sera réduit. Nous n'avons pas eu le temps de réaliser des mesures de vieillissement sur les prototypes que nous avons fabriqués mais leur faible sensibilité aux forces de la structure de montage nous fait penser qu'ils peuvent afficher un faible vieillissement. Nous sommes donc en droit d'espérer une amélioration sensible du vieillissement de ces résonateurs. Nous souhaitons que des mesures à ce sujet soient réalisées dans un avenir proche.

Maintenant, il est clair que la géométrie que nous avons proposée peut être améliorée par l'optimisation de la forme de la bague et des ponts filtrants.

Nous avons réfléchi sur la géométrie de la lame, et notamment de la bague. Idéalement, elle devrait avoir une déformation minimale et transmettre la force appliquée par un clip sur le clip opposé. De cette façon, elle se retrouverait en compression entre les clips et étant donné que le quartz est un matériau dur, la bague ne se déformerait quasiment pas. La géométrie d'une telle bague pourrait se présenter sous la forme d'arc-brisé dont les dimensions viserait à trouver le meilleur compromis entre la facilité de fabrication, l'encombrement et un état de contrainte réduit dans la partie active.



# Etude du pré-vieillissement des résonateurs à quartz.

## 5.1 Description du pré-vieillissement.

La fabrication d'un résonateur se termine pratiquement à la fermeture du boîtier. A partir de là, le résonateur à quartz est dans son atmosphère définitive, un vide très poussé généralement compris entre  $10^{-4}$  mbar et  $10^{-8}$  mbar (cette valeur dépend des moyens techniques). Dans le boîtier, les phénomènes physiques provoquant le vieillissement évoluent comme nous le disions dans le chapitre 3. Durant les premiers jours, ils vont considérablement varier pour atteindre un état d'équilibre qui produit le vieillissement nominal prenant une allure logarithmique. Par conséquent, le comportement fréquentiel du résonateur est perturbé les premiers jours et cela ne dépend pas des procédés de fabrication. Avant d'être exploité, le résonateur doit être stable puisque c'est l'une des qualités principales de ces dispositifs métrologiques.

Les perturbations, dont quelques sauts de fréquence, observées sur la fréquence de sortie traduisent dans les faits l'instabilité des phénomènes physiques induisant tout ou partie du vieillissement. Il s'agit de l'évolution de l'état de contrainte ou des transferts de masse ou encore des deux phénomènes plus ou moins pondérés. A l'issue de la fabrication, le résonateur est clairement dans un état transitoire plutôt instable.

Le vieillissement peut être décomposé en un vieillissement initial et un vieillissement nominal. Sur un même lot de résonateurs, on peut trouver des résonateurs ayant un fort ou un faible vieillissement initial. Prenons deux exemples issus du chapitre 1 : le premier présente un fort vieillissement initial et le second un faible vieillissement initial.

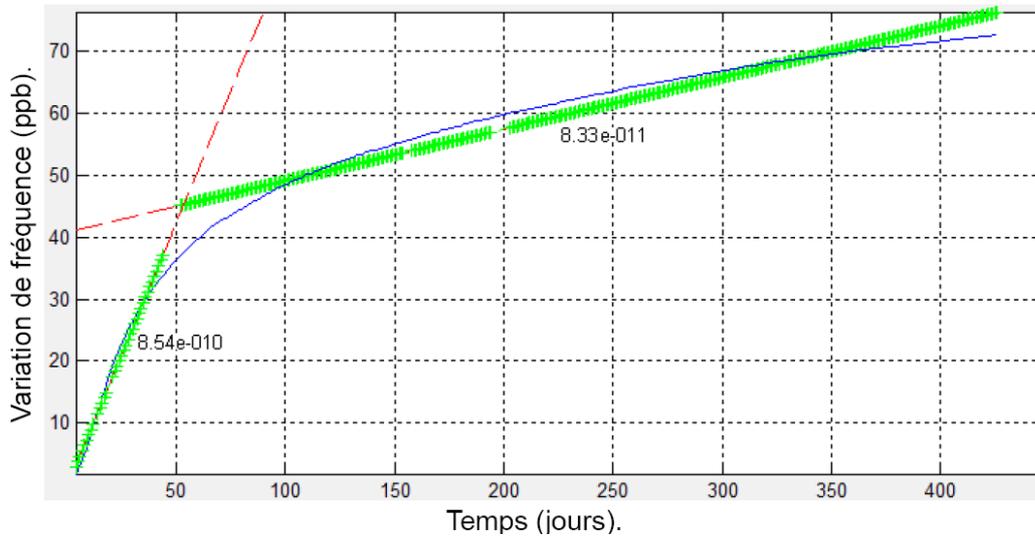


FIGURE 5.1: Résonateur avec un vieillissement initial fort.

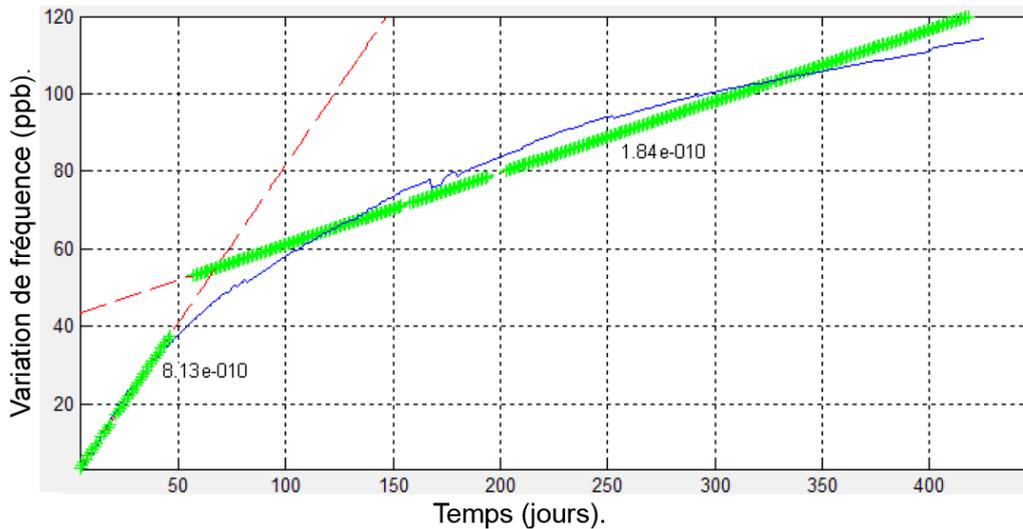


FIGURE 5.2: Résonateur avec un vieillissement initial faible.

Ces graphes montrent bien que les termes de vieillissement initial dit "fort" ou "faible" caractérise le vieillissement initial relatif au vieillissement nominal. Ces termes sont couramment employés pour parler du vieillissement initial et ils sous-entendent aussi que le passage entre l'état transitoire et l'état nominal est plus ou moins brutal. Par conséquent, quand un vieillissement initial est dit faible ou fort, il faut comprendre que c'est du rapport entre le vieillissement initial et nominal dont il s'agit.

Sur les figures 5.1 et 5.2, le rapport des pentes est de 10 dans le premier cas et de 5 dans le second cas. Le vieillissement initial est donc grandement différent d'un résonateur à l'autre. La pente à long terme est le vieillissement nominal qui reflète la qualité du matériau, du montage et de l'ensemble de la fabrication. En revanche, la cause du vieillissement initial est moins claire, elle représente peut-être la stabilisation de la chimisorption ou la relaxation des contraintes dans le boîtier du résonateur. Nous considérons que cette

forte pente fait partie de l'état transitoire dans lequel se trouve le résonateur à la fin de la fabrication. Cette hypothèse semble juste car même si les procédés de fabrication sont les mêmes, la mise à la fréquence et le montage sont manuels et rendent les résonateurs uniques. C'est pour cela que tous les résonateurs sont différents par leurs vieillissements nominal et initial. Cependant, si le vieillissement initial est quasi-inexistant sur certains résonateurs alors c'est qu'il peut être annulé ou réduit. Ceci assurerait une meilleure prédiction du vieillissement car il tendrait plus rapidement vers un comportement linéaire.

L'état transitoire peut donc être réduit et pour des raisons pratiques et surtout économique, il doit être écourté.

Le **pré-vieillissement**, aussi appelé **déverminage** ou **recuit**, vise à stabiliser la fréquence du résonateur à la sortie de la chaîne de production. Souvent, le pré-vieillissement consiste en un traitement thermique défini de façon empirique. Ce procédé, garant d'un bon comportement à long terme, est un savoir-faire assez secret et acquis par les personnes ayant travaillées longtemps sur les problématiques de vieillissement des oscillateurs. Évidemment, ce savoir-faire contribue grandement à la qualité des oscillateurs haut de gamme d'une société ou d'un laboratoire.

Les oscillateurs sur lesquels nous travaillons sont des OCXO<sup>1</sup>. Il faut donc que la régulation thermique de l'oscillateur soit précise et stable pendant toute la durée de vie de l'oscillateur. Nous admettons que la régulation n'induit pas de variation de température et en pratique la consigne de température de l'oscillateur est très fine, environ quelques  $10^{-12}/^{\circ}C$  (nous sommes arrivé à régler rapidement nos oscillateurs à  $10^{-11}/^{\circ}C$ ).

Le pré-vieillissement est souvent composé de deux étapes. La première porte sur le résonateur à quartz, elle consiste à stabiliser les phénomènes physiques à l'intérieur du boîtier du résonateur. La seconde concerne l'oscillateur, elle vise à unifier les deux parties constituant l'oscillateur : l'électronique et le résonateur. Nous nous intéressons au pré-vieillissement du résonateur, nous ne reparlerons pas de l'électronique que nous considérons stable après plusieurs jours de fonctionnement nominal.

Précédemment dans le chapitre 3, nous avons démontré la dépendance thermique des phénomènes physiques provoquant le vieillissement et, pour cette raison, il est possible de raccourcir dans le temps cet état transitoire. Il est donc certain qu'en appliquant un cycle thermique particulier, la durée de cet état transitoire sera réduite. C'est en effet à des cycles thermiques que peuvent se résumer ce qui se cache derrière ce mystérieux pré-vieillissement. Cependant, le savoir-faire se situe dans la définition judicieuse de ces traitements thermiques.

Tout d'abord, le pré-vieillissement appliqué au résonateur se fait en fonctionnement, c'est-à-dire que le résonateur est monté sur un banc qui le met dans les mêmes conditions de vibration que dans l'oscillateur qui l'accueillera.

Au départ de l'étude, nous n'avons pas de connaissance spécifique du pré-vieillissement,

---

1. Oven Controlled Crystal Oscillator, le résonateur est thermostaté à la température du second point d'inversion de la caractéristique fréquence-température pour un résonateur de coupe SC situé au environ de  $85^{\circ}C$  et le premier pour la coupe AT

nous nous sommes donc intéressés aux cycles que pratique la société Temex. Leurs cycles de pré-vieillessement ont été mis au point par leur expérience dans la fabrication des dispositifs métrologiques. Cependant, c'est empiriquement que cette étape a été définie et actualisée pour les nouveaux produits.

Voici la forme générale du motif que l'on retrouve dans la majorité des pré-vieillessements utilisés par Temex.

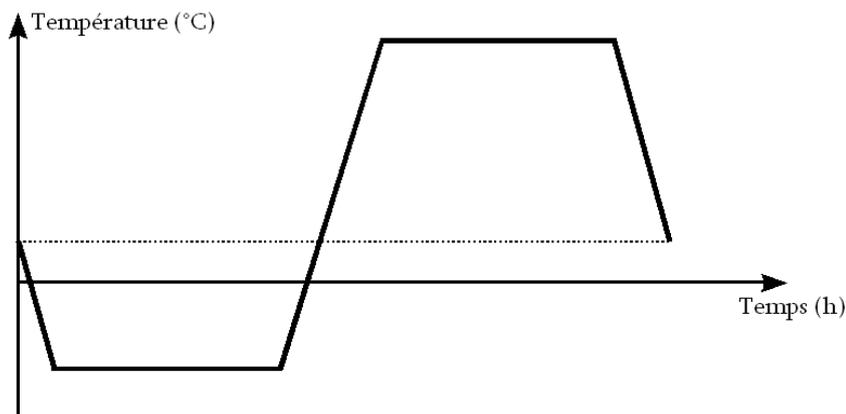


FIGURE 5.3: Motif de référence pour les cycles de pré-vieillessement.

Ils sont constitués d'un palier à une température faible, d'un palier à une température élevée et d'une pente forte faisant le lien entre les deux paliers. Dans la procédure, ce type de cycle est répété plusieurs fois. Le nombre de répétitions dépend du niveau de performance en vieillissement exigé dans le cahier des charges.

Avec ces informations, nous nous posons beaucoup de questions sur l'influence du palier bas, de la température haute, de la pente ou de la répétition sur l'efficacité à réduire l'état transitoire dans lequel est le résonateur une fois encapsulé.

De toute évidence, si nous souhaitons optimiser l'efficacité des cycles thermiques du pré-vieillessement alors nous devons connaître l'effet de chaque paramètre définissant le cycle de la figure 5.3 et sa répétition. Cela représente beaucoup de facteurs et mener les essais pour connaître l'effet de chacun demande des moyens colossaux tant le nombre de mesures est grand. Nous avons besoin d'une méthode ou une organisation particulière pour recueillir le maximum d'information en un minimum de temps et de matériel, si tant est que ce minimum soit raisonnable.

En plus des informations provenant de l'expérience et du savoir-faire des ingénieurs de la société Temex, nous avons discuté longtemps avec les chercheurs et les ingénieurs d'études du laboratoire, notamment Jean-Jacques Boy et Jean-Pierre Romand. Ainsi, nous avons pointé une information qui nous semble pertinente qui se dit pour rendre plus efficace un pré-vieillessement ; les vibrations des étuves sembleraient améliorer le pré-vieillessement. Nous avons noté cette information pour l'intégrer dans l'étude expérimentale si les moyens techniques et la méthode d'organisation des mesures nous le permettent.

Nous venons de définir le pré-vieillissement et son intérêt pour le comportement à long terme du résonateur à quartz qui le subit. Dans cette description, la méconnaissance de cette pratique par le manque de publication et sa complexité à le maîtriser nous amène à réaliser une campagne de mesures afin d'obtenir les informations nécessaires à une meilleure connaissance du pré-vieillissement. De plus, ces informations peuvent nous apporter de précieux renseignements pour la compréhension du vieillissement du résonateur, notamment sur la dynamique des phénomènes physiques.

Afin d'obtenir des résultats garantissant un bon compromis entre la qualité des informations et le coût des mesures, nous nous sommes tourné vers le domaine de l'expérimentation avec pour objectif de trouver une méthode pour établir un plan d'expérience organisé réduisant le nombre des mesures.

## 5.2 Méthode des plans factoriels fractionnaires.

La complexité de la définition du pré-vieillessement nous contraint à une étude expérimentale comportant de nombreux paramètres. La structuration des expériences va donc être primordiale pour que nous aboutissions à des résultats exploitables sans faire exploser les besoins en moyens techniques. C'est pour cette raison que nous exposons cette réflexion sur l'expérimentation et sa structuration.

La complexité d'une étude d'un phénomène dans sa réalité (nombreux facteurs de différentes natures) est bien souvent embrouillée par des phénomènes "annexes" qui rendent sa prédiction par la théorie impuissante; C'est le cas pour le vieillissement et le pré-  
vieillessement.

Comme nous le savons tous, l'expérimentation a pour but d'enrichir les connaissances et les savoir faire pour le développement d'outils techniques contrairement à l'empirisme dont le but est d'abord utilitariste. L'objectif de notre étude expérimentale du pré-  
vieillessement est d'apporter des informations pour améliorer sa mise en place mais aussi la compréhension du vieillissement. La méthode employée pour une étude expérimentale vise à mettre en œuvre un ensemble de facteurs maîtrisés interagissant d'une certaine façon. Dans la pratique, la structuration des modalités d'une expérience est établie de façon intuitive et fréquemment cette méthode risquée aboutit à des modèles de qualité moyenne après de très nombreux essais.

C'est pourquoi la méthode des plans d'expériences nous intéresse particulièrement dans notre impératif d'obtenir un modèle basé sur les mesures que nous souhaitons faire. Elle consiste à structurer les modalités des essais afin d'optimiser le rapport "qualité du modèle"/"coût des expériences". Le plus souvent elle permet aussi de raccourcir considérablement l'étude expérimentale.

### 5.2.1 le but d'une expérimentation.

Le but d'une expérimentation est d'établir une relation entre une grandeur  $y$  (la réponse de l'essai) et les facteurs causaux  $\{x_i\}$ . Un essai élémentaire  $i$  donnera alors le résultat  $Y_i = f(X_{ij})$ . Dans une expérimentation, certains facteurs causaux doivent être fixés à un niveau pré-établi pendant chaque essai alors que d'autres vont varier.

Pour pouvoir trouver un modèle pour la réponse  $y$ , il faut que les facteurs choisis recouvrent suffisamment bien l'espace défini par les facteurs. De plus, les possibilités de combiner les variations des facteurs entre elles deviennent nombreuses lorsque le nombre de facteurs croît et que leur réponse est de moins en moins linéaire. On peut ainsi chercher à structurer l'ensemble de ces variations de façon à obtenir l'information souhaitée avec une qualité et une économie d'essai.

L'erreur à ne pas commettre est d'organiser ces expériences à l'intuition car la pra-

tique a montré son inefficacité. Bien souvent, ce type d'organisation aboutit à des résultats dont les informations ne répondent pas vraiment aux interrogations de l'étude alors que le nombre d'essais est déjà important. C'est pour cela qu'il faut veiller à bien penser l'organisation des expériences, c'est le plan d'expériences.

Il en existe une multitude, plus ou moins coûteux, plus ou moins efficaces.

Nous allons commencer par quelques définitions des termes principaux propres aux plans d'expériences.

- Le **facteur** est l'une des causes pouvant influencer le résultat. Certains facteurs peuvent être contrôlés, d'autres agissent comme des perturbations parasites, plus ou moins aléatoires, ou encore comme des facteurs blocs qui sont liés à des lots d'origines différentes (différents expérimentateurs, différents appareils de mesures, ...).
- Le **niveau** d'un facteur (aussi appelé modalité) est une des valeurs particulières que celui-ci prend au cours d'un essai élémentaire. Le nombre et la valeur des niveaux de chaque facteur sont choisis pour décrire du mieux possible les effets produits sur la réponse des facteurs et mettre en évidence leurs interactions éventuelles.
- Dans un essai, chacun des facteurs contrôlés se verra attribuer un niveau. On appelle **traitement** un ensemble contenant un niveau pour chaque facteur. Un traitement définit ainsi une expérience élémentaire pouvant éventuellement être répétée pour améliorer la précision du modèle recherché.
- L'ensemble ordonné des traitements définissant tous les essais élémentaires d'une expérimentation et leur itération constitue le **plan d'expériences**; sa réalisation doit permettre de trouver au moins un modèle.
- Un **plan factoriel** est un plan dans lequel tous les niveaux de tous les facteurs sont combinés entre eux.
- Parmi différents types de modélisation possibles adaptés à un plan factoriel on considère un **modèle** qui est appelé le modèle multilinéaire général. Dans ce type de modèle, on considère des facteurs aussi bien quantitatifs (pouvant varier de façon continue) que qualitatifs (et discontinus), et on utilise des définitions générales applicables dans les deux cas.
- L'**effet principal** est le résultat produit isolément par chaque facteur.
- L'**interaction** entre deux facteurs est l'effet produit en plus de la somme des effets principaux par la variation simultanée de ces deux facteurs.

La première solution qui vient lorsqu'on souhaite effectuer des expériences pour connaître les effets des  $n$  facteurs sur une des caractéristiques ou performances d'un système consiste à les faire varier l'un après l'autre. Tout d'abord, des bornes inférieures et supérieures sont définies pour chaque facteur, c'est le niveau bas et le niveau haut. La liste des essais est établie en ne faisant varier qu'un seul paramètre à chaque essai, c'est un **plan factoriel complet**. Le nombre d'essais total s'obtient donc en élevant le nombre de niveaux à la puissance égale au nombre de paramètres, ainsi, un plan à deux niveaux pour 7 facteurs compte  $2^7 = 128$  essais. Il est évident qu'avec autant d'essais, il est aussi possible de ressortir les interactions entre les facteurs.

Les plans complets organisent les essais à effectuer en fonction des  $n$  facteurs dans le but d'établir un modèle multilinéaire sous la forme :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z + e \quad (5.1)$$

où

$y$  est la réponse mesurée au cours de l'essai.

$x_i$  le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour l'essai.

$a_0, a_i, a_{ij}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté à priori. Ils sont calculés à partir des résultats.

$e$  l'écart comprenant le manque d'ajustement et l'erreur expérimentale.

Chaque point expérimental apportera une valeur de réponse. Chaque réponse est modélisée par la relation 5.1 où les coefficients  $a_i$  sont à déterminer. A la fin du plan d'expériences, on obtient un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  essais) à  $p$  inconnues (s'il y a  $p$  coefficients). Le système s'écrit alors sous la forme matricielle suivante :

$$y = X a + e \quad (5.2)$$

où

$y$  est le vecteur des réponses.

$X$  est la matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis et du modèle.

$a$  est le vecteur des coefficients.

$e$  est le vecteur des écarts.

Pour résoudre le système, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés. L'estimation des coefficients sont ainsi obtenues par la relation suivante :

$$A = (X'X)^{-1}X'y \quad (5.3)$$

où

$X$  est la matrice du modèle obtenue par la relation 5.2.

$X'$  est transposée de la matrice  $X$ .

$y$  est le vecteur des réponses issues des essais.

$A$  est le vecteur contenant l'estimation des coefficients  $a_i$  du modèle de la relation 5.1.

Pour information, la matrice  $X'X$  est dite la matrice d'information et  $(X'X)^{-1}$  la matrice de dispersion.

### 5.2.2 Plans factoriels complets à 2 niveaux

Ces plans possèdent un nombre de niveaux limité à deux pour chaque facteur. Toutes les combinaisons de niveaux sont effectuées au cours de l'expérimentation. Ces plans

peuvent être utilisés indistinctement pour les variables continues et pour les variables discrètes.

Nous présentons le cas d'un plan factoriel complet à 2 facteurs A et B. Le domaine d'étude est un carré comme nous le voyons sur la figure 5.4.

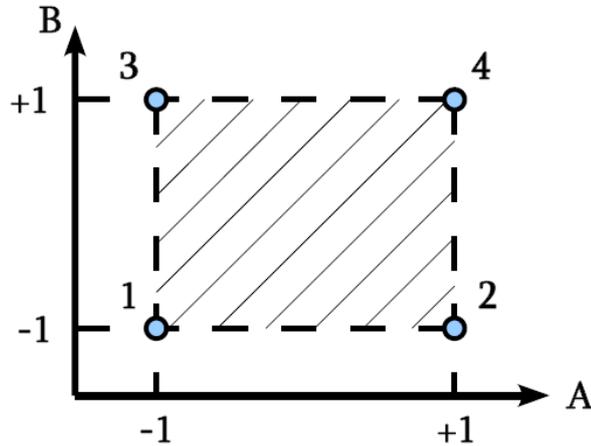


FIGURE 5.4: Domaine d'étude pour un plan complet à deux facteurs.

Les meilleurs emplacements des points d'expériences sont situés aux sommets du domaine d'étude.

L'étude utilise les tableaux pour présenter les modalités des essais et les valeurs des niveaux de chaque facteur, voici comment il se présente.

N°essai	A	B	A.B	Réponse
1	-1	-1	+1	$y_1$
2	+1	-1	-1	$y_2$
3	-1	+1	-1	$y_3$
4	+1	+1	+1	$y_4$
Niveau -1		$valeur_{A-1}$		$valeur_{B-1}$
Niveau +1		$valeur_{A+1}$		$valeur_{B+1}$

TABLE 5.1: Plan d'expériences et des résultats.

Le modèle de régression pour la prévision de la réponse s'écrit alors :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 \quad (5.4)$$

où

- $a_0$  est la valeur moyenne des réponses obtenues avec le plan d'expériences, c'est la réponse au centre du domaine d'étude. Elle s'obtient par :

$$a_0 = \frac{y_1 + y_2 + y_3 + y_4}{4}$$

•  $a_1$  (et  $a_2$ ) représente l'effet moyen du facteur  $A$  (respectivement  $B$ ) et s'obtient par la relation :

$$a_1 = \frac{-y_1 + y_2 - y_3 + y_4}{4} \quad \left( \text{resp. } a_2 = \frac{-y_1 - y_2 + y_3 + y_4}{4} \right)$$

La figure 5.5 montre l'influence du facteur  $A$  sur la réponse pour une valeur constante du facteur  $B$ .

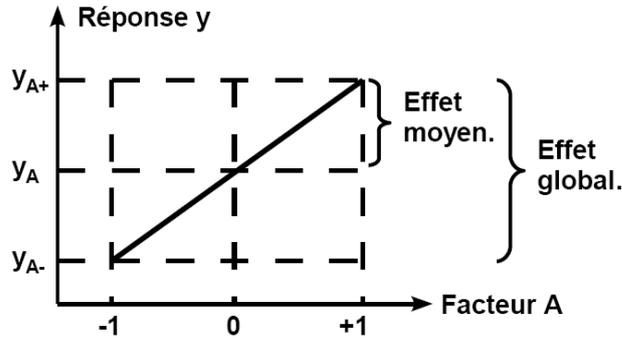


FIGURE 5.5: Effet du facteur  $A$  sur la réponse  $y$ .

•  $a_{12}$  est l'effet moyen de l'interaction entre les facteurs  $A$  et  $B$ . Ce coefficient est calculé par la relation :

$$a_{12} = \frac{y_1 - y_2 - y_3 + y_4}{4} = \frac{1}{2} \left( \frac{y_4 - y_3}{2} - \frac{y_2 - y_1}{2} \right)$$

L'interaction apparaît comme la demi différence entre l'effet du facteur  $A$  au niveau haut du facteur  $B$  et l'effet du facteur  $A$  au niveau bas du facteur  $B$ . Cette interaction traduit une variation de l'effet d'un facteur en fonction du niveau d'un autre facteur, elle est ici d'ordre 2.

Cet exemple d'un plan factoriel complet  $2^2$  nous permet de voir l'efficacité d'organiser une expérimentation avec cette méthode. Le modèle multilinéaire ainsi établi contient les effets principaux de chaque facteur et l'effet de leur interaction sur la performance du système à optimiser.

On peut augmenter le nombre de facteurs. L'espace expérimental possède autant de dimensions qu'il y a de facteurs et le modèle mathématique correspond à la relation 5.1.

Cette méthode très efficace se révèle aussi très couteuse dès que les facteurs étudiés sont nombreux. Un plan comportant  $k$  facteurs à deux niveaux est noté  $2^k$  (l'exposant  $k$  signifie qu'il y a  $k$  facteurs étudiés et le 2 correspond au nombre de niveau par facteur). Cette notation donne le nombre d'essai du plan décrit par  $2^k$ . Un tel plan d'expérience devient très vite important, par exemple avec 7 facteurs étudiés, il faudrait exécuter 128 essais.

Le plan factoriel complet est conçu pour permettre aussi l'estimations de toutes les interactions possibles entre les  $k$  facteurs de l'étude.

Dans le cas de l'étude de 7 facteurs, les 128 essais permettent d'estimer les effets des :

- 21 interactions d'ordre 2 (entre 2 facteurs),
- 35 interactions d'ordre 3 (entre 3 facteurs),

- 35 interactions d'ordre 4 (entre 4 facteurs),
- 21 interactions d'ordre 5 (entre 5 facteurs),
- 7 interactions d'ordre 6 (entre 6 facteurs),
- 1 interaction d'ordre 7 (entre 7 facteurs),

En pratique, il est rare d'observer des interactions d'ordre élevé, c'est-à-dire d'ordre 3 ou plus.

En effet, l'interaction entre 3 facteurs est délicate à interpréter concrètement. Ces interactions sont d'autant plus inintéressantes pour l'expérimentateur que l'emploi des plans d'expériences se limite souvent à l'optimisation d'un système dont la connaissance des effets principaux et de quelques interactions d'ordre 2 est suffisante.

Heureusement, il est possible de se limiter à l'examen des effets principaux et d'un ensemble choisi d'interaction dont l'importance est pressentie.

Pour cela, on peut se contenter de réaliser qu'une certaine fraction des essais du plan complet, à condition de sélectionner judicieusement les essais à réaliser.

Ces plans d'expériences limitant le nombre d'essais pour ne pas chercher des interactions dont le sens est complexe se nomme les **plans factoriels fractionnaires**.

### 5.2.3 Le plan factoriel fractionnaire.

Les plans factoriels fractionnaires sont des plans factoriels qui permettent d'étudier les effets de tous les facteurs mais dont le nombre d'essais est réduit. Un tel plan à 2 fois moins, 4 fois moins ou même  $2^q$  fois moins d'essais que le plan complet correspondant. A la fin d'un plan factoriel fractionnaire, le système d'équations compte  $n$  équations à  $p$  coefficients inconnus où  $p < n$ . Ce type de système ne se résout pas simplement et le nombre d'équations ne peut pas être augmenté, il faut donc diminuer le nombre d'inconnues. Ceci est fait par un artifice, en regroupant les coefficients de sorte à n'avoir que  $n$  inconnues. Le système est ainsi à  $n$  équations et  $n$  inconnues. Ces groupes de coefficients sont appelés des **contrastes** ou des **aliases** et on dit que les coefficients sont aliasés dans les contrastes.

Dans le plan complet, pour  $k$  facteurs le plan à deux niveaux est noté  $2^k$ . Le plan fractionnaire est alors noté  $2^{k-p}$ , ce plan permet l'étude de  $k$  facteurs dont le plan complet à été divisé par  $2^p$ . Ainsi pour un plan avec  $2^3 = 8$  essais, il est possible d'étudier un système à 4, 5, 6 voire 7 facteurs.

Par exemple, on veut traiter 3 facteurs en ne réalisant que 4 essais, c'est un plan fractionnaire  $2^{3-1}$ .

Le modèle mathématique de la réponse d'un plan factoriel à 3 facteurs comporte 8 coefficients :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{23}x_2x_3 + a_{31}x_3x_1 + a_{123}x_1x_2x_3 \quad (5.5)$$

Si on effectue 4 essais, on obtient un système de 4 équations à 8 inconnues :

$$\mathbf{y} = X \mathbf{a} \quad (5.6)$$

On ne sait pas résoudre le système 5.6. On pose donc le modèle suivant où les coefficients  $\ell$  sont les contrastes et ils sont calculés avec les 4 essais :

$$y = \ell_0 + \ell_1 x_1 + \ell_2 x_2 + \ell_3 x_3 \quad (5.7)$$

avec

$$\begin{aligned} \ell_0 &= a_0 + a_{123} \\ \ell_1 &= a_1 + a_{23} \\ \ell_2 &= a_2 + a_{31} \\ \ell_3 &= a_3 + a_{12} \end{aligned} \quad (5.8)$$

La difficulté des plans fractionnaires réside dans l'interprétation de ces contrastes pour savoir comment les coefficients sont aliasés et remonter aux coefficients  $a_i$ .

Les contrastes ne sont pas égaux aux effets principaux recherchés, c'est un mélange avec les interactions avec lesquels ils sont aliasés. Les plans fractionnaires fonctionnent si les interactions contenues dans les contrastes sont négligeables. A chaque fois que les interactions sont suffisamment faibles pour être négligées, le plan est une réussite. Mais si l'interaction est forte, il faudra faire des essais supplémentaires pour évaluer individuellement l'effet principal d'un côté et les interactions de l'autre.

On l'a bien compris, la difficulté de ce type de plan d'expériences réside dans le fait de savoir si un contraste contient ou non une interaction non négligeable. Le problème est résolu en connaissant bien la théorie des aliasés et en appliquant intelligemment les hypothèses d'interprétations que nous allons décrire. Mais ce n'est pas une méthode automatique, l'expérimentateur doit mettre en oeuvre son bon sens et sa connaissance du phénomène étudié.

### Hypothèses d'interprétation

Comme tous les essais ne sont pas réalisés, on ne peut pas obtenir la valeur de toutes les interactions, il faut donc créer des informations supplémentaires par le biais d'hypothèse. Elles sont à vérifier à la fin de l'étude et les hypothèses le plus souvent retenues sont les suivantes :

- Hypothèse 1 : Les interactions d'ordre 3 ou d'ordre supérieur sont considérées comme négligeables, ce qui élimine un grand nombre d'inconnues.
- Hypothèse 2 : Si un contraste est nul, cela peut signifier que les effets et les interactions aliasés sont tous nuls. C'est le cas plus probable. Mais il se peut que les effets et les interactions aliasés se compensent, ce qui suppose que les interactions sont du même ordre de grandeur que l'effet. Cette hypothèse est peu probable car l'interaction aurait été pressentie par l'expérimentateur.
- Hypothèse 3 : Si deux contrastes sont faibles alors leur interaction l'est aussi. Si un contraste est faible et l'autre fort alors leur interaction est faible.
- Hypothèse 4 : Si deux contrastes sont forts alors on se méfiera de leur interaction qui peut l'être également.

Ainsi, sur la base d'un plan complet  $2^3$  permet d'étudier jusqu'à 7 facteurs avec un plan fractionnaire. Pour construire le plan fractionnaire, on prend la table du plan d'expériences du plan complet correspondant, ce qui donne ici :

N° Essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Interaction 12	Interaction 13	Interaction 23	Interaction 123
N°1	1	1	1	1	1	1	1
N°2	-1	1	1	-1	-1	1	-1
N°3	1	-1	1	-1	1	-1	-1
N°4	-1	-1	1	1	-1	-1	1
N°5	1	1	-1	1	-1	-1	-1
N°6	-1	1	-1	-1	1	-1	1
N°7	1	-1	-1	-1	-1	1	1
N°8	-1	-1	-1	1	1	1	-1

TABLE 5.2: Table du plan d'expériences  $2^3$ .

Et dans cette table, on substitue les colonnes des interactions par les facteurs supplémentaires introduit par le plan fractionnaire. On peut effectivement substituer jusqu'à 4 facteurs obtenant ainsi la table suivante :

N° Essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4	Facteur 5	Facteur 6	Facteur 7
N°1	1	1	1	1	1	1	1
N°2	-1	1	1	-1	-1	1	-1
N°3	1	-1	1	-1	1	-1	-1
N°4	-1	-1	1	1	-1	-1	1
N°5	1	1	-1	1	-1	-1	-1
N°6	-1	1	-1	-1	1	-1	1
N°7	1	-1	-1	-1	-1	1	1
N°8	-1	-1	-1	1	1	1	-1

TABLE 5.3: Table du plan d'expériences du plan fractionnaire  $2^{7-4}$ .

De cette façon, on peut étudier jusqu'à 15 facteurs en réalisant 16 essais différents. Notons que d'un essai à l'autre plusieurs facteurs changent de valeur, ce n'est pas le cas lorsqu'on réalise des expérimentations intuitivement où on ne fait varier qu'un facteur à la fois de peur de ne pas voir l'effet que celui-ci produit. Il faut bien se dire que les plans d'expériences sont une méthode mathématique dont la puissance ne se vérifie qu'une fois que l'ensemble des résultats est recueilli. C'est cela qui peut mettre mal à l'aise l'expérimentation car il s'agit là d'un travail "à l'aveugle", l'expérimentateur devant faire confiance

au plan d'expérience qu'il a défini.

Il est donc très important de bien établir son plan d'expérience pour en assurer la réussite. Par ailleurs, il existe de nombreux ouvrages sur le sujet [83], [84], [85], [86] et [87], on retrouve des exemples concrets et les étapes clés pour augmenter les chances de réussite d'un plan factoriel fractionnaire.

#### **5.2.4 Démarche pratique d'élaboration d'un plan d'expérience.**

La démarche pratique qui suit présente les étapes principales à suivre afin d'élaborer un plan d'expérience utilisant la méthode des plans factoriels fractionnaires.

1. Définition des objectifs et des moyens.
  - Les objectifs doivent être précisés et le résultat du plan doit être une valeur chiffrée.
  - S'assurer que le système est suffisamment connu.
  - Définir les moyens nécessaires en premier lieu qui peuvent être ajustés à l'étape 3.
2. Analyse des facteurs et des modèles possibles.
  - Lister et hiérarchiser les facteurs puis définir leur domaine de variation.
  - Lister les facteurs bruits et prévoir de les équilibrer. Les facteurs blocs (différents lots, machines,...) doivent être pris en compte pour éviter une perte de précision.
  - Prévoir le modèle comme une somme d'effet principaux linéaires ou non-linéaires et d'interactions choisies. Réfléchir sur les interactions à négliger.
3. Construction du plan.

Cette étape est primordiale, c'est là où les idées mûrissent et où le contour du plan d'expériences est figé.

  - Construire plusieurs plans aide à affiner les besoins et préciser les objectifs.
  - Il est important de faire plusieurs plans brouillons pour explorer les différentes possibilités puis en déduire le plan définitif. Ces plans exploratoires permettent d'améliorer la connaissance de certains facteurs et de bien prévoir leur domaine.
  - Dresser la liste des hypothèses et examiner la liste des alias.
  - Penser aux répétitions nécessaires pour fiabiliser les résultats.
4. Réalisation et suivi des essais.
  - Établir le planning des essais.
  - Noter le moindre incident et remarques utiles pour l'exploitation des données.
  - Suivre de près le déroulement des essais et bien communiquer avec l'expérimentateur pour garantir la réactivité nécessaire en cas d'imprévu.
5. Analyse des résultats, interprétation.

- Le dépouillement et la mise en forme des résultats sont réalisés dès que possible pour concrétiser la réussite du plan d'expériences qui a été long à établir et à réaliser.
- Calculer les coefficients avec les techniques de régression, vérifier la qualité de la régression.
- Rechercher les points aberrants et calculer les réponses sur l'ensemble du domaine expérimental et les configurations intéressantes.
- Évaluer le pouvoir prévisionnel du modèle (précision des valeurs obtenues), faire si possible des représentations graphiques.

#### 6. Validation et valorisation des résultats.

- Discuter les interprétations et anomalies. On peut prévoir des essais complémentaires sur le domaine le plus intéressant ou le plus critique.
- Archiver les résultats et les analyses.

Pour notre étude du pré-vieillessement, nous allons utiliser un plan factoriel fractionnaire pour, d'une part, améliorer sa connaissance qui nous renseignera sur les mécanismes du vieillissement et d'autre part, optimiser cette phase en réduisant sa durée sans réduire son impact sur les premiers jours du vieillissement.

## 5.3 Le plan d'expérience sur le pré-vieillissement.

Pour la construction de ce plan d'expérience, nous avons travaillé selon les étapes de la construction d'un plan factoriel fractionnaire que nous venons de décrire. Un tel plan nécessite une valeur chiffrée pour l'analyse des résultats et le calcul des effets de chacun des facteurs étudiés.

### 5.3.1 Objectif de l'étude.

Cette étude est motivée par la méconnaissance du pré-vieillissement et de sa définition. L'étude expérimentale doit apporter les informations permettant d'améliorer les connaissances sur des cycles de pré-vieillissement et compléter la compréhension des mécanismes du vieillissement.

Nous avons dit que le vieillissement initial correspond à la fin de l'état transitoire dans lequel se trouve le résonateur après la fermeture du boîtier. Par conséquent, un vieillissement initial fort indique le fait que les cycles de pré-vieillissement sont incomplets. Nous posons donc l'hypothèse qui consiste à dire qu'un résonateur avec un vieillissement initial faible a subi un pré-vieillissement satisfaisant.

Le vieillissement initial va ainsi être pris comme un critère de qualité du pré-vieillissement.

En supposant qu'un lot de résonateurs où les pièces sont strictement identiques et de qualité haut de gamme, alors chacun des résonateurs présentera vraisemblablement le même vieillissement. On peut aussi penser que des pré-vieillissements différents produiront des réductions différentes de l'état transitoire. Et en observant le vieillissement, la pente de la courbe de la variation de fréquence, en fonction du temps dans les premiers jours, sera caractéristique du pré-vieillissement subi. La pente du vieillissement dans les 4 ou 5 premiers jours est une valeur chiffrée que nous pouvons exploiter pour évaluer la pertinence d'un cycle de pré-vieillissement donné. Les vieillissements à long terme seront les mêmes si les résonateurs sont vraiment tous issus du même procédé de fabrication.

L'objectif de cette étude expérimentale est d'obtenir le vieillissement initial (sur les 4 ou 5 premiers jours) le plus faible possible et d'obtenir les effets des paramètres de définition des cycles de pré-vieillissement. De cette façon, les paramètres dont les effets seront les plus grands indiqueront les leviers pour optimiser le pré-vieillissement. La nature de ces paramètres indiquera la nature des phénomènes provoquant cette pente importante dans les premiers jours et par conséquent la nature du phénomène physique prépondérant.

### 5.3.2 Analyse des besoins et des moyens techniques.

Le pré-vieillissement par sa définition, nous impose de travailler avec des résonateurs récemment fabriqués. De plus, nous souhaitons que les résultats soient crédibles ce qui nécessite 3 voire 4 répétitions afin d'obtenir une statistique raisonnable.

Par conséquent, un plan factoriel fractionnaire comptant 8 essais pour un maximum de 7 facteurs étudiés (plan  $2^{7-4}$ ) requiert 32 résonateurs pour 4 répétitions. Le plan  $2^{15-11}$  (16 essais) demanderait, quant à lui, 64 résonateurs. Les besoins en résonateurs deviennent rapidement importants, ce qui est coûteux en moyens financiers mais aussi en temps.

En supplément des résonateurs, la mesure du vieillissement impose l'emploi d'oscillateurs mannequins<sup>1</sup> vieillis au préalable. Les mesures d'une quarantaine d'oscillateurs mannequins en vieillissement doivent être faites simultanément. Ceci ne peut être fait que sur un banc de mesure automatisé que nous avons dû concevoir et réaliser. L'automatisation du banc est assurée par un ordinateur qui garantira la régularité des déclenchements et l'enregistrement des données à chaque mesure afin de ne pas perdre de donnée en cas d'incident.

La réalisation des essais va demander l'utilisation d'au moins une étuve et autre appareillage pour la surveillance et éventuellement des platines vibrantes par exemple.

Les moyens techniques sont les suivants dans le cas d'un plan factoriel fractionnaire  $2^{7-4}$  (respectivement  $2^{15-11}$ ) :

- 32 (resp. 64) résonateurs haut de gamme neufs et non pré-vieillis.
- 32 (resp. 64) oscillateurs mannequins vieillis.
- un banc de mesure automatisé avec 32 (resp. 64) voies d'acquisition dont l'enceinte où sont placés les oscillateurs est régulée en température.
- une étuve et du matériel de mesure pour réaliser les essais.

Ces moyens techniques sont nécessairement accompagnés de moyens en personnels techniques.

Bien évidemment, ces moyens seront ajustés une fois le plan d'expériences construit définitivement.

### 5.3.3 Choix et définition du domaine d'étude.

Nous cherchons à étudier les effets des paramètres définissant le cycle de pré-vieillissement. Le cycle de pré-vieillissement est défini par des montées en température plus ou moins rapides entre deux valeurs de température. Les paramètres définissant ce type de cycle sont les suivants :

- la température du palier haut,

---

1. Il s'agit d'un oscillateur conçu pour autoriser un montage et démontage aisé du résonateur à des fins de tests comme le vieillissement.

- la température du palier bas,
- la durée du palier haut,
- la durée du palier bas,
- la pente en montée de température,
- la pente en descente de température,
- le nombre de répétitions du cycle simple.

Nous sommes déjà à 7 facteurs mais certains peuvent être regroupés comme la pente en montée et descente de température. Le nombre de facteurs se réduit ainsi à 6.

Nous avons noté que l'intensité du signal dans le circuit d'oscillation qui entretient la vibration dans le cristal joue un rôle non-négligeable pour le vieillissement [88] et donc le pré-vieillissement. Cependant nous ne pouvons pas intervenir à ce niveau sans modifier fondamentalement le comportement électronique de l'oscillateur. Nous n'interviendrons pas sur l'intensité délivrée au résonateur par la boucle d'oscillation et nous considérons qu'elle a la même valeur pour l'ensemble des oscillateurs que nous utilisons qui sont issus d'une même conception et d'une même fabrication.

Dans de nombreuses publications, la température ressort comme un paramètre déterminant dans le comportement à long terme des résonateurs à quartz. En 1988 [89], une équipe de chercheurs yougoslaves présente des résultats sur le comportement du vieillissement en fonction de la température. Nous avons vu que les phénomènes physiques du vieillissement ont une dépendance à la température de type Arrhénius. Le résonateur peut donc être considéré comme ayant aussi une dépendance à la température du même type. Par conséquent, chaque résonateur présente une énergie d'activation caractéristique du vieillissement. Cette équipe de chercheur a conclu que pour une énergie d'activation globale de  $0,2eV$ , le vieillissement  $(\frac{f-f_0}{f_0})$  pendant 7 jours à  $125^\circ C$  est le même que celui pendant 30 jours à  $85^\circ C$  ou pendant 365 jours à  $25^\circ C$ .

Ces résultats révèlent la grande importance de la température dans le cadre du pré-vieillissement. Nous notons que les paramètres en rapport avec la température sont attendus avec un effet important sur la fréquence dans ce plan d'expérience.

L'idée que les vibrations mécaniques participent à l'amélioration de l'efficacité du pré-vieillissement est prise au sérieux. D'autant plus que cette constatation a été faite par des personnes très expérimentées et que les contraintes mécaniques ont un rôle d'importance dans la stabilité de la fréquence de résonance à long terme. Nous ajoutons donc ce paramètre comme facteur pour le plan d'expérience.

Nous avons 7 facteurs à étudier et nous cherchons principalement les effets de chacun d'entre eux. Le modèle que nous choisissons est le modèle multilinéaire car nous ne cherchons pas ici à faire une modélisation précise du pré-vieillissement mais à en mesurer les effets.

Les oscillateurs employés sur le banc de mesure sont des OXCO, ils sont régulés en température. Pour que le pré-vieillissement soit efficace, il faut que le résonateur subisse les variations de température. Le circuit de chauffage de l'oscillateur mannequin sera donc déconnecté pendant le pré-vieillissement puis connecté pour la mesure de vieillissement.

▷ Température du palier haut. Le niveau +1 est choisi à  $95^{\circ}C$  car les composants électronique de l'oscillateur sont spécifiés pour fonctionner entre  $-40^{\circ}C$  et  $+85^{\circ}C$ . Nous fixons le niveau -1 à  $70^{\circ}C$  car nous jugeons qu'un écart de  $25^{\circ}C$  est suffisant pour espérer observer l'effet de ce facteur.

▷ Température du palier bas. La température basse du cycle de pré-vieillessement est choisi à  $0^{\circ}C$  pour le niveau -1 et  $35^{\circ}C$  pour le niveau +1.

▷ Durée du palier haut. Ce facteur nous indiquera si l'énergie thermique apporté joue un rôle dans le pré-vieillessement. Nous prenons un temps assez bref pour le niveau -1, soit 1h et assez long pour le niveau +1, 6h.

▷ Durée du palier bas. Pour ce facteur, nous choisissons les même temps, ainsi nous verrons si la stabilisation après un changement de température à son importance ou pas.

▷ Pente en montée et en descente de température. Comme pour le recuit de métaux, la vitesse de la montée en température conditionne grandement la relaxation et la stabilisation des phénomènes physiques, notamment la diffusion. La vitesse de la variation de température caractérise l'influence des gradients de température sur l'efficacité du pré-vieillessement.

▷ Nombre de répétition du simple cycle. La répétition des cycles a très probablement une grande importance sur l'efficacité du pré-vieillessement. Nous utilisons des niveaux suffisamment éloignés pour que l'effet soit distinctement identifiable. Le niveau -1 est attribué à 2 répétitions et le niveau +1 consiste à répéter 10 fois le cycle simple.

▷ Vibrations mécaniques Les vibrations mécaniques participent à la stabilisation des phénomènes physiques influant le vieillissement. Elles brusquent la suspension et les points de colle ce qui peut favoriser la relaxation des contraintes mécaniques. Nous choisissons leurs fréquences au-delà des premières fréquences de résonance mécanique des résonateurs qui se situent généralement aux environs de  $2000Hz$ .

La table suivante présente les domaines que nous avons choisi pour chaque facteur, ceci délimite notre domaine d'étude. Dans cette table, nous avons hiérarchisé ces 7 facteurs.

Facteur	Niveau -1	Niveau +1
Température palier haut	$70^{\circ}C$	$95^{\circ}C$
Température palier bas	$0^{\circ}C$	$35^{\circ}C$
Durée palier haut	1h	6h
Durée palier bas	1h	6h
Montée/descente	$50^{\circ}C/h$	$180^{\circ}C/h$
Répétition	2	10
Vibration	Aucune	f=60Hz

TABLE 5.4: Table des facteurs étudiés.

Nous avons ajusté les niveaux de certains facteurs en fonction du matériel disponible au laboratoire comme les capacités de chauffe et de refroidissement des étuves qui est

limité à  $180^{\circ}C/h$ .

Certains facteurs ne peuvent pas être pris en compte dans le plan d'expérience mais qui peuvent influencer le pré-vieillessement. Ces paramètres entrent tous dans la définition des procédés de fabrication. Nous ne pouvons pas les étudier mais nous faisons en sorte de les maintenir à un niveau identique pour tous les résonateurs. Les résonateurs seront fabriqués dans un même lot par un seul opérateur et sur la même machine par phase de fabrication.

Dans le même esprit, le temps a son importance dans l'étude que nous faisons. Avec les niveaux que nous avons sélectionnés pour chacun des facteurs, la réalisation des essais prendra beaucoup de temps, c'est-à-dire, plusieurs semaines entre le premier essai et le dernier. Nous chercherons donc à faire en sorte de pouvoir réaliser les essais en parallèle en employant plusieurs étuves par exemple. Comme nous l'avons déjà dit, nous devons faire des répétitions pour que les résultats ne soient pas l'observation de mesures obtenues dans des circonstances favorables. Nous souhaitons donc pouvoir faire 4 répétitions des essais.

### 5.3.4 Construction du plan : choix des essais.

Pour construire le plan factoriel fractionnaire définitif présenté ici, nous avons fait un grand nombre de plans brouillons pour réfléchir à la combinaison des facteurs et des essais. Ce sont des plans exploratoires que nous avons affinés au fur et à mesure des discussions avec les membres du laboratoire et de l'entreprise Temex.

Suite à ce travail de réflexion et de maturation quant aux objectifs de l'expérimentation, nous avons fait plusieurs hypothèses. Nous souhaitons connaître l'effet de 7 facteurs sur le pré-vieillessement. Nous savons que le plan fractionnaire idéal est un plan  $2^{7-3}$  qui permettrait l'obtention des effets des 7 facteurs mais aussi de 8 interactions choisies parmi les 21 interactions d'ordre 2 car les interactions d'ordre supérieur sont peu probables et d'amplitude moindre par rapport à l'effet principal d'un facteur. Cependant, un tel plan fractionnaire exige 16 essais et par conséquent 64 résonateurs et 64 oscillateurs. Pour des raisons de moyens limités, nous nous tournons vers un plan factoriel fractionnaire  $2^{7-4}$  ce qui nous donnera les effets principaux de 3 des 7 facteurs, les 4 autres étant aliasés avec une interactions d'ordre 2 ou d'ordre 3. Nous supposons que les interactions sont faibles par rapport aux effets principaux.

Voici la table des expériences pour le plan que nous avons choisi.

N° Essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4	Facteur 5	Facteur 6	Facteur 7
N°1	1	1	1	1	1	1	1
N°2	-1	1	1	-1	-1	1	-1
N°3	1	-1	1	-1	1	-1	-1
N°4	-1	-1	1	1	-1	-1	1
N°5	1	1	-1	1	-1	-1	-1
N°6	-1	1	-1	-1	1	-1	1
N°7	1	-1	-1	-1	-1	1	1
N°8	-1	-1	-1	1	1	1	-1
Niveau -1	0°C	70°C	50°C/h	2	1h	1h	0Hz
Niveau +1	35°C	95°C	180°C/h	10	6h	6h	60Hz

TABLE 5.5: Table du plan d'expériences sur le pré-vieillissement  $2^{7-4}$ .

A présent, les besoins matériels sont clairs ainsi que le temps pour réaliser ce plan d'expériences. La table qui suit montre la durée nécessaire à chacun des 8 essais.

N° essai	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5	N°6	N°7	N°8	
Durée	127h	16h	15h	28h	44h	22h	17h	148h	=17jrs9h
Vibration	non	oui	oui	non	oui	non	non	oui	

TABLE 5.6: Bilan de la durée de chacun des essais du plan d'expériences.

Si nous réalisons les essais les uns après les autres alors ce plan d'expérience nous occupera pendant plus de 17 jours soit quasiment un mois. Nous souhaitons faire des mesures à long terme sur ces résonateurs l'idéal serait plus de 120 jours afin d'observer leur véritable vieillissement nominal. Les premiers résonateurs seront stockés pendant que les autres subiront leur pré-vieillissement, ce délai risque de venir troubler les résultats que nous obtiendrons. Nous ne pouvons pas trop nous permettre de passer du temps sur les essais, nous devons les effectuer en parallèle à l'aide de plusieurs étuves. Nous avons planifié le déroulement des essais avec 3 étuves à notre disposition pendant une semaine et voici l'organisation que l'on peut avoir :

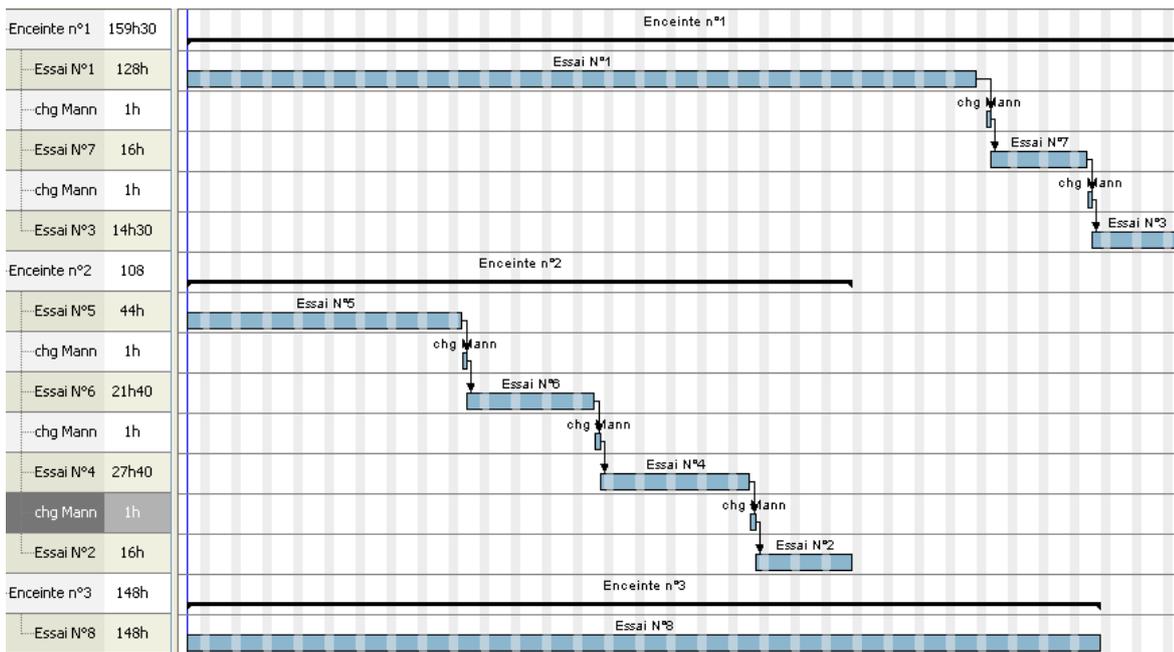


FIGURE 5.6: Planification de essais du plan d'expériences.

A ce stade de l'étude, les besoins en matériel sont clairs et nous devons les rassembler pour ensuite réaliser le plan d'expérience.

### 5.3.5 Matériels employés.

#### 5.3.5.1 Le banc de mesure.

Le vieillissement est défini comme la variation systématique de la fréquence de résonance due aux changements internes à l'oscillateur. Cela signifie que pour mesurer uniquement le vieillissement, le banc de mesure doit isoler les oscillateurs des changements des conditions extérieures à l'oscillateur, et en particulier la température.

Le premier besoin auquel le banc doit répondre est la mesure de la variation à long terme (plusieurs mois) de la fréquence de 40 oscillateurs. Cette mesure est réalisée avec une référence suffisamment stable à long terme. Nous disposons pour ce faire d'une horloge Maser à hydrogène au laboratoire dont le vieillissement est estimé à  $10^{-14}/\text{jour}$  ce qui est amplement satisfaisant. Les valeurs de fréquence mesurées doivent être stockées dans des fichiers et traitées indépendamment.

Le fonctionnement du banc assure donc les fonctions principales suivantes :

- Mesurer la variation de fréquence des oscillateurs.
- S'affranchir ou tenir compte des variations de l'environnement.

- Stocker de manière fiable les données mesurées.

Le banc de mesure sera probablement utilisé par un opérateur, nous avons défini des fonctions complémentaires qui ont un but de confort d'utilisation, comme le paramétrage de la mesure par un ensemble de paramètres qui peuvent être entrés sur une interface graphique.

- Permettre à l'opérateur le paramétrage de la mesure.
- Informer l'opérateur sur l'état de la mesure.
- Faciliter l'utilisation du banc.
- Rendre accessible la lecture des données à tout moment.
- S'isoler des variations et coupures d'alimentation.
- Enlever ou ajouter des oscillateurs sans arrêter la mesure.

Techniquement, nous avons décomposé le banc de mesure en plusieurs ensembles.

Le premier comprend le fréquencemètre, le sélecteur de voie et l'enceinte thermique dans laquelle sont placés les oscillateurs mannequins. Cette ensemble assure la mesure de la fréquence de chaque oscillateur, les uns après les autres. L'isolation des variations de l'environnement est faite par l'enceinte thermique qui est aussi surveillée par un capteur thermique que nous ajoutons à l'intérieur de l'étuve.

Le second ensemble correspond à l'ordinateur dont le rôle est de piloter les appareils, acquérir et enregistrer les données. Il est l'interface avec l'opérateur pour paramétrer la mesure.

Le schéma bloc de la figure 5.7 présente l'architecture du banc de mesure de vieillissement. Tous les appareils de mesure et l'unité centrale de l'ordinateur sont alimentés par l'intermédiaire d'un onduleur, ils sont donc alimentés par un signal stable. Le banc peut donc continuer à fonctionner pendant environ une demi-heure en cas de coupure du secteur.

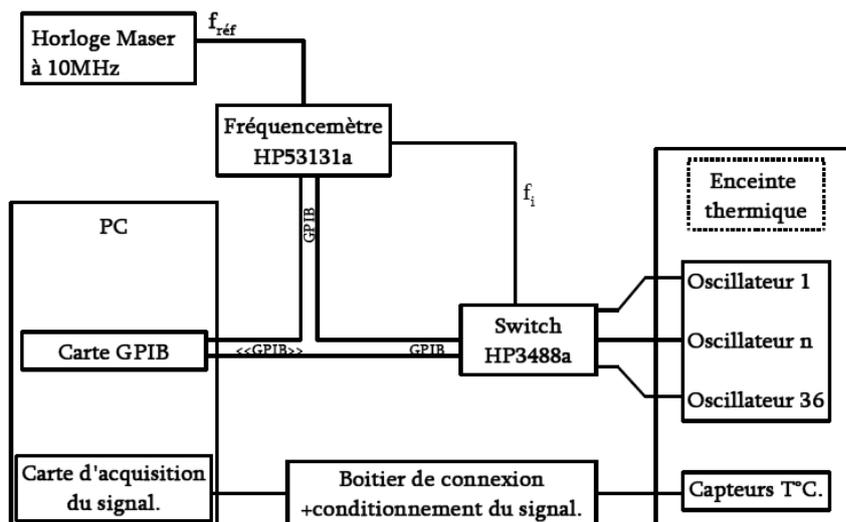


FIGURE 5.7: Schéma du banc de mesure de vieillissement.

Le banc est entièrement piloté par l'ordinateur. Le programme, sous environnement LabWindows, commande et configure la sélection de l'oscillateur à mesurer, l'acquisition de la fréquence et la surveillance de l'enceinte thermique. Les données acquises par le programme sont mises au format choisi. Par la suite, elles sont enregistrées dans l'espace de stockage sous la forme de fichiers texte associés à chaque oscillateur.

Les oscillateurs sont montés sur des baies prévues à cet effet placées dans une enceinte thermique. Nous disposons ainsi de trois baies de 12 emplacements, soient 36 oscillateurs (nous disposons ainsi de 4 emplacements supplémentaires pour des oscillateurs n'ayant subis aucun pré-vieillessement).



FIGURE 5.8: Etuve thermique contenant les baies qui reçoivent les oscillateurs mannequins.

La chaîne de mesure telle que nous l'avons définie est limitée par le fréquencemètre dont la précision est de  $1.10^{-10}$ . Nous augmentons la précision de notre mesure de vieillissement en déclenchant l'acquisition de 20 fréquences dont nous prenons la moyenne comme point de mesure. Et un point de mesure est relevé toutes les 6 heures, ce qui permet de disposer de 4 points de mesure par jour alors que le vieillissement ne nécessite qu'une mesure par jour. Nous sommes donc sûr que la mesure du vieillissement sera correctement faite pour des vieillissements journaliers inférieurs à  $5.10^{-12}/jour$ .

La photo 5.9 illustre le banc de mesure tel que nous l'avons réalisé et répondant à tous les besoins que nous avons recensés :



FIGURE 5.9: Le banc de mesure de vieillissement.

Nous voyons les appareils nécessaires au fonctionnement du banc. Nous avons mis en place un voltmètre pour surveiller la tension d'alimentation des oscillateurs. Nous avons installé un fréquencemètre supplémentaire et deux baies au-dessus de l'étuve afin de faire des tests de fonctionnement complémentaires sur les oscillateurs que nous montons.

### 5.3.5.2 Les oscillateurs.

Dans le cadre de cette étude, nous disposons de moyens limités par conséquent nous avons modifié des oscillateurs conçus et fabriqués par BVA industrie il y a une dizaine d'années. Ce sont des oscillateurs réalisés pour des résonateurs BVA avec les mêmes caractéristiques que le lot que nous avons fait fabriqué. En fait, nous modifions des oscillateurs de série<sup>2</sup> pour en faire des oscillateurs mannequins<sup>3</sup>. La figure 5.10 présente l'oscillateur de série que nous adaptons pour en faire l'oscillateur mannequin (figure 5.11) dont nous avons besoin. Le détail de la modification est décrit dans l'annexe C.

---

2. Un oscillateur de série est conçu et réalisé pour un client sur un cahier des charges données. Il est en général fermé et plus aucun réglage n'est possible.

3. Un oscillateur mannequin est réalisé pour que le montage/démontage du résonateur soit facilité et les différents réglages soient accessibles pour que les performances soient identique à un oscillateur de série.



FIGURE 5.10: Oscillateur OP22 de série.

FIGURE 5.11: Oscillateur mannequin OP22-M.

Après la modification complète des 36 oscillateurs dont nous avons besoin et avant de les utiliser pour le plan d'expérience, nous devons nous assurer de leur qualité. Pour cela, nous avons monté des résonateurs de type BVA déjà vieillis sur plusieurs années et qui affiche un vieillissement généralement proche de  $5 \cdot 10^{-12}/\text{jour}$ . Nous avons procédé aux réglages nécessaires sur l'oscillateur et nous les avons placés dans le banc de mesure du vieillissement.

Voici les résultats que nous avons obtenus :

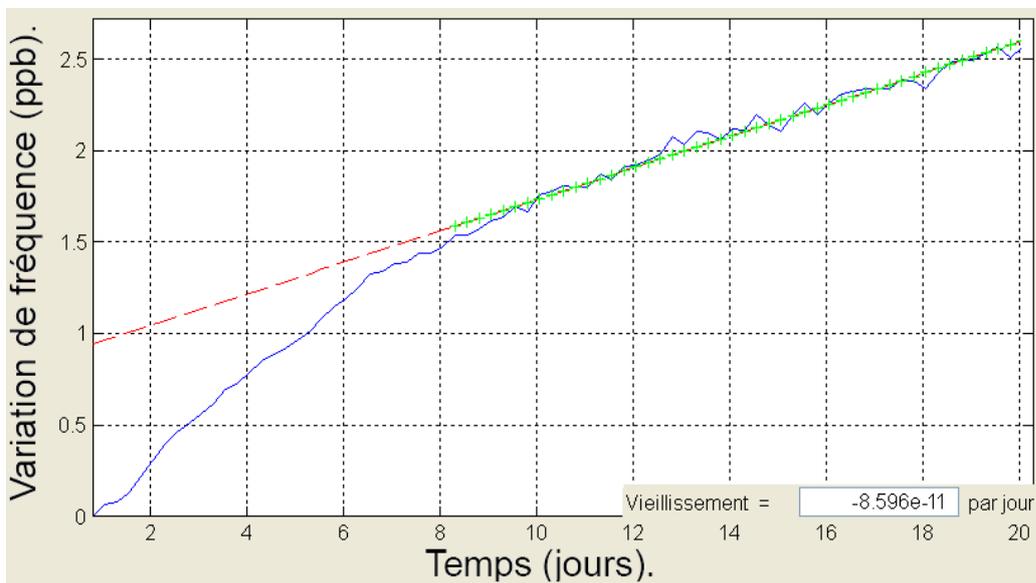


FIGURE 5.12: Mesure de vieillissement sur un OP22-M avec un résonateur BVA.

Tous les oscillateurs mannequins que nous avons modifiés présentent un vieillissement compris entre quelques  $10^{-11}/\text{jour}$  et quelques  $10^{-12}/\text{jour}$  après une dizaine de jours de

fonctionnement. Nous estimons donc que les oscillateurs mannequins sont suffisamment performants pour l'étude que nous souhaitons faire.

### 5.3.5.3 Les résonateurs.

Depuis le début, nous nous sommes intéressés aux résonateurs de coupe SC vibrant à  $10MHz$  sur le partiel 3 du mode C (correspondant au cisaillement d'épaisseur le plus lent).

Nous avons rédigé des spécifications larges pour assurer que la qualité de fabrication ne soit pas remise en cause par une tolérance en fréquence trop étroite ou des angles de coupe trop précis. Nous pouvons nous permettre cette souplesse car nous ajusterons les réglages des oscillateurs mannequins individuellement. Ainsi, le point d'inversion du lot de résonateurs est souhaité entre  $75^\circ$  et  $85^\circ$ , la résistance motionnelle entre  $80\Omega$  et  $100\Omega$  et la fréquence à  $10MHz \pm 10ppm$  à la température du point d'inversion. Nous n'avons été exigeant que sur la qualité du quartz et nous avons demandé le quartz haute qualité produit par la société GEMMA.

Pour bénéficier des meilleurs procédés de fabrication, nous avons panaché les phases entre le département temps-fréquence de FEMTO-ST et l'entreprise TEMEX. Les lames ont été découpées et rectifiées circulairement au laboratoire, le polissage et le rodage des lames sont effectués par TEMEX. TEMEX est également chargé de métalliser les lames selon la procédure employée pour les résonateurs destinés aux applications spatiales. C'est aussi l'entreprise TEMEX qui a monté les lames sur les embases. Les lames, montées sur leur embase, et les capots sont retournés à Besançon pour un dernier nettoyage et la dernière étape de dégazage et fermeture par thermo-compression à froid (fermeture cold-weld).

Cette étape est très importante pour le vieillissement des résonateurs et c'est pour cette raison que nous avons tenu à la réaliser au laboratoire puisqu'il dispose d'une machine spécifique. Cette machine est constituée d'un carrousel sur lequel on dépose les capots et les embases, la lampe à quartz placée en face de chaque pièce la chauffe pour le dégazage. Durant tout le cycle de dégazage, le système de pompage augmente progressivement le vide jusqu'à atteindre une atmosphère proche de  $10^{-8}mbar$ . Une fois le dégazage terminé, les pièces sont transférées, l'une après l'autre, à l'aide d'une pince dans la presse pour la fermeture puis replacée sur le carrousel. De cette façon, le dégazage et la fermeture sont effectués sans que le vide soit cassé. Les résonateurs sont enfermés sous  $10^{-8}mbar$  de pression.

Pour qu'un dégazage soit efficace, la température doit être élevée aux environs de  $300^\circ C$  [90]. Nous avons donc défini un cycle de pré-vieillissement spécifique pour cette étude du pré-vieillissement. Nous avons souhaité un dégazage à  $280^\circ C$  pendant 20 heures divisé en deux paliers.

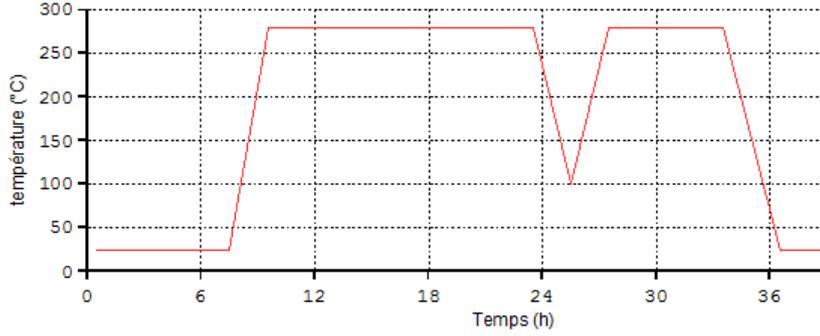


FIGURE 5.13: Cycles de pré-vieillessement.

A l'issue de la fabrication, nous avons mesuré les points d'inversion de chaque résonateur et leur résistance motionnelle. La table suivante illustre les mesures obtenues pour ces deux paramètres sur l'ensemble du lot (sur les 40, nous avons éliminé 3 résonateurs présentant des valeurs de résistance motionnelle anormalement grandes,  $126\Omega$ ,  $130\Omega$  et  $239\Omega$ ) :

	$T_{P.I.}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$R_{motionnelle}$ ( $\Omega$ )
Mini	83,2	74,8
Moyenne	86,5	77,7
Maxi	89	82

TABLE 5.7: Valeurs principales des mesures des résistances motionnelles et température du point d'inversion de la courbe fréquence-température du lot de résonateurs.

Nous avons à présent des résonateurs de très bonne qualité et dont l'homogénéité du lot est satisfaisante en vue de notre étude. Un autre point important pour l'étude réside dans les oscillateurs mannequins qui doivent permettre de lire le vieillissement du résonateur. Ils doivent avoir fonctionné suffisamment longtemps et démontré qu'avec un très bon résonateur ils atteignent d'excellente valeur de vieillissement ( $10^{-11}$ /jour à  $10^{-12}$ /jour).

### 5.3.6 Préparation des essais.

Avant l'exécution des essais que nous avons défini par la méthode des plans d'expérience, nous avons plusieurs choses à préparer.

Tout d'abord, les résonateurs doivent être montés dans les oscillateurs. Chaque oscillateur est réglé à la température du point d'inversion du résonateur qui lui est accouplé. Ce réglage est fait en une seule fois à partir de la courbe fréquence-température de chaque résonateur et d'une mesure de sensibilité thermique de l'oscillateur. Cette mesure consiste à suivre la variation de fréquence de l'oscillateur placé dans l'étuve

dont le rôle est de réaliser une montée en température, un palier puis une descente. Ce cycle thermique, présenté sur la partie inférieure de la figure 5.14, doit être centré autour de la température de fonctionnement de l'oscillateur. La deuxième partie de la figure 5.14 correspond à la variation de fréquence induite par la variation de température extérieure à l'oscillateur.

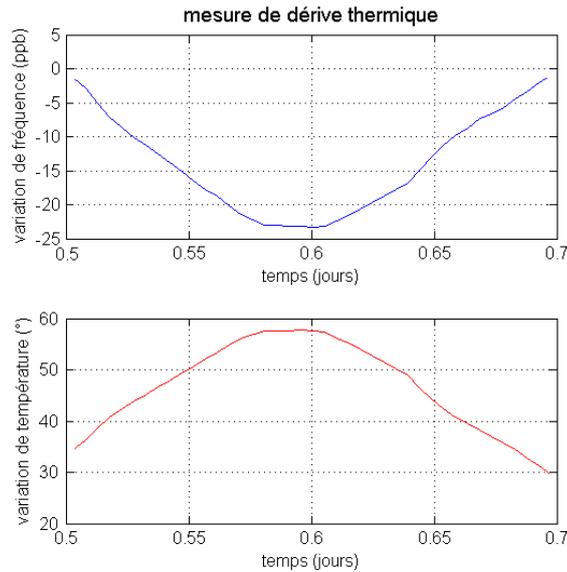


FIGURE 5.14: Mesure de dérive thermique pour caractériser le réglage de la température de régulation de l'oscillateur.

A partir de ces données, on peut calculer la sensibilité thermique de l'oscillateur, sur la figure 5.14 elle est de  $8,7 \cdot 10^{-10} / ^\circ C$ . Nous nous satisfaisons dans notre étude d'une stabilité inférieure à quelques  $10^{-10} / ^\circ C$  puisque les oscillateurs sont placés dans une étuve qui stabilise la température.

Nous supposons que cette valeur est une pente sur la courbe fréquence-température du résonateur à quartz. Cette pente nous permet de calculer l'équation de la tangente à la courbe fréquence-température, puis d'évaluer l'écart de température entre la régulation réelle de l'oscillateur et la température du point d'inversion sur la courbe fréquence-température mesurée du résonateur.

A l'aide des spécifications des composants de la boucle de régulation thermique de l'oscillateur, nous corrigeons la valeur de consigne de celle-ci. Le schéma sur la figure 5.15 résume notre méthode pour régler les oscillateurs en leur apportant un minimum d'énergie thermique.

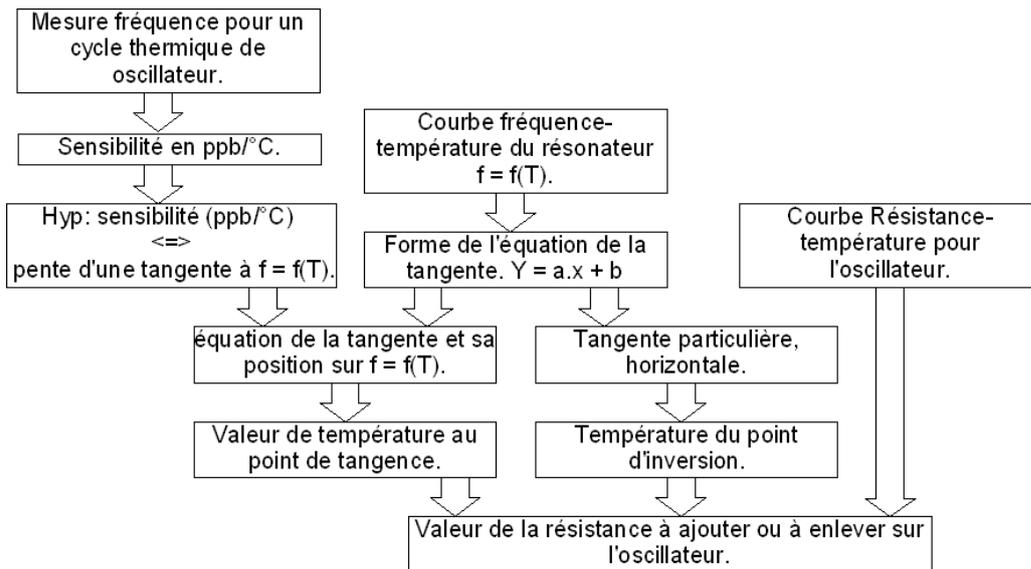


FIGURE 5.15: Procédure de calcul de la valeur des composants de l'oscillateur fixant la température de consigne de la régulation.

Une fois les résonateurs montés dans les électroniques et les oscillateurs correctement réglés, nous devons désactiver le chauffage du résonateur. Pour cela, nous déconnectons le circuit de chauffage de l'électronique de chaque oscillateur en dessoudant le transistor de chauffe pour faire simple, ils sont reconnectés juste après les essais de pré-vieillessement.

Nos oscillateurs sont enfin prêts pour les essais du plan d'expérience de l'étude du pré-vieillessement.

Certains essais sont paramétrés avec des vibrations mécaniques, nous devons concevoir un dispositif générant des vibrations mécaniques à un ou plusieurs oscillateurs en fonctionnement.

Pour générer des vibrations, nous avons choisi la solution technique la plus simple, un moteur électrique dont l'axe de sortie est équipé d'une masselotte excentrée. Les masselottes sont usinées dans l'atelier du laboratoire puis le moteur est monté directement sur la platine qui accueille les oscillateurs. Les vibrations produites sur les oscillateurs sont donc contenues dans le plan du résonateur soit l'axe  $\vec{x}$  et l'axe  $\vec{y}$  de la convention de sensibilité accélérométrique.

Nos platines sont prévues pour 4 oscillateurs, le vibreur est donc placé au centre pour générer les mêmes vibrations à chaque oscillateur. La photo de la figure 5.16 montre l'une de nos platines.

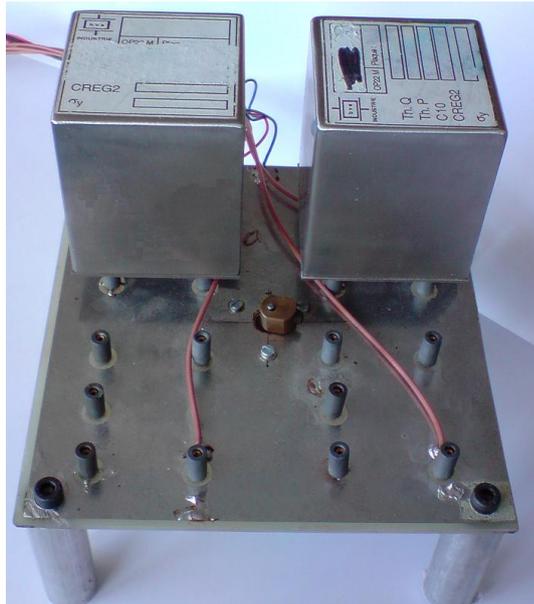


FIGURE 5.16: Platine vibrante pour 4 oscillateurs.

Comme nous le souhaitions, nous disposons de trois étuves pour une durée de 2 semaines afin de réaliser les 8 essais de notre étude.

Nous avons donc mis en place les platines dans les étuves accompagnées d'alimentations doubles pour les oscillateurs et le vibreur. Un fréquencemètre sert à vérifier qu'il n'y a pas de coupure durant l'essai, et plus particulièrement ceux avec les vibrations.

L'ensemble des moyens techniques est réuni et prêt pour la réalisation des essais du plan factoriel fractionnaire que nous avons construit dans le but d'étudier le prévieillissement.

### 5.3.7 Réalisation et suivi des essais.

Nous avons réalisé les essais du plan d'expériences selon l'organisation que nous avons défini dans la partie 5.3.4. Tous les essais durent plus de 12 heures et par conséquent ils doivent se dérouler le jour et la nuit. Pendant la journée, nous pouvons surveiller le bon fonctionnement mais la nuit est un moment de doute car le moindre dysfonctionnement sur un seul des essais aurait des conséquences dramatiques. En effet, si un essai ne se passe pas comme prévu alors les informations apportées par le plan d'expérience seront inexploitable et l'essai est à refaire. C'est le risque que nous prenons quand on utilise les plans factoriels fractionnaires.

Heureusement, les 8 essais du plan d'expériences se sont déroulés sans problème. Voici le tableau bilan de cette expérimentation :

	Caractéristiques	Oscillateur1	Oscillateur2	Oscillateur3	Date de debut – fin
Essais n°1	Etuve n°1: 128h	Mann24* TA07490020	Mann05TE TA07490038	Mann14TE TA07490019	28/08/08 16h15 – 05/09/08 8h
Essais n°2	Etuve n°2: 16h	Mann13 TA07490025	Mann21TE TA07490010	Mann07TE TA07490014	04/09/08 16h30 – 05/09/08 10h
Essais n°3	Etuve n°3: 14h30	Mann07 TA07490033	Mann08TE TA07490029	Mann06TE -TA07490008	04/09/08 16h45 – 05/09/08 9h30
Essais n°4	Etuve n°2: 27h40	Mann11 TA07490005	Mann13TE TA07490021	Mann09TE TA07490031	01/09/08 10h30 – 02/09/08 15h
Essais n°5	Etuve n°2: 44h	Mann30 TA07490037	Mann23TE TA07490034	Mann20TE TA07490026	02/09/08 15h15 – 04/09/08 10h
Essais n°6	Etuve n°2: 21h40	Mann37 TA07490016	Mann02TE TA07490039	Mann15TE TA07490035	28/08/08 17h15 – 29/08/08 16h
Essais n°7	Etuve n°1: 16h	Mann17 TA07490023	Mann11TE TA07490024	Mann01TE TA07490017	05/09/08 14h15 – 06/09/08 10h
Essais n°8	Etuve n°3: 148h	Mann42 TA07490030	Mann03TE TA07490018	Mann17TE TA07490004	28/08/08 16h30 – 04/09/08 08h

TABLE 5.8: Bilan des 8 essais du plan d'expériences.

Les 8 essais ont été effectués en une semaine ce qui nous permet de ne pas stocker les oscillateurs avant la mesure du vieillissement. Le stockage aurait pu en effet corrompre les résultats du plan d'expérience. La température de stockage influence grandement les conditions dans lesquelles un oscillateur redémarre. Si le stockage se fait à basse température le décalage de la fréquence entre l'arrêt et le redémarrage peut être grand. Voici les décalages observés après un stockage pendant 10 jours à  $-40^{\circ}\text{C}$  [91] :

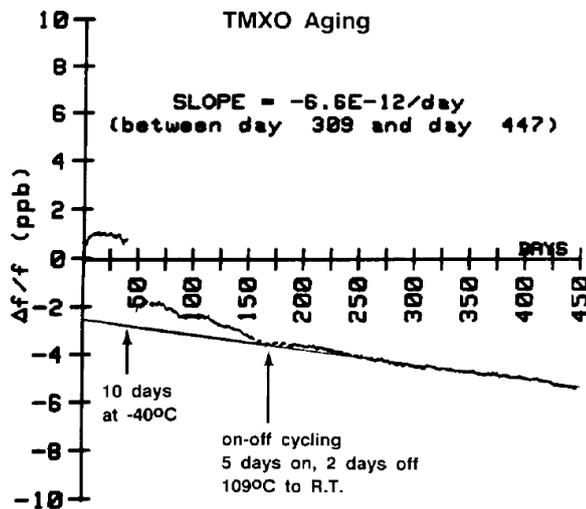


FIGURE 5.17: Exemple de vieillissement d'un résonateur à quartz avec un stockage à  $-40^{\circ}\text{C}$  pendant 10 jours [91].

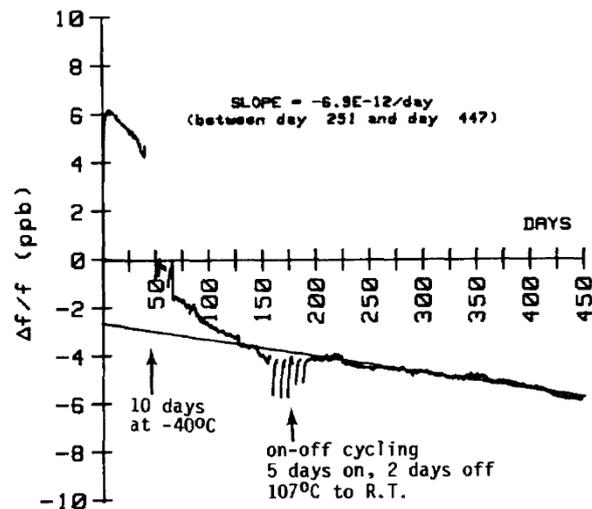


FIGURE 5.18: Exemple de vieillissement d'un résonateur à quartz avec un stockage à  $-40^{\circ}\text{C}$  pendant 10 jours [91].

Cette parenthèse sur l'effet du stockage apporte une information complémentaire au chapitre 1 sur le comportement du vieillissement des résonateurs à quartz qu'il ne faut pas négliger.

Durant l'exécution des essais, nous avons mis en place un fréquencemètre pour vérifier que les oscillateurs ne se coupent pas sous l'effet des vibrations mécaniques. Nous craignons que les vibrations mécaniques puissent provoquer des ruptures de vias des cartes électroniques ou une déconnexion des oscillateurs fichés sur la baie de pré-vieillissement, en particulier pour l'essai n°1 d'une durée de 128h avec les vibrations. La figure 5.19 présente la configuration matérielle durant l'un des 8 pré-vieillissements.

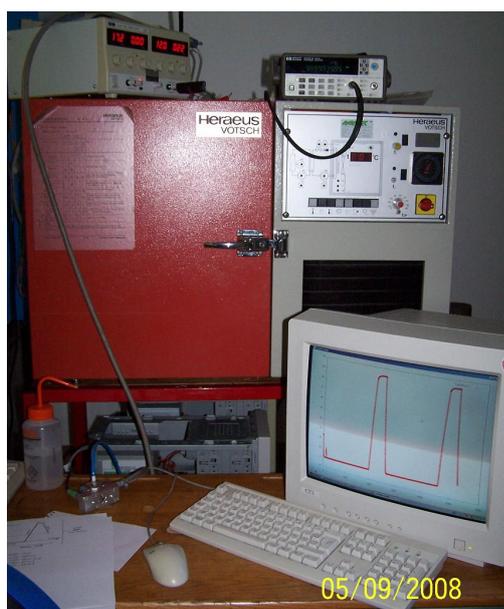


FIGURE 5.19: Réalisation de l'essai n°4.

L'une des étuves était celle du banc de mesure de vieillissement, nous avons donc pu faire l'enregistrement de la fréquence du résonateur tout au long du cycle de pré-vieillissement. En faisant cette surveillance, nous espérons observer un évènement ou une évolution du comportement qui nous permettrait de comprendre ce qu'il se passe entre le début et la fin du cycle de pré-vieillissement. Voici, le relevé que nous avons obtenu sur l'essai n°3 :

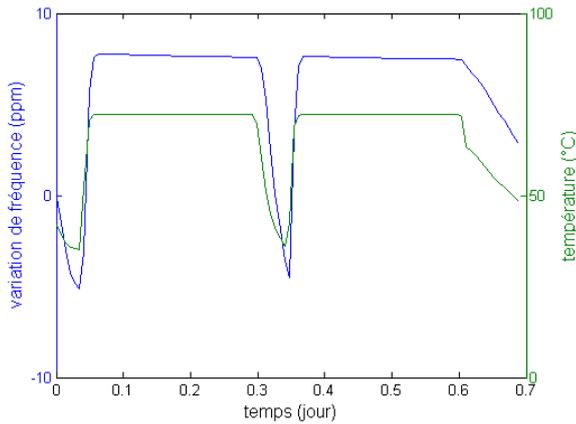


FIGURE 5.20: Suivi de la fréquence de oscillateur n°08TE pendant l'essai n°3.

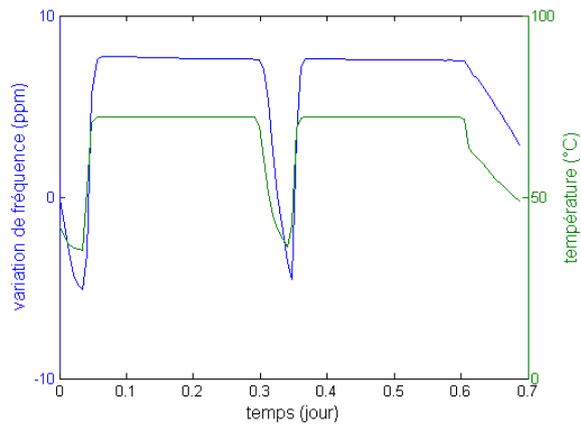


FIGURE 5.21: Suivi de la fréquence de oscillateur n°06TE pendant l'essai n°3.

On perçoit une variation lente de la fréquence pendant les paliers à  $70^{\circ}\text{C}$  alors que la température est très stable. Cette variation traduit très probablement le vieillissement initial élevé des premiers jours de vie du résonateur mais ce constat ne nous apporte aucune information nouvelle sur l'effet du pré-vieillessement. On peut cependant en déduire que la température du palier haut a un effet considérable sur l'efficacité d'un cycle, nous le vérifierons lors de l'analyse des résultats.

Le suivi que nous avons fait pendant certains essais n'apporte pas d'information concluante sur l'effet du pré-vieillessement. Pour obtenir des informations, nous devons attendre les résultats de la mesure du vieillissement.

A la fin des essais, nous avons placé immédiatement tous les oscillateurs dans le banc de mesure pour enregistrer leur fréquence pendant au moins 120 jours. A partir des courbes, nous extrairons le vieillissement initial sur les 10 premiers jours et le vieillissement nominal sur au moins 120 jours de mesure.

### 5.3.8 Analyse des résultats.

L'objectif de l'étude que nous avons défini dans la partie 5.3.4 portait sur la valeur chiffrée du vieillissement après un délai de fonctionnement. Le vieillissement représente la tangente à la courbe de la fréquence en fonction du temps après un certain délai de fonctionnement. Pour obtenir la valeur de cette pente, il existe plusieurs méthodes. On peut faire une simple régression linéaire sur la courbe de la variation de fréquence en fonction du temps avec les points correspondant au nombre de jour de fonctionnement. Voici ce que cela donne sur les 10 premiers jours :

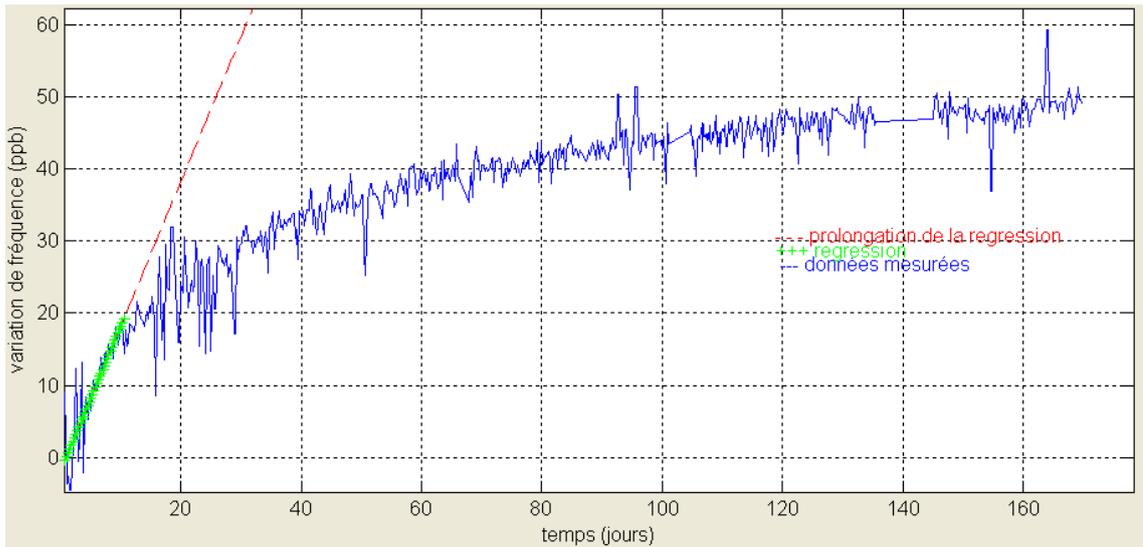


FIGURE 5.22: Régression linéaire du vieillissement d'un oscillateur à quartz sur 10 jours.

Cette régression représente plutôt bien le vieillissement initial et 10 jours de mesure semblent être satisfaisante pour une très bonne représentation. C'est la durée que nous choisissons pour évaluer le vieillissement initial dans ce plan d'expérience. Cependant avec une régression logarithmique, toujours calculée sur les 10 premiers jours, on peut approcher plus finement le vieillissement réel du résonateur. Sur le même exemple, voici ce que cela donne :

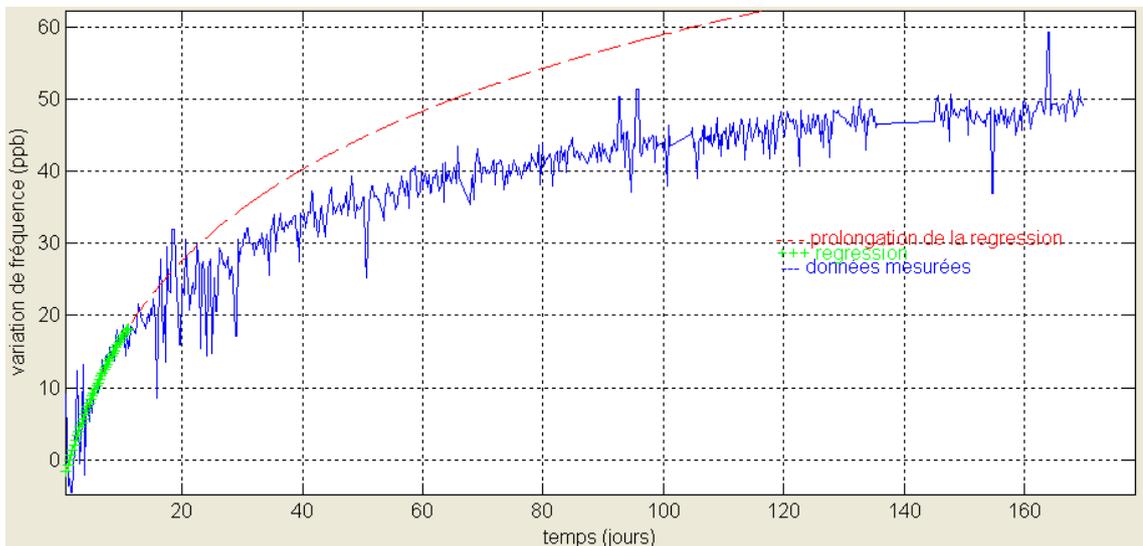


FIGURE 5.23: Régression logarithmique du vieillissement d'un oscillateur à quartz sur 10 jours.

Nous avons estimé avec cette méthode le vieillissement initial de chaque oscillateur du

plan d'expérience. A la fin du plan d'expérience et de la mesure sur 150 jours, chaque essai compte 3 oscillateurs fonctionnant correctement. Nous retenons que la valeur moyenne du vieillissement initial pour les huit essais. Avec ces valeurs, nous avons calculé les effets des différents facteurs de l'étude.

### 5.3.8.1 Résultats du plan d'expérience avec le vieillissement initial comme réponse.

La table 5.9 présente les résultats obtenus (la valeur de chaque effet est calculé à partir de la moyenne des 3 répétitions et selon la méthode décrite dans la partie 5.2.2) pour le plan d'expérience basé sur le critère du vieillissement initial évaluée par une régression logarithmique sur les 10 premiers jours.

		Après 10jrs
Facteur 1	Niv -1	1,674E-10
	Niv +1	2,251E-10
	Moyen	2,886E-11
Facteur 2	Niv -1	1,275E-10
	Niv +1	2,650E-10
	Moyen	6,871E-11
Facteur 3	Niv -1	8,326E-11
	Niv +1	3,092E-10
	Moyen	1,130E-10
Facteur 4	Niv -1	2,742E-10
	Niv +1	1,182E-10
	Moyen	7,800E-11
Facteur 5	Niv -1	2,726E-10
	Niv +1	1,198E-10
	Moyen	7,640E-11
Facteur 6	Niv -1	2,354E-10
	Niv +1	1,571E-10
	Moyen	3,918E-11
Facteur 7	Niv -1	8,046E-11
	Niv +1	3,120E-10
	Moyen	1,158E-10

TABLE 5.9: Effets (sur le vieillissement initial) calculés des facteurs du plan d'expérience sur le pré-vieillessement.

Cette table contient les valeurs des contrastes  $\ell_i$  correspondant aux facteurs étudiés. Dans un plan factoriel fractionnaire, les contrastes contiennent les effets des facteurs de l'étude mais certains d'entre eux sont aliasés avec des interactions d'ordre 2 ou supérieur. Comme le plan que nous avons construit est un plan  $2^{7-4}$ , sa résolution est dite de niveau III. La résolution III signifie que quelques facteurs sont aliasés avec des interactions d'ordre 2 et un avec l'interaction d'ordre 3. A l'exception des facteurs  $\ell_1$ ,  $\ell_2$  et  $\ell_3$ , tous les contrastes contiennent l'effet des interactions entre les facteurs 1, 2 et 3.

Ainsi, les facteurs 4, 5 et 6 sont aliasés avec les interactions d'ordre 2 de la façon suivante :

$$\begin{aligned}\ell_4 &= a_4 + a_{12} \\ \ell_5 &= a_5 + a_{31} \\ \ell_6 &= a_6 + a_{23}\end{aligned}\tag{5.9}$$

Et le facteur 7 est aliasés avec la seule interaction d'ordre 3 possible :

$$\ell_7 = a_7 + a_{123}\tag{5.10}$$

Concrètement, cela signifie que si les interactions d'ordre 2 sont négligeables alors les contrastes obtenus par le présent plan d'expérience sont égaux aux effets des facteurs que nous étudions. Dans le cas contraire, il faut compléter l'étude par des essais complémentaires pour dissocier les interactions influentes de celles non-influents. Cependant, les interactions d'ordre 2 de ce plan fractionnaire peuvent être interprétées et raisonnablement négligées.

Tout d'abord, l'effet de l'interaction entre les facteurs 1 et 2,  $a_{12}$ , contenu dans le contraste  $\ell_4$  exprime que la température du palier bas interfère avec la température du palier haut. Une telle interaction se résume à l'écart entre la température la plus faible et la plus élevée du cycle thermique. Cet écart caractérise en quelque sorte la brutalité du changement de température. Or, cette caractéristique est déjà présente dans l'étude par le facteur 3, la vitesse de chauffage et refroidissement. Il est donc évident que l'effet de l'interaction entre les températures extrêmes du cycle thermique est contenu dans l'effet du facteur 3. Nous concluons sur le fait que le contraste  $\ell_4$  est réellement proche de l'effet du facteur 4,  $a_4$ . Ensuite, dans le contraste  $\ell_5$ , l'effet  $a_{31}$  représente l'interaction entre la température du palier bas et la vitesse de chauffage et refroidissement. Il est raisonnable de penser que ces deux paramètres n'interagissent pas compte tenu de leur nature. Nous considérons que le contraste  $\ell_5$  représente fidèlement l'effet du facteur 5,  $a_5$ . Pour finir  $\ell_6$  contient l'effet de l'interaction des facteurs 2 et 3 en plus de l'effet du facteur 6. Cette interaction est de la même nature que l'interaction entre les facteurs 1 et 3. Nous pouvons alors estimer que l'alias  $\ell_6$  est égal à l'effet  $a_6$  du facteur 6. De plus, l'effet  $a_6$  a la valeur la plus faible, ce qui confirme que l'interaction entre les facteurs 3 et 2 est faible et peu probable tout comme celle entre les facteurs 3 et 1.

La construction du plan fractionnaire et plus particulièrement le choix des facteurs 1, 2 et 3 a été primordial pour que l'effet des interactions d'ordre 2 soient négligeables. En effet, si nous avons choisi la durée du palier haut comme facteur 1 et la température du palier haut comme facteur 2 alors l'interaction entre eux aurait été forte et nous n'aurions pas pu la considérer négligeable. Dans un tel cas, des essais complémentaires peuvent être définis et réalisés pour extraire l'effet du facteur aliasé.

Le facteur 7 est aliasé avec l'interaction d'ordre 3 des facteurs 1, 2 et 3 (relation 5.10). Cela veut dire que l'interaction 123 représente l'effet du facteur 1 sur l'interaction 23. Le facteur 1 est faiblement influent et les interactions d'ordre 2 sont négligeables. Or l'interaction de deux effets faibles ne peut avoir qu'un effet très faible voire négligeable. Ainsi, il a peu de chance que l'interaction 123 soit grande et vienne brouiller le contraste  $\ell_7$ . Nous pouvons conclure que ce contraste représente assez précisément l'effet du facteur 7.

La table 5.10 classe les effets des facteurs du plus influent ou moins influent.

Contraste	Effet Moyen	paramètre
Facteur 7	$1,158.10^{-10}$	vibration mécanique
Facteur 3	$1,130.10^{-10}$	vitesse de chauffage/refroidissement
Facteur 4	$7,8.10^{-11}$	répétition du cycle
Facteur 5	$7.64.10^{-11}$	durée du palier haut
Facteur 2	$6.871.10^{-11}$	température du palier haut
Facteur 6	$3.918.10^{-11}$	durée du palier bas
Facteur 1	$2.886.10^{-11}$	température du palier bas

TABLE 5.10: Classement des effets des 7 facteurs du plan fractionnaire (sur 10 jours de vieillissement).

Comme nous l'avons pressenti lors de la construction du plan fractionnaire, la valeur de l'incrément de température et la répétition du cycle font partis des paramètres les plus influents du pré-vieillissement. Ce dernier a même un effet équivalent à la durée et la température du palier haut. Mais l'effet des vibrations mécaniques reste le plus surprenant de ces résultats. Nous pensions que leurs influences ne seraient pas négligeables mais nous n'imaginions pas qu'elles aient un effet prépondérant sur le pré-vieillissement.

Les résultats contenu dans la table 5.10 sont clairs et en accord avec la théorie que nous avons présentée dans le chapitre 1. Nous notons que le rapport entre le paramètre le plus influent et le moins influent est légèrement supérieur à 4. Sans considérer que ces valeurs soient très précises et représentent qualitativement les effets de chaque facteur, nous pouvons toutefois les exploiter quantitativement.

### 5.3.8.2 Interprétation des résultats sur le vieillissement initial.

Les effets des 7 facteurs que nous étudions peuvent être regroupés en 3 groupes d'importance. Le premier groupe comprend les vibrations mécaniques et la vitesse de chauffage/refroidissement. La répétition des cycles, la durée et la température du palier haut forment le second groupe. Le troisième inclut la durée et la température du palier bas.

#### Premier groupe de facteurs : les plus influents.

D'une façon générale, le premier groupe de facteurs, ceux qui semblent avoir la plus grande influence sur la définition du pré-vieillissement, peut être assimilé au fait de bousculer l'état instable dans lequel se trouve le résonateur une fois encapsulé.

Une grande **vitesse de chauffage ou de refroidissement**, dans la limite matérielle de l'enceinte thermique, provoque des gradients thermiques dans les chemins de conduction thermique : les clips, la colle, l'or et la lame de quartz. Ces gradients se traduisent par des dilatations différentes d'une pièce à l'autre qui induisent forcément des variations des

contraintes mécaniques dans toute la structure. Ce mécanisme favorise la relaxation des contraintes mécaniques qu'imposent les clips sur le résonateur. Ce paramètre peut aussi influencer les transferts de masse en accélérant la diffusion superficielle des électrodes et la déposition des molécules polluantes sur les surfaces du résonateur.

L'importance de l'effet des **vibrations mécaniques** nous fait penser que les contraintes mécaniques sont la cause majeure du vieillissement parce que nous ne voyons pas comment elles peuvent intervenir sur les transferts de masse principalement régis par des phénomènes chimiques et activés thermiquement. Cependant, les vibrations mécaniques pourraient favoriser le déplacement des impuretés dans le quartz de la même manière qu'un tamis laisse passer les grains de sables d'une taille inférieure à la taille de sa maille. Dans le cas du résonateur, ce mode de déplacement des impuretés n'est pas aussi simple car nous avons ici la vibration du quartz à  $10MHz$  (présente pendant tous les essais et entretenue par un champ électrique) et les vibrations extérieures à  $60Hz$  (présentes uniquement sur les essais destinés à mesurer leur effet). Nous pensons que les effets combinés des deux types de vibration peuvent jouer un rôle dans le déplacement des impuretés. Mais si tel est le cas, il faudrait le vérifier en imposant des vibrations mécaniques lors du sweeping et contrôler si elles augmentent l'effet du sweeping. Les vibrations extérieures participent certainement aux mouvements des particules à la surface du résonateur mais cela n'affecte que la stabilité à court terme [92]. Nous restons sur l'idée que l'énergie apportée mécaniquement par le vibreur a fatigué les clips qui maintiennent le résonateur et cette hypothèse semble en définitive la plus crédible.

#### Deuxième groupe de facteurs.

Il s'agit de la répétition des cycles, la durée et la température du palier haut. Ces paramètres définissent l'énergie thermique apportée au résonateur pour activer les phénomènes physiques qui induisent le vieillissement.

La **répétition du cycle simple** constitue une caractéristique importante de la définition du cycle de pré-vieillessement. Elle conditionne directement la durée pendant laquelle le résonateur et sa structure sont soumis à des gradients thermiques qui fatiguent les clips. Nous soupçonnons également que ces gradients thermiques favorisent le dépôt des molécules polluantes. En effet, le fait de chauffer l'ambiance à l'intérieur du boîtier augmente l'agitation thermique des quelques molécules présente faisant croître leur probabilité d'entrer en contact avec les surfaces du résonateur ou des parois du boîtier. Puis en refroidissant l'ensemble, l'agitation thermique décroît et laisse le temps aux molécules en contact avec les différentes surfaces d'adhérer. Le chauffage qui suit améliore l'accroche des molécules déjà adhérentes. Le nombre de fois que le cycle est répété réduit la quantité de molécules volatiles dans le boîtier. Si ce phénomène se produit tel que nous le pensons alors il est en concurrence avec la fatigue des clips sous l'effet des gradients thermiques.

L'énergie thermique apportée au résonateur est directement liée à la **température du palier haut** et sa **durée**. Il est donc normal que nous retrouvions des effets importants à l'issue du plan d'expérience pour ces deux facteurs. La température est liée à l'activation du fluage des clips qui relaxe les contraintes imposées sur le résonateur.

#### Troisième groupe de facteurs : les moins influents.

Sans grande surprise, les deux facteurs les moins influents sont **la température** et

**la durée du palier bas.** Ce résultat est logique puisque les phénomènes physiques sont activés thermiquement. Le palier bas n'a évidemment pas d'effet sur l'énergie thermique apportée au résonateur, c'est pour cette raison que son effet est limité. Cependant, ces paramètres engendrent une condition initiale sur la durée du chauffage et du refroidissement. On peut donc penser qu'il y a une légère interaction de l'un de ces paramètres avec l'effet de la vitesse du chauffage ou du refroidissement.

Les résultats du plan d'expérience montrent que le pré-vieillessement joue un rôle de stabilisation sur le vieillissement initial. La stabilisation du vieillissement initial mène à une prédiction plus fiable et plus aisée du vieillissement nominal. Pour améliorer le pré-vieillessement et aussi pour réduire sa durée, certains facteurs de définition du cycle de pré-vieillessement ont un effet important sur son efficacité. Par ce plan d'expérience, nous avons établi une hiérarchie des facteurs par ordre d'influence sur le vieillissement initial. Nous avons ainsi découvert que des vibrations mécaniques améliorent grandement l'efficacité du pré-vieillessement et il en est de même pour le nombre de fois que le cycle thermique est répété. Le plan d'expérience aboutit sur la conclusion que le vieillissement initial est fortement dépendant de l'énergie thermique apporté au résonateur pendant le pré-vieillessement. Cette énergie thermique active les phénomènes physiques induisant le vieillissement. Les gradients thermiques répétés fatiguent la structure de montage, il en résulte une diminution des contraintes mécaniques imposées par les clips.

### **5.3.8.3 Résultats du plan d'expérience avec le vieillissement nominal comme réponse.**

Le plan factoriel fractionnaire que nous avons construit a comme objectif l'étude du pré-vieillessement et son effet sur le vieillissement initial. Nos choix ont été faits en partant du principe que le vieillissement initial est le résultat d'un état transitoire fini ou sur le point de s'achever. Cela dépend en fait de l'efficacité du pré-vieillessement. Le vieillissement initial concerne les premiers jours de vie du résonateur, 10 jours pour ce qui concerne notre étude. Mais nos mesures ont enregistré la fréquence des échantillons pendant 160 jours.

Par curiosité, nous avons décidé de dépouiller les résultats avec le vieillissement nominal comme valeur chiffrée du plan fractionnaire.

L'évaluation du vieillissement nominal n'est pas simple, soit nous l'estimons comme les normes le préconisent aux industriels, soit nous l'estimons au plus proche de la réalité, c'est-à-dire, sur les derniers des 150 jours de mesure.

### **5.3.8.4 Interprétation des résultats sur le vieillissement nominal.**

Nous avons essayé plusieurs interpolations en variant le nombre de jours de l'intervalle pris en compte pour le calcul et les fonctions d'interpolation. Au final, il s'avère que l'interpolation avec la fonction décrite dans les normes et sur les 50 derniers jours (du 100<sup>ème</sup> jour au 150<sup>ème</sup>) reflète le plus la réalité du vieillissement nominal.

Ce calcul a donc été mené pour l'ensemble des mesures. Nous constatons tout d'abord que le vieillissement nominal moyen observé est de  $3,1 \cdot 10^{-11}$ /jour. Ensuite, les effets de

chacun des facteurs est calculé avec la même méthode que précédemment et voici les résultats obtenus :

		Après 150 jrs
Facteur 1	Niv -1	3,372E-11
	Niv +1	2,841E-11
	Moyen	2,654E-12
Facteur 2	Niv -1	3,065E-11
	Niv +1	3,148E-11
	Moyen	4,150E-13
Facteur 3	Niv -1	2,831E-11
	Niv +1	3,382E-11
	Moyen	2,756E-12
Facteur 4	Niv -1	2,894E-11
	Niv +1	3,319E-11
	Moyen	2,128E-12
Facteur 5	Niv -1	2,772E-11
	Niv +1	3,442E-11
	Moyen	3,352E-12
Facteur 6	Niv -1	2,718E-11
	Niv +1	3,495E-11
	Moyen	3,888E-12
Facteur 7	Niv -1	2,552E-11
	Niv +1	3,662E-11
	Moyen	5,550E-12

TABLE 5.11: Effets (sur le vieillissement long terme) calculés des facteurs du plan d'expérience sur le pré-vieillessement.

A partir de cette table, nous avons classé les effets du plus au moins influent.

Contraste	Effet Moyen	paramètre
Facteur 7	$5,55 \cdot 10^{-12}$	vibration mécanique
Facteur 6	$3,89 \cdot 10^{-12}$	durée du palier bas
Facteur 5	$3,35 \cdot 10^{-12}$	durée du palier haut
Facteur 3	$2,76 \cdot 10^{-12}$	vitesse de chauffage/refroidissement
Facteur 1	$2,65 \cdot 10^{-12}$	température du palier bas
Facteur 4	$2,13 \cdot 10^{-12}$	répétition du cycle
Facteur 2	$4,15 \cdot 10^{-13}$	température du palier haut

TABLE 5.12: Classement des effets des 7 facteurs du plan fractionnaire (150 jours de vieillissement).

Cette table met en évidence que les facteurs ont des effets quasiment identiques à l'exception de deux : les vibrations mécaniques et la température du palier haut. En effet, l'effet de la température du palier haut est étonnamment faible au regard des valeurs des effets des autres facteurs. Néanmoins, compte tenu des écarts entre les valeurs de la table

5.12, il est bien difficile d'en tirer des conclusions autres que le cycle de pré-vieillissement a peu d'influence sur le vieillissement nominal.

Finalement, ces résultats tendent à montrer que le pré-vieillissement a peu d'influence sur le vieillissement nominal des résonateurs. Ceci est en accord avec l'idée que nous avons avancé dans le chapitre 1 selon laquelle le vieillissement nominal est le reflet de la qualité de fabrication.

## 5.4 Conclusion.

La méthode des plans factoriels, et plus particulièrement les plans factoriels fractionnaires, nous a permis d'établir un ensemble d'essais cohérents avec l'objectif défini initialement. Ces essais avaient pour but de mettre en évidence l'influence des paramètres d'un cycle de pré-vieillessement sur le vieillissement initial. La hiérarchie entre les effets de ces paramètres était attendue comme des informations précieuses pour comprendre la nature et l'importance des phénomènes physiques provoquant le vieillissement initial. Ces phénomènes physiques sont la relaxation des contraintes mécaniques induites par la structure de montage et les transferts de masses.

A l'issue de l'étude expérimentale, les résultats obtenus et traités nous permettent d'atteindre les effets sur le vieillissement initial de chacun des paramètres pris en compte dans l'étude. Les valeurs des effets différant nettement d'un paramètre à l'autre nous autorisent à les ranger en trois groupes. Voici les valeurs moyennes de ces trois groupes :

Groupe	Effet Moyen	Ecart type	paramètres
1	$1,144.10^{-10}$	$1,98.10^{-12}$	vibration mécanique, vitesse de chauffage/refroidissement.
2	$7.437.10^{-11}$	$4,96.10^{-12}$	répétition du cycle, température et durée du palier haut.
3	$3,402.10^{-11}$	$7,29.10^{-12}$	température et durée du palier bas

TABLE 5.13: Groupe de valeurs des effets des paramètres du pré-vieillessement sur le vieillissement initial (10 jours de vieillissement).

Chacun des trois groupes est majoritairement lié à un des deux phénomènes physiques du vieillissement.

Ainsi le premier groupe constitué des paramètres les plus influents est directement lié à la fatigue des clips. Les vibrations mécaniques faisant subir à chaque clip des efforts oscillants comme dans un essai mécanique de fatigue. La vitesse de chauffage et de refroidissement introduit des gradients thermiques importants dans les chemins de conduction thermique induisant des différences entre les dilatations de chaque pièce de la structure de montage. Ceci participe à la relaxation des contraintes mécaniques sur la lame de quartz.

Le second groupe, moins influent d'environ 35% que le premier, contient les paramètres directement liés à l'apport énergétique thermique. Ce sont donc des paramètres favorisant les transferts de masses et dans une moindre mesure, la relaxation des contraintes mécaniques.

Le troisième et dernier groupe est plus de 3 fois moins influent que le premier et 2 fois moins que le second. Étant lié aux paramètres définissant le palier bas du cycle thermique de pré-vieillessement, ce groupe ne peut évidemment influencer que faiblement les transferts de masses ou l'évolution des contraintes dans la lame de quartz. Il ne s'agit cependant pas de paramètres à négliger car ils ont un lien avec l'écart entre la température basse et haute qui influence la vitesse de chauffage dans sa durée.

Finalement, cette étude expérimentale du pré-vieillessement tend à démontrer que le vieillissement initial, lorsqu'il est fort, est l'image de l'effet de la relaxation des contraintes sur la fréquence de résonance. L'évolution des transferts de masse a un comportement quasi-linéaire en fonction du temps. Par contre, il a une forte dépendance à l'énergie thermique comme nous l'avons dit au chapitre 3. D'ailleurs, c'est la raison pour laquelle nous pensons que le vieillissement des résonateurs à quartz tend vers une allure linéaire à long terme. Le vieillissement reflète l'évolution des contraintes mécaniques superposée à celle des transferts de masse. Dans les premiers jours, la relaxation des contraintes se produit et finit par avoir un comportement quasi-linéaire. Pendant ce temps, les transferts de masse se produisent régulièrement sous l'effet de l'énergie thermique apportée par l'oscillateur qui maintient le résonateur à la température correspondant au point d'inversion de la courbe fréquence-température. A long terme, le vieillissement est le résultat de deux variations quasi-linéaires de fréquence, celle induite par la relaxation des contraintes et celle induite par l'évolution des transferts de masse.

Cette technique des plans d'expériences permet d'isoler les effets de chaque facteur, autorisant ainsi d'interpréter des phénomènes physiques compliqués. Mais un plan d'expériences factoriel fractionnaire est surtout une méthode pour optimiser une conception ou des procédés de fabrication [82]. Dans le cas du pré-vieillessement, les résultats obtenus dans la table 5.10 nous permettent d'esquisser un cycle optimisé. Ce cycle de pré-vieillessement optimal vise à réduire au maximum le vieillissement initial pour que la prédiction du vieillissement soit mieux maîtrisée.

Les facteurs 3 et 7 (vibrations mécaniques et vitesse de chauffage/refroidissement), les plus influents, sont ajustés au niveau +1, il en est de même avec les facteurs 2, 4 et 5. Les niveaux des facteurs du troisième groupe sont quant à eux fixés au niveau optimisant la durée du cycle de pré-vieillessement parce que leur effet est faible.

Le cycle optimal est donc le suivant :

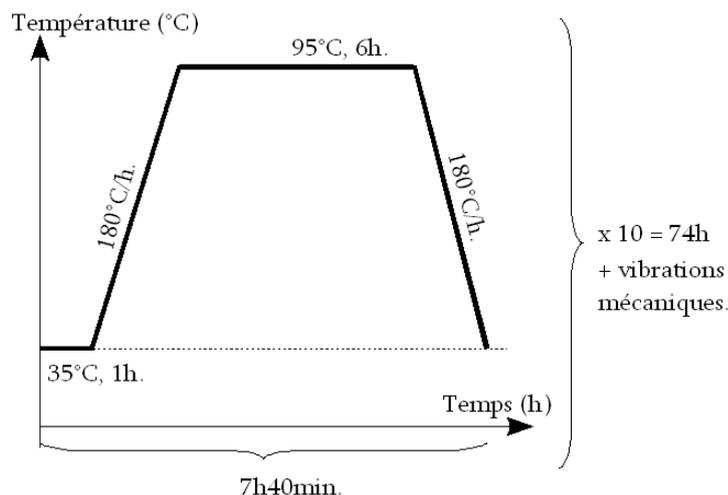


FIGURE 5.24: Illustration du cycle optimal obtenu avec le plan d'expérience.

Ce cycle immobilise les résonateurs pour une durée de 3 jours mais elle peut raisonnablement être réduite en augmentant la valeur de la vitesse de chauffage et la durée

du palier haut. Si la durée de ce palier est réduite à 4 heures alors la durée totale du pré-vieillissement est réduite d'un jour.

Je pense que le cycle optimal défini à partir de cette expérimentation peut être encore amélioré en travaillant sur les vibrations mécaniques. Le dispositif générant les vibrations mis en place lors de notre plan d'expériences avait pour but, dans un premier temps, d'évaluer leur pertinence et, dans un second, leur efficacité. Le choix de la fréquence, de l'amplitude et la direction de ces vibrations mécaniques sont basés sur une solution technique simple à mettre en œuvre, leur valeur est donc arbitraire. Celles-ci peuvent alors faire l'objet d'un autre plan d'expériences où la fréquence pourrait varier aléatoirement, ou bien prendre plusieurs valeurs. L'amplitude serait aussi un facteur tout comme position de la source des vibrations mécaniques.



# Conclusion générale.

Ce mémoire intitulé "comment améliorer la dérive en fréquence des résonateurs à quartz pour applications spatiales?" présente les travaux que nous avons menés pour améliorer la compréhension et donc la maîtrise du phénomène de vieillissement. Nous avons observé cette dérive fréquentielle des oscillateurs au cours du temps et la difficulté à la prédire. Puis le travail de recherche a été orienté selon deux axes d'étude touchant de près aux phénomènes physiques qui induisent le vieillissement. Le premier s'articule autour des contraintes mécaniques dans la lame de quartz. Le second se concentre sur l'étape dite de pré-vieillessement des résonateurs, sur lequel nous n'avons travaillé que de manière expérimentale en construisant un plan d'expériences.

Les trois premiers chapitres montrent que le vieillissement est indubitablement le résultat de l'effet de l'évolution de plusieurs phénomènes physiques et leurs influences sur la fréquence de résonance du résonateur. Ces phénomènes agissent aussi bien sur des modes de vibration d'ondes de volume que d'ondes de surface. Dans ce travail de recherche, nous avons limité le champ d'investigation aux résonateurs à ondes de volume et plus particulièrement à ceux fonctionnant en cisaillement d'épaisseur du fait leur grande stabilité historiquement reconnue.

Dans le boîtier contenant le résonateur, les phénomènes physiques déstabilisant la fréquence de vibration à long terme sont majoritairement de deux types : la variation de contraintes mécaniques et les transferts de masse. Nous pensons raisonnablement que les contraintes mécaniques affectent le volume complet de la lame de quartz alors que les transferts de masses se produisant uniquement aux différentes interfaces ne perturbent que les surfaces du résonateur. Les transferts de masses peuvent donc être qualifiés de phénomènes de surfaces et l'évolution des contraintes mécaniques de phénomène de volume. Dans un résonateur à ondes de volume, ces deux types de perturbation sont en concurrence auxquels s'ajoute parfois une fuite du boîtier résultant d'un défaut de fabrication.

Ces premiers chapitres illustrent aussi le fait que l'évolution de la fréquence de résonance au cours du temps se produit en deux phases. Ces deux phases (vieillessement initial et vieillissement nominal) sont influencées différemment par les transferts de masse et la relaxation des contraintes mécaniques. La prédiction, généralement calculée sur 30 jours de mesures, doit être l'image du vieillissement nominal. Nous avons travaillé pour connaître l'origine du vieillissement initial et pour le réduire le plus possible afin que la prédiction soit la plus réaliste possible.

C'est tout naturellement que le quatrième chapitre présente l'étude des effets des contraintes mécaniques sur la perturbation du mode de vibration des résonateurs étudiés.

Les forces mécaniques, dont les origines sont nombreuses, engendrent un état de contrainte dans la lame de quartz qui va évoluer, plus ou moins lentement au cours du temps, produisant une variation de la fréquence de résonance. Ces forces sont principalement celles imposées par la structure qui maintient mécaniquement la lame de quartz dans le boîtier. Le travail de modélisation réalisé en parallèle des mesures expérimentales de l'effet force-fréquence a démontré que la forme de la lame de quartz joue un rôle non négligeable pour filtrer les forces provenant de la structure de maintien. Ce travail a abouti sur une forme de lame permettant de diminuer l'effet force-fréquence de 85%. Malheureusement les premiers prototypes que nous avons fabriqués ne présentent pas les propriétés électriques suffisantes pour qu'ils soient montés dans des oscillateurs afin de compléter les mesures avec l'évaluation de la sensibilité accélérométrique et de vieillissement. La réduction de l'effet force-fréquence est accompagnée d'une baisse du vieillissement et aussi de la sensibilité accélérométrique. Faute de temps, nous n'avons pas pu fabriquer un nouveau lot de prototypes avec des procédés de fabrication finement définis pour améliorer les paramètres électriques du résonateur. Nous espérons que ce travail pourra être fait soit par TEMEX soit par le laboratoire pour vérifier cette amélioration du vieillissement.

Le cinquième et dernier chapitre présente le deuxième axe d'étude dont l'objectif était d'affiner la connaissance du vieillissement par l'étude du pré-vieillissement à travers plusieurs paramètres. Cette étude expérimentale met en évidence l'influence de 7 paramètres de la définition du pré-vieillissement dont chacun d'eux est lié principalement à un des phénomènes physiques. Les résultats démontrent l'importance des contraintes mécaniques sur le vieillissement des résonateurs à quartz. Les conclusions de cette étude présentent les contraintes mécaniques comme le phénomène le plus influent sur le vieillissement initial. Le vieillissement nominal, quant à lui, semble plutôt être lié aux procédés de fabrication et au choix de conception comme le matériau et les dimensions des clips de la structure de maintien.

Avec ces résultats, nous avons affiné la connaissance du vieillissement des résonateurs à quartz à ondes de volume. Nos travaux démontrent que le vieillissement initial provient de la relaxation des contraintes mécaniques. Nous pensons qu'il en est de même pour le vieillissement nominal et le résonateur BVA semble confirmer cette hypothèse. En effet, ce résonateur exclut tout transfert de masse des métallisations vers la partie active du résonateur et sa conception présente une suspension mécanique très étudiée autorisant une filtration des contraintes mécaniques avec le montage d'une bague extérieure sur laquelle prennent appui les ressorts en lien avec le résonateur. Le vieillissement d'un résonateur BVA est très inférieur à celui d'un résonateur standard. Or, l'allure de cette variation de fréquence en fonction du temps est identique à celle que présente un résonateur standard, seule l'amplitude change. Si les transferts de masses étaient une des origines principales du vieillissement alors le résonateur BVA, qui s'affranchit des principaux transferts de masses, présenterait une allure caractéristique bien différente de celle d'un résonateur standard. De plus, l'amélioration du vieillissement affichée par un résonateur BVA s'accompagne d'une amélioration de la sensibilité accélérométrique, ce qui atteste que le progrès entre ce type de résonateur et le résonateur standard se situe au niveau des contraintes mécaniques induites par la suspension.

Nous pouvons conclure que le vieillissement nominal d'un résonateur standard à ondes de volume est le résultat de l'évolution des contraintes mécaniques introduites par le maintien mécanique de celui-ci. Les transferts de masses induisent toujours une partie du vieillissement mais à une échelle bien plus petite que les contraintes mécaniques. Tant que la suspension mécanique de la lame sera réalisée de façon aussi rudimentaire que des clips collés, plus ou moins finement, sur le résonateur, nous pensons que le vieillissement ne pourra pas être inférieur à quelques  $10^{-12}/\text{jour}$  après 90 jours de fonctionnement. Le résonateur BVA est la plus belle illustration de ce fait. Sa suspension plus réfléchie avec des usinages ultrasonores dans la partie dormante du résonateur et le montage avec des ressorts non-collés ont apporté une amélioration d'un facteur 10 sur le vieillissement.

Le vieillissement peut très certainement être modélisé par une équation qui tiendrait compte des lois mécaniques (principalement le fluage), des propriétés du matériau des clips, de ces dimensions. Ce modèle devrait également intégrer l'historique thermique et mécanique (vibrations et chocs) du résonateur pour espérer être proche en terme de prédiction du vieillissement. La notion du temps et toutes les perturbations qui peuvent survenir font que ce modèle devrait être perpétuellement ajusté en fonction des événements. Il faudrait suivre les évolutions thermique et mécanique au plus proche de la structure de maintien de la lame et ce durant toute la vie du résonateur en bouclant ces informations sur le modèle afin d'ajuster la prédiction et rester le plus juste. De plus, ce modèle serait valable uniquement pour un résonateur parfaitement monté et fabriqué avec les meilleurs procédés de fabrication existants.

En revanche, les phénomènes physiques provoquant la variation de fréquence qui caractérise le vieillissement du résonateur ont tous des comportements logarithmiques comme nous le disions dans le chapitre 3. Le vieillissement peut donc bien être modélisé sous la forme d'une somme de modèle logarithmique propre à chaque phénomène physique. En effet, nous supposons qu'il y avait simplement deux phénomènes physiques, un positif  $A(t) = \Delta f/f(t) = 5 \log(t + 1)$  et un négatif  $B(t) = \Delta f/f(t) = -20 \log(0.02t + 1)$ . Le vieillissement du résonateur s'écrivait :

$$\Delta f/f(t) = c_1 \cdot A(t) + (1 - c_1) \cdot B(t) \quad (5.11)$$

Ceci permettait de décrire tous les comportements du vieillissement rencontrés en faisant varier le coefficient de pondération  $c_1$ .

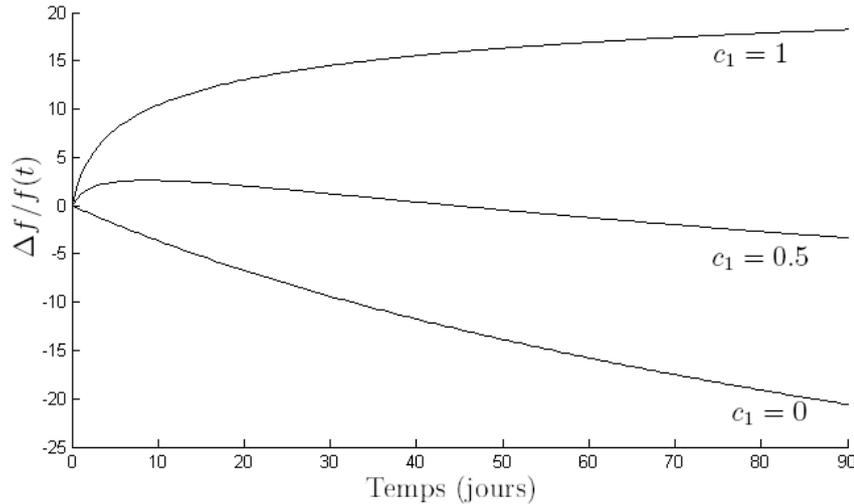


FIGURE 5.25: Allure des différents vieillissements calculés.

Cependant, l'identification des phénomènes physiques provoquant la variation de fréquence positive et négative s'avère délicate car la probabilité est grande que les deux phénomènes physiques cités soient positifs. Le comportement négatif serait alors provoqué par un troisième phénomène comme une variation de pression à l'intérieur du boîtier. Pour que ce phénomène se produise régulièrement dans le temps, il ne peut s'agir que d'une faible fuite, suffisamment faible pour faire varier la fréquence de résonance mais pas les paramètres motionnels. Cette fuite pourrait être de l'ordre de quelques  $10^{-9}$  mbar/jour.

La rareté des comportements négatifs sur un même lot de résonateurs est en accord avec le fait qu'il soit provoqué par une étanchéité dégradée du boîtier. L'irréversibilité de la fuite explique bien le fait que l'allure du vieillissement peut s'inverser de positif à négatif mais jamais de négatif à positif. En revanche, si une fuite justifie le comportement négatif alors le comportement positif est produit à la fois par la relaxation de l'état de contraintes mécaniques et par les transferts de masse.

Le vieillissement peut être modélisé par la relation :

$$\Delta f/f(t) = \underbrace{A_1 \cdot \log(b_1 t + 1)}_{\text{relaxation des contraintes}} + \underbrace{A_2 \cdot \log(b_2 t + 1)}_{\text{transfert de masse}} + \underbrace{A_3 \cdot \log(b_3 t + 1)}_{\text{fuite du boîtier}} \quad (5.12)$$

Les coefficients  $b_1$ ,  $b_2$  et  $b_3$  sont les constantes de temps de chaque phénomène. Et les coefficients  $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$  représentent l'amplitude de chaque phénomène.

Nous avons vu que les contraintes mécaniques produisent un fort vieillissement initial principalement dû au fluage. La constante de temps  $b_1$  de la relaxation des contraintes est donc plus élevée que celle des deux autres phénomènes. Les transferts de masse se produisent plutôt lentement et régulièrement, ce qui se traduit par une constante de temps  $b_2$  bien inférieure à  $b_1$ . Nous supposons qu'une fuite a aussi une constante de temps faible car elle n'influence pas la résistance motionnelle (pas suffisamment pour pouvoir mesurer une variation de sa valeur). Une fuite importante rend le résonateur rapidement inexploitable dans un circuit d'oscillateur.

A partir de la relation 5.12, nous avons simulé le cas du vieillissement d'un résonateur dont le boîtier est sans fuite (figure 5.26) puis avec une faible fuite (figure 5.27). Nous

avons simulé l'effet du pré-vieillissement sur la relaxation des contraintes mécaniques que nous avons observé lors du plan d'expériences.

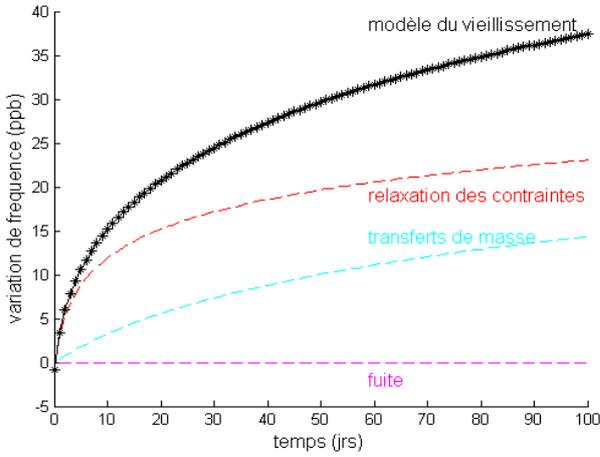


FIGURE 5.26: Vieillissement simulé à partir de la relation 5.12 : aucune fuite et aucun pré-vieillissement.

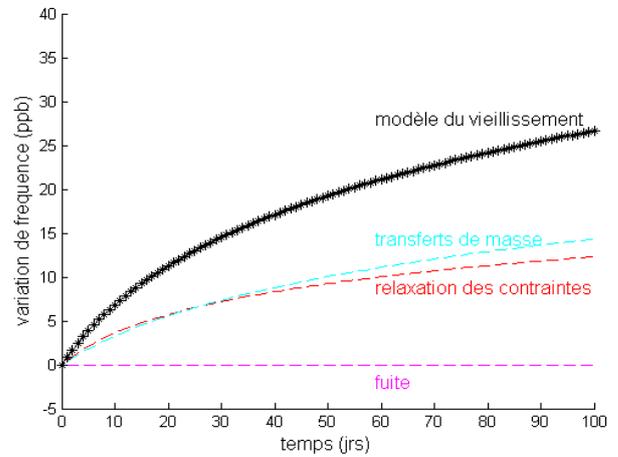


FIGURE 5.27: Vieillissement simulé à partir de la relation 5.12 : aucune fuite et pré-vieillissement.

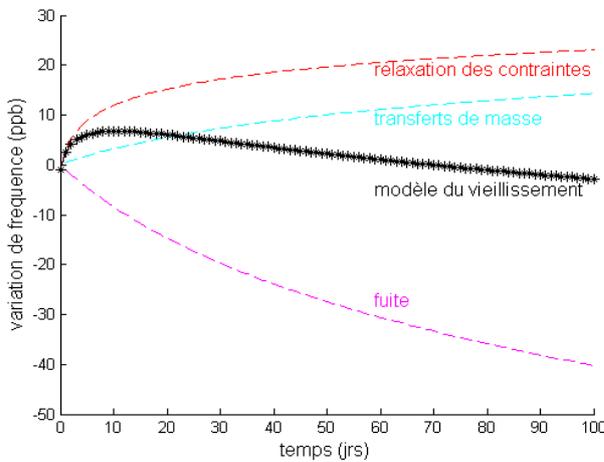


FIGURE 5.28: Vieillissement simulé à partir de la relation 5.12 : faible fuite et aucun pré-vieillissement.

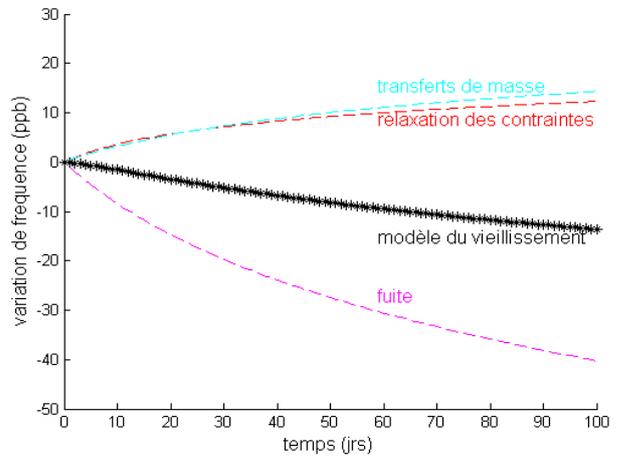


FIGURE 5.29: Vieillissement simulé à partir de la relation 5.12 : faible fuite et pré-vieillissement.

Sur ces courbes, nous avons choisi des valeurs pour  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$ ,  $b_1$ ,  $b_2$  et  $b_3$  sur la base des différentes observations faites au cours de notre travail de recherche. Voici ces valeurs pour les courbes sans pré-vieillissement.

	$A_1$	$b_1$	$A_2$	$b_2$	$A_3$	$b_3$
Sans fuite (fig 5.26)	5	1,2	8	0,05	0	0,04
Faible fuite (fig 5.28)	5	1,2	8	0,05	-25	0,04

TABLE 5.14: Valeurs des coefficients pour le tracé des courbes 5.26, 5.28.

Nous avons simulé le pré-vieillissement sur les figures 5.27 et 5.29 en décalant de quelques jours la courbe de la relaxation des contraintes. Ce décalage est ici de 10 jours que nous avons choisi pour réduire le vieillissement initial de façon similaire aux observations du plan d'expériences.

Pour obtenir une modélisation du vieillissement, il faudrait que chaque coefficient de la relation 5.12 soit évalué à partir des trois phénomènes réels mais la réussite d'un tel travail tient au fait de les découpler.

L'amélioration de la prédiction du vieillissement des résonateurs que nous avons étudié passe soit par l'établissement du modèle que nous venons de décrire (ce qui impose un travail de mise au point et un asservissement supplémentaire au niveau de l'électronique), soit plus modestement par la mesure pendant 60 jours pour calculer l'interpolation servant à la prédiction qui sera bien plus fidèle que les 30 jours préconisés par les normes et imposés aux industriels.

L'amélioration du vieillissement nominal passe obligatoirement par une amélioration continue des moyens de fabrication et surtout par une étude de la structure de montage. Ce soin apporté à la conception du maintien mécanique du résonateur dans son boîtier se traduira directement sur le vieillissement mais également sur la sensibilité accélérométrique. Voilà, pourquoi il est important de continuer le travail que nous avons commencé sur la nouvelle géométrie de lame d'autant plus qu'elle permet de ne pas augmenter le volume du résonateur.

# Bibliographie

- [1] C. Kittel. *Introduction à la physique de l'état solide*. Dunod Paris.
- [2] W. H. Bragg. *Proc. of the Royal Society* 89, page 575, 1914.
- [3] R. E. Gibbs W. H. Bragg. *Proc. of the Royal Society* 109, page 405, 1926.
- [4] D. Royer E. Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides*, chapter Tome 1. Edition Masson, 1996.
- [5] H. F. Tiersten et R. C. Smythe. An analysis of the overtone modes in contoured crystal resonators. *Proc. 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 44–47, 1977.
- [6] E. P. EerNisse. Quartz resonator frequency shifts arising from electrode stress. *Proc. 29th Annual Frequency Control Symposium*, pages 1–4, 1975.
- [7] E. P. EerNisse. Calculations on the stress compensated (sc-cut) quartz resonators. *Proc. 30th Annual Frequency Control Symposium*, pages 8–11, 1976.
- [8] J. M. Ratajski. Force-frequency coefficient of singly-rotated vibrating quartz crystals. *IBM J. Res. Dev.*, pages 92–99, January 1968.
- [9] J. A. Kosinski et R. A. Pastore. Theory and design of piezoelectric resonators immune to acceleration : present state of the art. *IEEE Trans UFFC*, vol. 2, pages 1426–1437, septembre 2001.
- [10] Y. S. Wang et Y. Markenssoff P. C. Y. Lee. Elastic waves and vibrations in deformed crystal plates. *Proc. 27th Annual Frequency Control Symposium*, pages 1–6, 1973.
- [11] J. Besson et J. J. Gagnepain M. Valdois. Influence of environment conditions on a quartz resonator. *Proc. 28th Annual Frequency Control Symposium*, pages 19–32, 1974.
- [12] L. Nissim et J. J. Gagnepain D. Janiaud. Analytical calculation of initial stress effects on anisotropic crystals application to quartz resonators. *Proc. 32nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 169–179, 1978.
- [13] F. L. Nissim. *Contribution à l'étude des propriétés des résonateurs à quartz de coupe à double rotation*. PhD thesis, Besançon, 1978.
- [14] R. Besson et al. Design of bulk wave quartz resonator insensitive to acceleration. *Proc. 33rd Annual Frequency Control Symposium*, page 337, 1979.
- [15] J. M. Przyjemski. Improvement in system performance using crystal oscillator compensated for acceleration sensitivity. *Proc. 32nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 426–431, 1978.

- [16] R. L. Filler. The effect of vibration on frequency standards and clocks. *Proc. 35th Annual Frequency Control Symposium*, pages 31–39, 1981.
- [17] J. S. Shoaf at A. S. Risley D. Halford. Spectral density analysis : frequency domain specification and measurement of signal stability. *Proc. 27th Annual Frequency Control Symposium*, pages 421–431, 1973.
- [18] J.-J. Boy et F. Deyzac R. J. Besson. Acceleration sensitivity of bva resonators. *Proc. of 50th Annual Frequency Control Symposium*, pages 457–463, 1996.
- [19] Mil-o-55310, military specification, oscillators, crystal, general specification for, . *the latest revision is available from military specifications and standard, 700 Robbins Ave., Bldg. 4D, Philadelphia, PA 19111-5094*, 1991.
- [20] CCIR recommendation No.686. Ccir 17th plenary assembly, vol vii, 'standard frequency and time signals (study group 7). *Consultative committee on international radio (CCIR)*, 1990.
- [21] J. R. Vig et T. R. Meeker. The aging of bulk acoustic wave resonators filters and oscillators. *Proc. 45th Annual Frequency Control Symposium*, pages 77–101, 1991.
- [22] P. E. Mulvihill. Aging characteristics of quartz crystal units. *Proc. 13th Annual Frequency Control Symposium*, pages 109–122, 1959.
- [23] D. B. Fraser et C. D. Stockbridge A. W. Warner. Fundamental studies of aging in quartz resonators. *IEEE transactions on sonics and ultrasonics, Vol. SU-12, No. 2*, pages 52–59, june 1965.
- [24] et J. L. Hokanson J. H. Armstrong, P. R. Bloomster. Aging characteristics of quartz crystal resonators. *Proc. 20th Annual Frequency Control Symposium*, pages 192–206, 1966.
- [25] E. Hafner et R. S. Blewer. Quartz crystal aging. *Proc. 22nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 136–154, 1968.
- [26] D. E. Pierce et al. Outgassing of quartz. *Proc. 48th Annual Frequency Control Symposium*, pages 107–114, 1994.
- [27] J. R. Vig. contamination control methods - a review of recent progress. *Proc. 44th Annual Frequency Control Symposium*, pages 201–206, 1990.
- [28] V. J. Rosati et J. R. Vig R. L. Filler, J. A. Kosinski. Aging studies on quartz crystal resonators and oscillators. *Proc. 38th Annual Frequency Control Symposium*, pages 225–231, 1984.
- [29] V. B. Grouzinenko et A. S. Rodichev P. I. Aseev. Influence of surface catalytic reactions on crystal unit aging. *Proc. 45th Annual Frequency Control Symposium*, pages 102–105, 1991.
- [30] R. B. Belser et W. H. Hicklin. Comparison of aging performance of 5mhz resonators plated with various electrode metals. *Proc. 23rd Annual Frequency Control Symposium*, pages 132–142, 1969.
- [31] G. L. Dybwad. Aging analysis of quartz crystal units with ti, pd, au electrodes. *Proc. 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 144–146, 1977.

- [32] L. D. Vittorini et B. Robinson. Manufacturing optimization for improved at crystal aging : preliminary results. *Proc. 50th Annual Frequency Control Symposium*, pages 323–328, 1996.
- [33] B. Robinson et L. D. Vittorini. Manufacturing optimization for improved at crystal aging. *Proc. 52nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 132–139, 1998.
- [34] A. Adams D.L. Hammond and A. Benjaminson. Hysteresis effects in quartz resonators. *Proc. 22nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 55–66, 1968.
- [35] R.L. Filler. Measurement and analysis of thermal hysteresis in resonators and tcxo's. *Proc. 42nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 380–388, 1988.
- [36] R.L. Filler. Thermal hysteresis in quartz crystal resonators and oscillators. *Proc. 44th Annual Frequency Control Symposium*, pages 176–184, 1990.
- [37] J. Beaussier. Hysteresis thermique dans les resonateurs et les oscillateurs a quartz. *Proc. 2nd European Forum Time Frequency*, pages 803–811, 1988.
- [38] J.T. Stewart and D.S. Stevens. Analysis of the effects of mounting stresses on the resonant frequency of crystal resonators. *Proc. 51st Annual Frequency Control Symposium*, pages 621–629, 1997.
- [39] E. P. EerNisse. Quartz resonator frequency shifts arising from electrode stress. *Proc. 29th Annual Frequency Control Symposium*, pages 1–4, 1975.
- [40] E. P. EerNisse et T. Lukaszek A. Ballato. The force-frequency effect in doubly rotated quartz resonators. *Proc. 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 8–16, 1977.
- [41] E. P. EerNisse. Temperature dependence of the force-frequency effect for the at-, fc-, sc-, and rotated x-cuts. *Proc. 34th Annual Frequency Control Symposium*, pages 426–430, 1980.
- [42] E. P. EerNisse et T. Lukaszek A. Ballato. Experimental verification of stress compensation in the sc cut. *Proc. of IEEE Ultrasonics Symposium*, pages 144–147, 1978.
- [43] J. P. Michel et al. Influence of part stability on aging of quartz resonators. *Proc. 8th European Forum Time Frequency*, pages 832–842, 1994.
- [44] J. Messina V. Rosati et J. Vig R. Filler, R. Lindenmuth. The aging of resonators and oscillators under various test conditions. *Proc. 41st Annual Frequency Control Symposium*, pages 444–451, 1987.
- [45] R. Filler R. Lindenmuth V. Rosati S. Schodowski J. Messina, D. Bowman. Results of long term testing of tactical miniature crystal oscillators. *Proc. 43rd Annual Frequency Control Symposium*, pages 47–50, 1989.
- [46] S. Goka H. Sekimoto et T. Uchida Y. Watanabe, N. Fujita. Drive level dependance of long term aging in quartz resonators. *Proc. 53rd Annual Frequency Control Symposium*, pages 397–400, 1999.
- [47] R. L. Filler et J. R. Vig. Long term aging of oscillators. *Proc. 46th Annual Frequency Control Symposium*, pages 470–484, 1992.

- [48] R. L. Filler et J. R. Vig. Long term aging of oscillators. *IEEE Transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 40, juillet 1993.
- [49] B. W. Neubig. Comparison of passive and aging of sc cut and at cut crystals. *Proc. 50th International Frequency Control Symposium*, pages 316–322, 1996.
- [50] H. Filaire et P. Collet O. Bignon. Ageing statistical study on one half year of ocoxo in sc-cut glass holder. *Proc. 11th European Forum Time Frequency*, pages 400–403, 1997.
- [51] O. Leibfried et B. W. Neubig. Correlation of predicted and real aging behavior of crystal oscillators using different fitting algorithms. *Proc. 11th European Forum Time Frequency*, pages 268–272, 1997.
- [52] G. L. Dybwad. Aging analysis of quartz crystal units with ti, pd, au electrodes. *Proc. 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 144–146, 1977.
- [53] G. Z. Sauerbrey. *Zeitschrift für Physik*, 155. 1959.
- [54] dossier sur le fluage Site internet Techniques de l'ingénieur. [www.techniques – ingenieur.fr/dossier/essais\\_de\\_fluage](http://www.techniques-ingenieur.fr/dossier/essais_de_fluage).
- [55] dossier sur la diffusion Site internet Techniques de l'ingénieur. [www.techniques – ingenieur.fr/dossier/diffusion\\_dans\\_les\\_metaux](http://www.techniques-ingenieur.fr/dossier/diffusion_dans_les_metaux).
- [56] M. A. Arkhipov. Diffusion of defects and aging of quartz résonators. *Proc. 52nd Annual Frequency Control Symposium*, pages 130–131, 1998.
- [57] B. Sinha. Stress compensated orientations for thichness-shear quartz resonators. *Proc. 35th Annual Frequency Control Symposium*, pages 213–221, 1981.
- [58] R. J. Besson. A new electrodeless resonator design. *Proc. of 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 147–152, 1977.
- [59] R. J. Besson. A new piezoelectric resonator design. *Proc. of 30th Annual Frequency Control Symposium*, pages 78–83, 1976.
- [60] R. J. Besson et U. R. Peier. Further advances on bva quartz resonators. *Proc. 34th Annual Frequency Control Symposium*, pages 175–182, 1980.
- [61] J.-J. Boy et M. M. Mourey R. J. Besson. Bva resonators and oscillators : a review. relation with spacerequirements and quartz material characterization. *Proc. 50th Annual Frequency Control Symposium*, pages 590–599, 1995.
- [62] R. J. Besson et M. M. Mourey. A bva quartz crystal oscillator for severe environments. *Proc. 44th Annual Frequency Control Symposium*, pages 593–596, 1990.
- [63] Y. S. Wang et X. Markenscoff P. C. Y. Lee. Effect of initial bending on the resonant frequencies of crystal plates. *Proc. 28th Annual Frequency Control Symposium*, pages 14–15, 1974.
- [64] E. P. EerNisse. Quartz resonator frequency shifts arising from electrode stress. *Proc. 29th Annual Frequency Control Symposium*, pages 1–4, 1975.
- [65] J. M. Ratajski. Force-frequency coefficient of singly-rotated vibrating quartz crystals. *IBM. J. Res. Dev.*, vol. 12, n°1, 1968.

- [66] E. P. EerNisse. Quartz resonator frequency shifts arising from electrode stress. *Proc. 29th Annual Frequency Control Symposium*, pages 1–4, 1974.
- [67] M. Mizan et A. Ballato. The stress coefficient of frequency of quartz plate resonators. *Proc. of 37th Annual Frequency Control Symposium*, pages 194–199, 1983.
- [68] F. L. Nissim. *Contribution à l'étude des propriétés des résonateurs à quartz de coupe à double rotation*. PhD thesis, Besançon, 1978.
- [69] E. P. EerNisse. Temperature dependence of force-frequency effect for the at-, fc-, sc- and rotated x-cuts. *Proc. of 34th Annual Frequency Control Symposium*, pages 826–830, 1980.
- [70] T. Lukaszek M. Nakazawa and A. Ballato. Force- and acceleration- frequency effects in grooved- and ring- supported resonators. *Proc. 35th Annual Frequency Control Symposium*, pages 71–91, 1981.
- [71] T. Lukaszek M. Nakazawa and A. Ballato. Improved ring-supported resonators. *Proc. 34th Annual Frequency Control Symposium*, pages 513–517, 1982.
- [72] E. P. EerNisse et T. Lukaszek A. Ballato. The force-frequency effect in doubly rotated quartz resonators. *Proc. 31st Annual Frequency Control Symposium*, pages 8–16, 1977.
- [73] J.-J. Boy et F. Deyzac R. J. Besson. Accelerometric and magnetic sensitivities of bva resonators. *Proc. of 9th European Frequency Time Forum*, pages 9–15, 1995.
- [74] P. E. Morley R. B. Haskell and D. S. Stevens. High q, precision sc cut resonators with low acceleration sensitivity. *Proc. Internationnal Frequency Control Symposium and PDA Exhibition*, pages 111–118, 2002.
- [75] Royer Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides.*, chapter 2. edition Masson, 1996.
- [76] J. P. Michel et al. Influence of part stability on aging of quartz resonators. *Proc. 8th European Frequency and Time Forum*, pages 832–842, 1994.
- [77] M. Mizan et A. Ballato. The stress coefficient of frequency of quartz plate resonators. *Proc. 37th Annual Frequency Control Symposium*, pages 194–199, 1983.
- [78] J. R. Vig et T. R. Meeker. The aging of bulk acoustic wave resonators filters and oscillators. *Proc. 45th Annual Frequency Control Symposium*, pages 77–101, 1991.
- [79] CCIR recommendation No.686. Ccir 17th plenary assembly, vol vii, 'standard frequency and time signals (study group 7). *Consultative committee on international radio (CCIR)*, 1990.
- [80] Mil-o-55310, military specification, oscillators, crystal, general specification for., *the latest revision is available from military specifications and standard, 700 Robbins Ave., Bldg. 4D, Philadelphia, PA 19111-5094*, 1991.
- [81] Mil-c-49468, military specification, crystal units, quartz, general specification for., *the latest revision is available from military specifications and standard, 700 Robbins Ave., Bldg. 4D, Philadelphia, PA 19111-5094*, 1991.

- [82] S. Chowdbury et Y. Wu G. Taguchi. *Taguchi Quality Engineering Handbook*. Wiley-Interscience, 2004.
- [83] M. G. Viguier. *Pratique des plans d'expériences : méthodologie Taguchi*. les éditions d'organisation, 1988.
- [84] J. Goupy. *Introduction aux plans d'expériences*. édition Dunod, 2001.
- [85] J. Goupy. *Pratiquer les plans d'expériences*. édition Dunod, 2005.
- [86] M. Pillet. *Introduction aux plans d'expériences par la méthode Taguchi*. les éditions d'organisation, 1992.
- [87] J. Faucher. *Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue*. PhD thesis, Toulouse, 2006.
- [88] S. Goka Y. Watanabe, N. Fujita and H. Sekimoto. Drive-level dependance of the long term aging in quartz resonators. *Proc. 53rd International Frequency Control Symposium*, pages 397–400, 1999.
- [89] G. L. Trifunovic M. R. Miljkovic and V. J. Brajovic. Aging prediction of quartz crystal units. *Proc. 42nd Annual Frequency Control Symposium*, 1988.
- [90] R. Lareau S. Laffey D. E. Pierce, R. A. Murray and J. R. Vig. Outgassing of quartz. *Proc. 48th International Frequency Control Symposium*, pages 107–114, 1994.
- [91] J. Messina V. Rosati R. Filler, R. Lindenmuth and J. R. Vig. The aging of resonators and oscillators under various test conditions. *Proc. 41st Annual Frequency Control Symposium*, pages 444–451, 1987.
- [92] P. Slzenstein E. Rubiola R. Brendel, M. Addouche and Y. S. Shmaliy. Investigation in low drive level sensitivity of quartz resonators affecting their motional parameters. *Proc. 18th European Frequency Time Forum*, 2004.

# Significations des acronymes.

MTBF (Mean Time Before Faillure) : la durée moyenne entre deux pannes.

TCXO (Temperature Compensated Quartz Oscillator) : l'oscillateur compensé en température à l'aide d'une diode à capacité variable (diode varicap). Il s'agit là d'une correction la fréquence de l'oscillateur en fonction de la température.

MCXO (Microcomputer Compensated Crystal Oscillator) : la fréquence du signal de sortie de l'oscillateur est corrigée à l'aide de la mesure de la température du résonateur à quartz (par sonde de température ou par un fonctionnement en dual-mode).

OCXO (Oven Controlled X-tal(Crystal) Oscillator) : le résonateur à quartz est maintenu à une température de fonctionnement à l'aide d'un dispositif régulé de chauffage. Il est ainsi isolé des variations de température extérieure.

RbXO (Rubidium Crystal Oscillator) : un quartz qui peut être de la famille MCXO, synchronisé par une horloge au rubidium, et activée occasionnellement pour économiser l'énergie.

IRE : Institute of Radio Engineers.

IEEE : Institute of Electrical and Electronics Engineers.

FEMTO-ST : Franche-comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies.

Coupe SC : Stress Compensated.

IEC : International Electrotechnical Commission.



## Propriétés du quartz.

### Tenseur des raideurs.

Les structures des matrices de constantes dans le repère cristallographiques sont les suivantes, les coefficients de permittivité :

$$[\varepsilon] = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{bmatrix}$$

avec  $\varepsilon_{11} = 3.92 \times 10^{-11} F/m$ ,  $\varepsilon_{33} = 4.1 \times 10^{-11} F/m$

Les coefficients piézoélectriques

$$[e] = \begin{bmatrix} e_{11} & -e_{11} & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -e_{14} & -e_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

avec les valeurs numériques suivantes :

$$e_{11} = 0.171 C/m^2, e_{14} = C/m^2$$

La matrice des coefficients élastiques dans le repère cristallographique se présentent sous la forme :

$$[c] = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & -c_{14} & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ c_{14} & -c_{14} & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & c_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{14} & \frac{c_{11}-c_{12}}{2} \end{bmatrix}$$

avec les valeurs numériques suivantes :

$$c_{11} = 86.74 GPa, c_{12} = 6.98 GPa, c_{13} = 11.91 GPa$$

$$c_{14} = -17.91 GPa, c_{33} = 107.2 GPa, c_{44} = 57.94 GPa$$



## Rotation des tenseurs : Matrice de Bond.

Considérons un tenseur  $t$  de rang 2. Si nous ne savons pas qu'il est symétrique par rapport à l'échange de ses indices, nous pouvons le ranger dans une matrice  $[3 \times 3]$  non symétrique ou dans un vecteur de dimension 9, ici, nous utilisons le stockage de type vecteur. Dans le domaine des microtechniques, la convention la plus répandue est la suivante :

$$\langle t \rangle = \langle t_{11} \ t_{22} \ t_{33} \ t_{23} \ t_{31} \ t_{12} \ t_{32} \ t_{13} \ t_{21} \rangle$$

En appliquant la définition d'un changement de repère avec cette règle de stockage, il vient :

$$\{t'\} = [P] \{t\}$$

avec

$$[P] = \begin{bmatrix} a_{11}^2 & a_{12}^2 & a_{13}^2 & a_{12}a_{13} & a_{11}a_{13} & a_{11}a_{12} & a_{12}a_{13} & a_{11}a_{13} & a_{11}a_{12} \\ a_{21}^2 & a_{22}^2 & a_{23}^2 & a_{22}a_{23} & a_{21}a_{23} & a_{21}a_{22} & a_{22}a_{23} & a_{21}a_{23} & a_{21}a_{22} \\ a_{31}^2 & a_{32}^2 & a_{33}^2 & a_{31}a_{33} & a_{31}a_{33} & a_{31}a_{32} & a_{31}a_{33} & a_{31}a_{33} & a_{31}a_{32} \\ a_{21}a_{31} & a_{22}a_{32} & a_{23}a_{33} & a_{22}a_{33} & a_{23}a_{31} & a_{21}a_{32} & a_{23}a_{32} & a_{21}a_{33} & a_{22}a_{31} \\ a_{31}a_{11} & a_{32}a_{12} & a_{33}a_{13} & a_{32}a_{13} & a_{33}a_{11} & a_{31}a_{12} & a_{33}a_{12} & a_{31}a_{13} & a_{32}a_{11} \\ a_{11}a_{21} & a_{12}a_{22} & a_{13}a_{23} & a_{12}a_{23} & a_{13}a_{21} & a_{11}a_{22} & a_{13}a_{22} & a_{11}a_{23} & a_{12}a_{21} \\ a_{21}a_{31} & a_{22}a_{32} & a_{23}a_{33} & a_{23}a_{32} & a_{21}a_{33} & a_{22}a_{31} & a_{22}a_{33} & a_{23}a_{31} & a_{21}a_{32} \\ a_{31}a_{11} & a_{32}a_{12} & a_{33}a_{13} & a_{33}a_{12} & a_{31}a_{13} & a_{32}a_{11} & a_{32}a_{13} & a_{33}a_{11} & a_{31}a_{12} \\ a_{11}a_{21} & a_{12}a_{22} & a_{13}a_{23} & a_{13}a_{22} & a_{11}a_{23} & a_{12}a_{21} & a_{12}a_{23} & a_{13}a_{21} & a_{11}a_{22} \end{bmatrix}$$

La matrice  $[P]$  est constituée d'un assemblage de 9 matrices  $[3 \times 3]$  à partir de 5 matrices distinctes et peut s'écrire sous la forme suivante :

$$[P] = \begin{bmatrix} m_1 & m_2 & m_2 \\ m_3 & m_4 & m_5 \\ m_3 & m_5 & m_4 \end{bmatrix}$$

Cette matrice est une matrice de rotation orthonormale ( $[P]^1 = [P]^T$ ). En remplaçant les paires d'indices variant de 1 à 3 par un seul indice de 1 à 9 comme ci-après, le tenseur de rang 4  $K_{ijkl}$  intervenant dans une relation linéaire entre deux tenseurs de rang 2,

eux-même stockés dans des vecteurs de dimension 9, peut être rangé dans une matrice  $[9 \times 9]$  :

$$\{t\} = [K] \{s\}$$

En utilisant la transformation de coordonnées représentée par  $[P]$ , le changement de coordonnées s'écrit :

$$\{t'\} = [P] \{t\} = [P] [K] \{s\} = [P] [K] [P]^T \{s'\}$$

Donc

$$[K'] = [P] [K] [P]^T$$

Cette matrice, appelée matrice de Bond, permet de calculer rapidement une transformation tensorielle lors d'un changement de coordonnées.

Les déformations et les contraintes sont des tenseurs de rang 2 qui peuvent donc être stockés dans un vecteur de dimension 6 (et pas 9 compte tenu qu'il s'agit de tenseur symétrique). Les coefficients élastiques de raideurs (et aussi les coefficients de souplesse) ont la propriété de pouvoir échanger des coefficients élastiques par groupes de deux et :  $c_{(ij)(kl)} = c_{(ji)(lk)} = c_{(ij)(lk)} = c_{(kl)(ij)} = \dots$  Nous pouvons donc stocker ces deux types de constantes dans des matrices  $[6 \times 6]$ .

En utilisant les relations générales présentées, on peut écrire :

$$\langle T_{11} \ T_{22} \ T_{33} \ T_{23} \ T_{31} \ T_{12} \ T_{32} \ T_{13} \ T_{21} \rangle \Rightarrow \langle T_1 \ T_2 \ T_3 \ T_4 \ T_5 \ T_6 \ T_4 \ T_5 \ T_6 \rangle$$

Pour les contraintes, la matrice  $[P]$  devient alors la matrice  $[6 \times 6]$  suivante :

$$[M] = \begin{bmatrix} m_1 & 2m_2 \\ m_3 & m_4 + m_5 \end{bmatrix}$$

Et pour les déformations :

$$[N] = \begin{bmatrix} m_1 & m_2 \\ 2m_3 & m_4 + m_5 \end{bmatrix}$$

Les constantes élastiques de raideur  $[c]$  relient les contraintes et les déformations comme suit :

$$\{T\} = [c] \{S\}$$

pour la transformation de coordonnées, nous en déduisons :

$$\{T'\} = [M] \{T\} = [M] [c] \{S\} = [M] [c] [N]^{-1} \{S'\}$$

Aisément,  $[N]^{-1} = [M]^T$  peut être démontré, si bien qu'on obtient la règle de transformation pour les constantes de raideurs suivante :

$$\boxed{[c'] = [M] [c] [M]^T} \quad (\text{B.1})$$

Pour les coefficients piézo-électriques :

$$\boxed{[e'] = [a] [e] [M]^T} \quad (\text{B.2})$$

Pour les constantes de permittivité :

$$\boxed{[\varepsilon'] = [a] [\varepsilon] [a]^T} \quad (\text{B.3})$$

## Les oscillateurs mannequins.

### Phase 1 : Démontage de l'oscillateur de l'embase du boîtier.

L'oscillateur OCXO op22 est dans le boîtier métallique comme le présente sur les photos suivantes ou le boîtier est fermé sur celle de gauche et sur celle de droite le couvercle du boîtier est retiré.



FIGURE C.1: Oscillateur OP22.



FIGURE C.2: Électronique de l'oscillateur OP22.

L'oscillateur se présente comme une boîte formée par le circuit électronique qui renferme le résonateur à quartz.

A partir de ce type d'oscillateurs, nous souhaitons fabriquer des oscillateurs mannequins sur lesquels nous pouvons monter et démonter le résonateur à quartz. Voici le résultat espéré :



FIGURE C.3: Électronique de l'oscillateur mannequin OP22-M.

### **Phase 2 : Démontage de l'électronique de l'embase du boîtier.**

Pour commencer cette modification de l'oscillateur, nous devons désolidariser l'embase et le circuit électronique. Pour cela, nous procédons tout simplement au désoudage des points d'étain situés aux quatre angles de l'électronique et déconnecté les fils. Le résultat obtenu est tel qu'on peut le voir sur la photo ci-dessous :

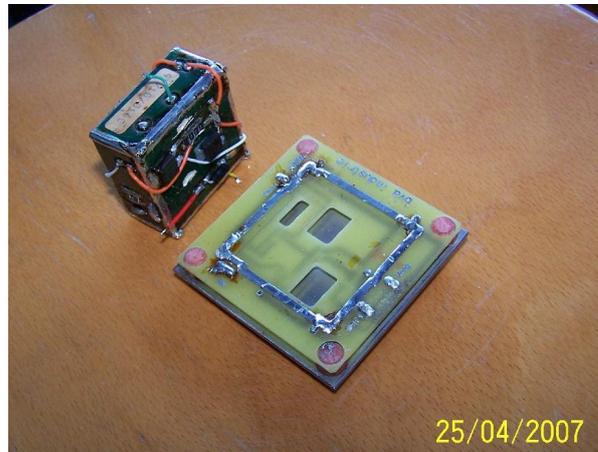


FIGURE C.4: Électronique de l'oscillateur mannequin OP22-M.

### **Phase 3 : Ouverture de la boîte électronique formant l'oscillateur.**

L'oscillateur se présente sous la forme d'une boîte dont le couvercle est soudé avec de l'étain. Le couvercle est monté de la façon suivante :



FIGURE C.5: Carte de l'oscillateur OP22.

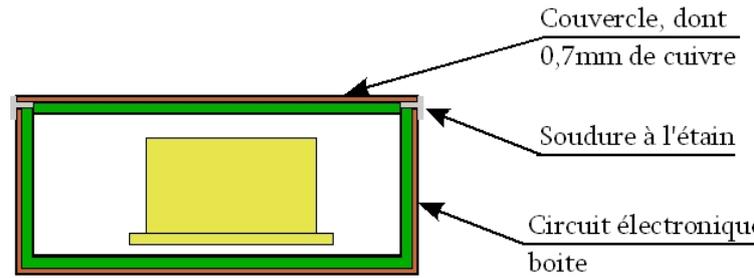


FIGURE C.6: Schéma de l'électronique de l'OP22 fermé.

La première façon de procéder pour ouvrir le circuit électronique est d'employer une tresse à désouder afin de retirer l'étain. Cette opération a échoué car au moment de la fermeture l'étain s'est infiltré entre le couvercle et le circuit boîte.

Au vue de ce résultat, nous n'avons guère d'autre choix que de supprimer la couche de 0,7mm de cuivre sur le contour de la boîte. Afin d'être suffisamment précautionneux et ne pas détériorer l'oscillateur, nous avons commencé avec un cutter de précision puis une lime. De cette façon, l'ouverture s'est déroulée avec succès, cependant, ce travail reste dangereux et il n'est pas prudent de l'effectuer pour plusieurs oscillateurs.

Une autre méthode a donc été testée. A l'aide d'un multifonction et d'une fraise 2 tailles, nous avons usiné le contour du couvercle. Lors de la mise en pratique de cette méthode sur un second oscillateur, nous avons constaté la présence de point d'étain dans les angles qui a fondu lors de la fermeture de celui-ci.

L'ouverture de ces oscillateurs avec de la tresse à désouder était donc strictement irréalisable. Par conséquent, nous choisissons l'emploi du multifonction pour l'ouverture de l'ensemble des oscillateurs.

Voici le résultat obtenu en procédant de la façon qui vient d'être décrite :

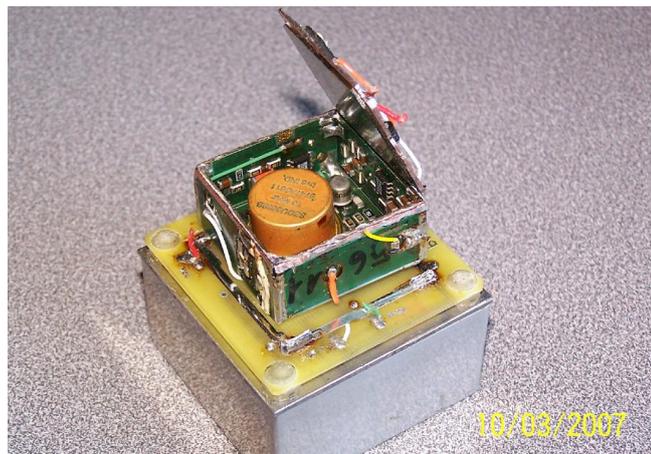


FIGURE C.7: L'électronique de l'OP22 ouverte.

#### Phase 4 : Démontage du résonateur.

Une fois le circuit électronique ouvert proprement, nous devons en extraire le résonateur à quartz. Pour cela, nous sommes contraint à le désouder en enlevant l'étain. Cette tâche s'est révélée assez compliquée car nous devons chauffer suffisamment le circuit électronique du côté où la couche de cuivre est de 0,7mm sans pour autant trop le chauffer. Expliquons plus précisément cela, la couche de cuivre étant épaisse, elle chauffe assez lentement et si nous chauffons pendant trop de temps, les vias se détériorent jusqu'à se rompre et ne plus faire la connection entre les deux faces du circuit. De plus, ces électroniques sont agées de 10 années environ, dont plusieurs en fonctionnement à 85°C, le circuit est donc déjà bien abîmé. L'époxy a bruni sous l'effet de la chaleur et du temps pour quelques oscillateurs. Après deux électroniques où les vias ont cédés, nous avons pris le coup de main pour ne plus abîmer les vias.

#### Phase 5 : Montage du résonateur.

A cette étape du travail, l'oscillateur est suffisamment démonté, nous commençons le montage en oscillateur mannequin.

Tout d'abord, nous devons monter le résonateur à l'extérieur du circuit électronique. Nous réalisons ce montage par une simple soudure sur le circuit.

Le circuit en forme de boîte est constitué de 6 cotés, chacun étant un circuit qui assure une fonction particulière comme la régulation en température de l'électronique et du quartz, par exemple. Le coté refermant la boîte supporte le transistor de chauffe et les thermistances pour la partie inférieure de la boîte contenant à l'origine le résonateur. Le maintien de la température pour la partie supérieure est assuré par le coté opposé, sur lequel nous avons monté le résonateur à présent comme nous le voyons sur la photo ci-dessous.

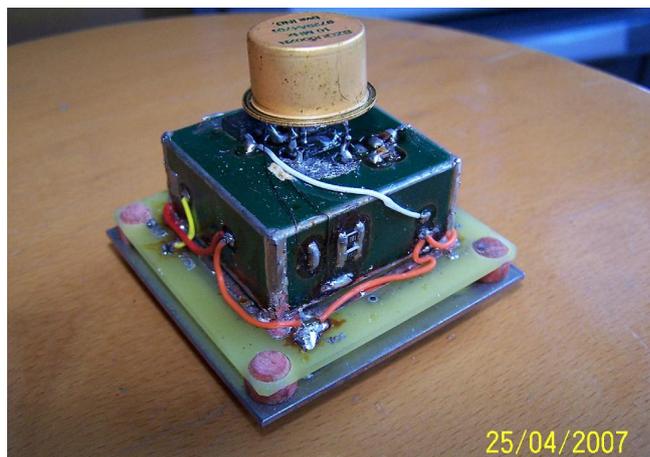


FIGURE C.8: L'électronique sur son embase de l'OP22-M.

Sur cette photo, nous remarquons aussi, que l'oscillateur est monté sur l'embase du boîtier. Nous avons donc connecté l'alimentation à chaque coté de l'électronique, il s'agit des fils oranges.

L'oscillateur, tel qu'il se présente sur la photo ci-dessus, fonctionne mais il manque le dispositif de chauffage, appelé couramment le four, pour maintenir le résonateur à la température de son point d'inversion. La partie suivante décrit la fabrication et le montage de ce four.

### **Phase 6 : Réalisation et montage du four pour chauffer le résonateur.**

Le dispositif pour chauffer et maintenir le résonateur à sa température de point d'inversion est assuré par le four comme nous l'avons déjà précisé. Ce four est constitué du bloc de laiton sur lequel un transistor et une thermistance sont montés, voici comment il se présente :



FIGURE C.9: Le four placé sur le résonateur dans l'oscillateur OP22-M.

Dans le laboratoire, nous avons retrouvé une trentaine de four déjà monté et ayant servi sur des oscillateurs mannequins à BVA Industrie. Le plan d'expérience nécessite 36 oscillateurs mannequins, par conséquent, nous devons réaliser une demi douzaine de four pour arriver au nombre d'oscillateur satisfaisant.

Nous avons donc confié l'usinage de 6 blocs de laiton à l'atelier du laboratoire. Dès que les blocs ont été livrés, le montage du transistor a commencé. La méthode pour ce montage vise à chauffer le bloc de laiton sur une plaque chauffante, jusqu'à environ 320°C, température à laquelle l'étain fond. Ensuite, nous disposons de l'étain sur le laiton puis le transistor que nous plaquons fermement à l'aide d'une vis. La thermistance est montée tout simplement avec de la colle.

### **Phase 7 : Montage du four sur l'oscillateur.**

Le montage du four sur l'oscillateur consiste à connecter la thermistance, l'alimentation et la commande du transistor de chauffe au circuit de l'oscillateur, la photo suivante présente le résultat final.



FIGURE C.10: Montage du four sur l'oscillateur OP22-M.

### Phase finale : Oscillateur fini.

Après toutes ces étapes, la procédure de modification est définie et fiable. Voici le résultat obtenu :



FIGURE C.11: L'oscillateur OP22-M fini.



FIGURE C.12: L'oscillateur OP22-M fini et isolé.

Lorsque nous aurons modifié les oscillateurs dont nous avons besoin, nous les testerons lors d'une mesure sur une vingtaine de jour pour nous assurer de la fiabilité de ceux-ci.

## Résumé.

Depuis près d'un siècle, les résonateurs à quartz à ondes de volume sont utilisés pour stabiliser les oscillateurs électriques. Cette longévité est due aux propriétés exceptionnelles du quartz et aux progrès constants de la technique. Pour les applications spatiales, il n'est généralement pas possible d'intervenir sur le composant. La dérive en fréquence doit alors être réduite et contrôlée sur des dizaines d'années.

Cette variation systématique de la fréquence de résonance au cours du temps est due à l'évolution de plusieurs phénomènes physiques dont nous avons fait la synthèse et une analyse quantitative.

Le premier de nos deux axes d'études porte sur l'étude des contraintes mécaniques dans la lame de quartz. Un travail bibliographique nous a permis d'étudier les spécificités de différentes formes de résonateur pour comprendre l'effet des contraintes mécaniques et les moyens de limiter la variation de fréquence induite. Les outils de modélisation actuels nous ont aidés à mettre au point une géométrie apportant une nette réduction de l'effet force-fréquence, confirmée par les mesures des premiers prototypes.

L'autre axe d'étude est expérimental et porte sur un procédé essentiel communément appelé "pré-vieillessement". Les nombreuses contraintes de cette étude, telles que le temps, nous ont imposé une organisation méthodique de l'expérimentation. Ainsi, les plans factoriels fractionnaires nous ont permis de limiter les moyens techniques tout en obtenant les effets de chaque paramètre définissant le pré-vieillessement. Les résultats convergent vers la même conclusion que celle faite lors de l'étude quantitative des phénomènes physiques produisant le vieillissement.

## Summary.

Bulk acoustic wave quartz resonators have been used to stabilize electric oscillators for about hundred years. Amazing quartz material properties and technical improvement explain this lifespan. For spatial applications, an intervention on such component is clearly impossible. Then, the frequency shift, which a part is due to aging, has to be reduced and well controlled over many years.

The frequency changes systematically with time under the impact of physical phenomenon variation. Here we sum up them and we did a quantitative analysis.

Our first study concerns quartz plate stress relief. After a wide bibliographical search, we analyse some no-standard designs and the results put stress relief and dormant part in a prominent place. Helped by modern modeling tools, we design a new shape of quartz plate which has very low force-frequency sensitivity. Then, the measurements of several samples confirm this specifications.

Our second study, mainly experimental, is about the pre-aging. Lots of problem in this kind of work, as time for example, require some carefully defined tests. Fractional factorial designs bring us some strict way to plan testing and to maximize obtained results about pre-aging parameters. The quantitative analysis results and experimental ones are leading to the same conclusion about physical phenomenon bringing about the aging.