



HAL
open science

Étude par microscopie acoustique de couches minces de Ag₂S déposées par spray

M. Amlouk, N. Brunet, B. Cros, S. Belgacem, D. Barjon

► **To cite this version:**

M. Amlouk, N. Brunet, B. Cros, S. Belgacem, D. Barjon. Étude par microscopie acoustique de couches minces de Ag₂S déposées par spray. *Journal de Physique III*, 1997, 7 (9), pp.1741-1753. 10.1051/jp3:1997210 . jpa-00249678

HAL Id: jpa-00249678

<https://hal.science/jpa-00249678v1>

Submitted on 4 Feb 2008

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.

Étude par microscopie acoustique de couches minces de Ag_2S déposées par spray

M. Amlouk (^{1,*}), N. Brunet (²), B. Cros (^{2,**}), S. Belgacem (¹) et D. Barjon (²)

(¹) Laboratoire de Physique de la Matière condensée, Faculté des Sciences, 1060 le Belvédère, Tunis, Tunisie

(²) Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique (***), 34095 Montpellier Cedex 05, France

(Reçu le 28 janvier 1997, révisé le 22 avril 1997, accepté le 11 juin 1997)

PACS.43.35 Ns – Acoustic properties of thin films

Résumé. — Des couches minces de sulfure d'argent Ag_2S sont préparées sur substrat de pyrex, à la température de 250 °C. par la technique de pulvérisation chimique réactive en phase liquide ou "spray". Ces dépôts, d'épaisseur variable (0,4–2 μm), sont analysés par microscopie acoustique et, plus particulièrement, par la méthode de relevé de la signature acoustique $V(z)$. Cette signature, effectuée à différentes fréquences (50, 130, 570 MHz), a permis de caractériser les propriétés élastiques du matériau Ag_2S . La valeur du module d'Young, de l'ordre de 180 GPa, est en accord avec la faible cohésion de la liaison Ag-S et le caractère de conducteur ionique rapide de Ag_2S . Les observations par MEB et AFM permettent d'expliquer l'allure des courbes $V(z)$ par les défauts de compacité liés à la méthode de préparation. Les résultats expérimentaux sont discutés en liaison avec la courbe de dispersion de vitesses du premier mode du système $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$.

Abstract. — Silver sulfide Ag_2S thin films have been prepared on pyrex glass substrates by the spray pyrolysis technique at 250 °C. We have analyzed by acoustic microscopy and particularly by acoustic signature $V(z)$ these films with various thickness (0.4–2 μm). The acoustic signature, performed at 50, 130 and 570 MHz allow us to reach elastic properties of Ag_2S material and specially Young modulus. Its value, of the order of 180 GPa, is consistent with the relative low linkage of Ag^+ in the structure and the character of fast-ion conductor of Ag_2S . Besides elastic properties and using MEB and AFM investigations, we have shown that the $V(z)$ signature gives valuable information about the bulk defects in the material. Finally, the experimental results have been discussed related to the dispersion curves of velocity of the first mode of $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$ system.

1. Introduction

Les chalcogénures appartiennent à une riche catégorie de solides inorganiques ayant des propriétés importantes. Parmi eux, nous trouvons le sulfure d'argent Ag_2S qui est un semi-conducteur

(*) Adresse actuelle : Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna, Bizerte, Tunisie

(**) Auteur auquel doit être adressée la correspondance (e-mail : cros@lain.univ-montp2.fr)

(***) UPRESA 5011, cc082

binaire du type I_2-VI . Ce matériau trouve de larges applications dans le domaine optoélectrique comme détecteur IR et couche photosensible [1,2], comme couche de revêtement sélective dans le domaine solaire [3] et, aussi, comme élément principal dans les générateurs thermoélectriques [4]. Les couches minces de sulfure d'argent ont été préparées par différentes techniques telles que le dépôt chimique [5,6], la coprécipitation d'ions en système micellaire inverse [7], le rayonnement par micro-ondes [8] et la méthode de pulvérisation chimique réactive en phase liquide (spray) [9]. Cette dernière technique permet l'obtention de grandes surfaces de couches minces de croissance rapide et un faible coût. À l'heure actuelle et malgré l'antériorité des études structurales et optiques sur ce type de matériau [5-8], les propriétés élastiques n'ont pas encore été abordées. En effet, ces propriétés fournissent des informations concernant la structure et la morphologie du matériau, mais aussi sa tenue mécanique sur son substrat. Dans ce travail, nous étudions par microscopie acoustique des couches minces de sulfure d'argent déposées sur substrat de pyrex. Quelle que soit la fréquence utilisée pour l'acquisition de la signature acoustique, la zone d'investigation est supérieure à l'épaisseur de la couche. Les vitesses mesurées sont donc des moyennes des vitesses, dans la région balayée au cours de la défocalisation, de la couche et une partie du substrat. Les vitesses propres à la couche sont déterminées par modélisation du système couche/substrat.

2. Procédure expérimentale et instrumentation

2.1. PRÉPARATION ET CARACTÉRISATION DES COUCHES. — Les couches minces de sulfure d'argent sont préparées par spray à la température 250 °C. Les débits du gaz vecteur (Azote) et de la solution à pulvériser sont respectivement 4 l min⁻¹ et 3 cm³ min⁻¹. Les substrats utilisés sont en pyrex de surface 4 cm² et d'épaisseur 2 mm. La composition des précurseurs est la suivante :

- Acétate d'argent : 10⁻² mole l⁻¹
- Thiourée : 2 × 10⁻² mole l⁻¹
- pH ajusté à 3,5 avec l'acide acétique.

Les échantillons étudiés, numérotés 1, 2, 3 et 4, correspondent à des épaisseurs respectivement 0,4 ; 0,9 ; 1,5 et 1,9 μm. Ces épaisseurs sont des moyennes relevées sur les quatre tranches de chaque échantillon en utilisant un microscope électronique à balayage de marque LEICA, type Cambridge Stereoscan 360. L'étude de la composition de la couche par EDS révèle une bonne stoechiométrie (rapport soufre-argent égal à 0,51 dans la couche). La variété obtenue est de type acanthite de couleur gris-noir. La figure 1 montre le diffractogramme X obtenu en utilisant un équipement de type Philips PW 1729, à source de cuivre dont la raie d'émission a une longueur d'onde égale à 1,5418 Å. La tension accélératrice ainsi que le courant sont respectivement 40 KV et 20 mA. La couche est bien cristallisée et l'orientation (103) de la structure monoclinique de Ag₂S est privilégiée. L'étude détaillée de la structure en fonction des paramètres expérimentaux est reportée dans un travail antérieur [10]. Le microscope à force atomique (AFM) utilisé est commercialisé par la société Park Scientific. L'imagerie est réalisée en mode contact. Ce mode de topographie de surface est assuré par une pointe pyramidale en silicium dont l'extrémité a un rayon de 10 nm.

2.2. ÉTUDE DE COUCHES MINCES PAR MICROSCOPIE ACOUSTIQUE

2.2.1. *Le microscope acoustique.* — Les microscopes acoustiques, fonctionnant à des fréquences de 50, 130 et 570 MHz permettent deux approches complémentaires . soit un balayage xy de

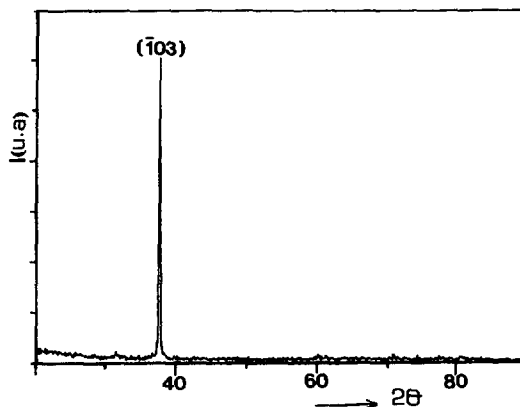


Fig. 1. — Diffractogramme X d'une couche mince préparée par spray à 250 °C (épaisseur $e = 0,9 \mu\text{m}$).
 [X-ray diffractogram of Ag_2S thin film deposited by spray pyrolysis (thickness $t = 0.9 \mu\text{m}$).]

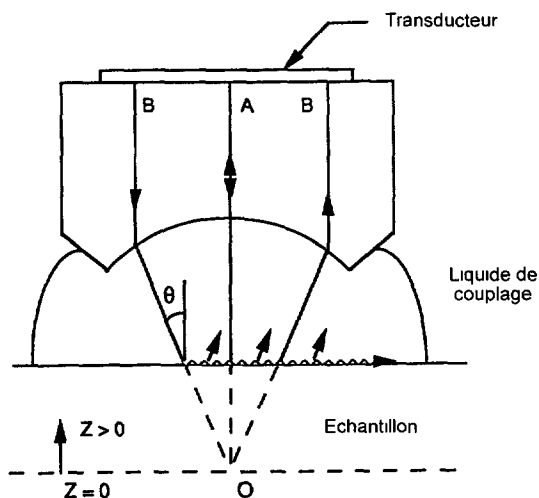


Fig. 2. — Schéma de principe d'un microscope acoustique.
 [Schematic Configuration of the acoustic microscope.]

l'échantillon "scan" qui constitue le mode imagerie, soit des mesures locales qui donnent des informations quantitatives sur les propriétés mécaniques au moyen de la signature acoustique $V(z)$, figure 2. Cette signature est le signal obtenu par défocalisation de l'échantillon vers le capteur à partir du plan focal. Ce signal récupéré par le capteur piézoélectrique sous forme de tension, présente des pseudo-oscillations Δz qui sont fonctions des vitesses des ondes acoustiques dans le matériau et le substrat. Plusieurs modes peuvent être associés aux phénomènes d'interférence dans la courbe $V(z)$: mode de surface, longitudinal, de Lamb, ... Le traitement par transformée de Fourier (FFT) permet en principe de déterminer les vitesses des différents modes de propagation des ondes acoustiques qui peuvent être calculés par la relation

suivante [11, 12] :

$$V = V_{cf}(1 - (1 - V_{cf}/2f\Delta z))^{-1/2}$$

où V_{cf} est la vitesse du liquide de couplage (qui est l'eau dans notre cas), f la fréquence utilisée et Δz la période des pseudo-oscillations.

2.2.2. Propagation des ondes acoustiques dans les couches minces — Pour une couche mince, dont l'épaisseur est inférieure à la longueur d'onde utilisée par le microscope, il y a génération d'ondes guidées (ondes de Lamb). En effet la principale conséquence de la mise en contact d'une couche mince solide avec la surface libre d'un substrat semi-infini est la dépendance de la vitesse de l'onde de surface avec la fréquence de travail. En d'autres termes le paramètre épaisseur rend le milieu dispersif en fonction de la vitesse et du produit de l'épaisseur de la couche par la fréquence ($e \times f$) [13]. Les valeurs des vitesses de ces modes de Lamb sont de plus fonctions des vitesses longitudinales et transversales respectivement de la couche et du substrat mais dépendent peu des masses volumiques.

Dans le cas où la vitesse de la couche est inférieure à celle du substrat (notre cas), il existe un grand nombre de modes que l'on range en deux catégories : lents (c-à-d. des valeurs de vitesses inférieures à la vitesse de Rayleigh V_R du substrat) et rapides (de valeurs supérieures à V_R du substrat et V_T (transversale) de la couche). En début du réseau de dispersion ($e \times f$ tend vers zéro), le comportement du premier mode est identique à celui d'une onde de Rayleigh du substrat. Par contre lorsque le produit $e \times f$ est grand, le mode tend vers le mode transverse de la couche. De même nous signalons que si f est assez élevée on a génération de modes fantômes, dus au traitement par FFT et aussi à la complexité de l'interaction entre l'onde incidente et le système : couche perturbée par les défauts et un substrat.

3. Résultats et discussions

3.1. CARACTÉRISATION PAR IMAGERIE

3.1.1. Imagerie par MEB. — L'étude par microscopie électronique à balayage (Fig. 3a) de la couche mince de sulfure d'argent, montre un relief perturbé par des amas protubérants ayant des formes arrondies et des tailles variables (0,1–0,5 μm).

Des défauts du type failles et joints de grains entre cristallites, liés à une mauvaise cristallisation, sont également observés. Par ailleurs, l'étude de la tranche (Fig. 4) révèle une microstructure en terrasses des cristallites correspondant à un plan parallèle au substrat. Cette constatation est en bon accord avec l'étude structurale réalisée par diffraction des rayons X qui révèle une couche orientée.

3.1.2. Imagerie par AFM. — Les figures 3b et 5 montrent des images en 2D et 3D d'une partie homogène de l'échantillon 2. Cette étude par AFM confirme l'étude par MEB et renseigne sur le mode de croissance. En effet, ce matériau a tendance à croître sous forme de petites boules et amas de taille de quelques nanomètres qui fusionnent ensuite pour donner d'autres amas plus grands (0,1–0,5 μm). Cette étude rejoint celle faite par Kim *et al.* [14] lors de la préparation de sulfure d'argent revêtant des particules de sulfure de zinc en utilisant une méthode se basant sur l'échange ionique en solution.

3.1.3. Imagerie acoustique. — La figure 3c montre l'imagerie acoustique de surface du même échantillon. Ces images, effectuées à la fréquence de 50 MHz révèlent des variations de contrastes dues à la différence de topographie liée à la méthode de préparation. La densité de ces boules ou nodules est pratiquement inchangée avec l'épaisseur de la couche. L'étude par imagerie acoustique à haute fréquence (570 MHz) de l'échantillon 2 (Fig. 6) nous a facilité la

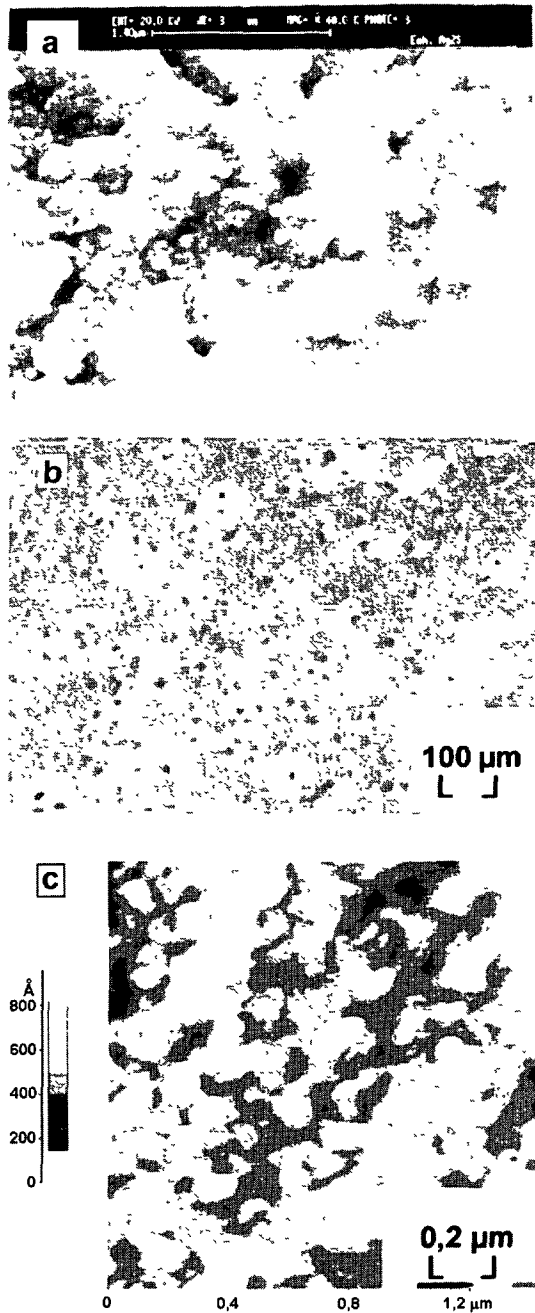


Fig. 3. — Caractérisation par imagerie d'une couche de Ag_2S déposée par spray ($t = 1,9 \mu\text{m}$). a) Microscopie électronique à balayage ; b) Microscopie acoustique à balayage ($1000 \times 700 \mu\text{m}^2$) à 50 MHz ; c) AFM 2D

[Characterization by imaging of a spray deposited Ag_2S layer ($t = 1.9 \mu\text{m}$). a) Scanning electronic microscopy; b) Scanning acoustic microscopy ($1000 \times 700 \mu\text{m}^2$) at 50 MHz; c) AFM 2D.]

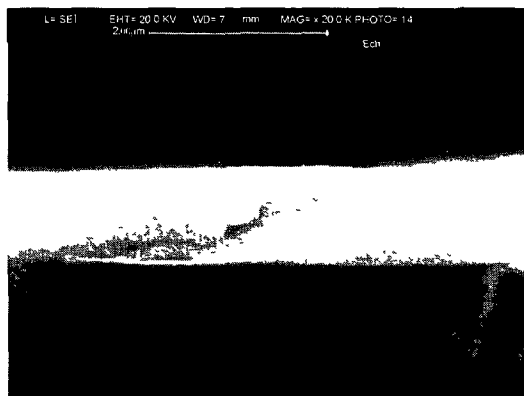


Fig. 4. — Vue en tranche par microscopie électronique à balayage d'une couche de Ag_2S préparée par spray (échantillon 2, $e = 0,9 \mu\text{m}$).

[Cross-section scanning electron micrograph of sprayed Ag_2S (sample 2; $t = 0,9 \mu\text{m}$).]

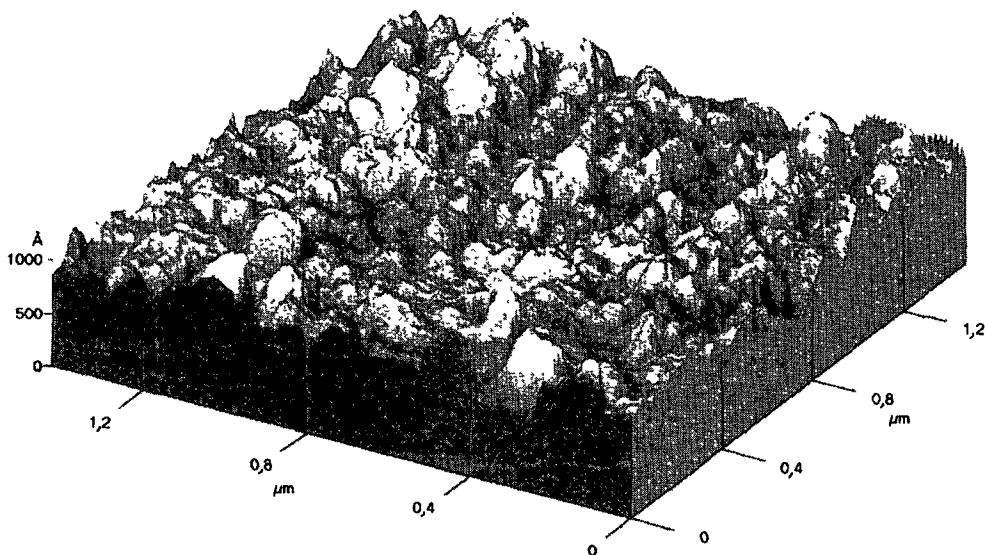


Fig. 5. — Image AFM 3D d'une couche de Ag_2S préparée par spray ($e = 0,9 \mu\text{m}$).

[AFM 3D scans of the sprayed Ag_2S layer ($t = 0,9 \mu\text{m}$).]

reconnaissance de la topographie en surface et par conséquent renseigne sur la rugosité et les défauts qui surgissent au cours de la croissance cristalline. En effet l'imagerie à haute fréquence nous fournit des renseignements plus précis. Le côté séduisant d'une telle technique d'imagerie réside dans le fait de visualiser de façon non-destructive, sans préparation au préalable de l'échantillon et dans la rapidité d'exécution à comparer avec les autres techniques d'imagerie usuelles. Ces constatations sont aussi signalés par MEB et par AFM. Les techniques utilisées pour caractériser la rugosité des couches par imagerie (AFM, MAB, MEB, Fig. 3) opèrent à des échelles différentes et fournissent des informations complémentaires. Les images réalisées

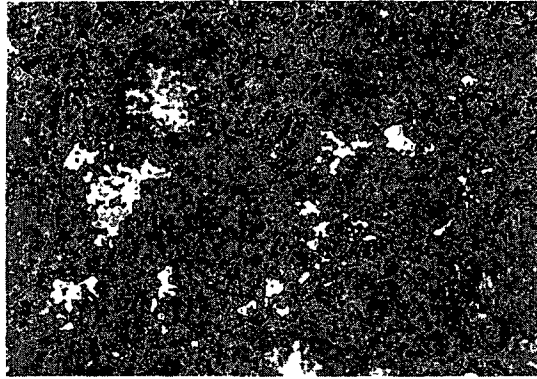


Fig. 6 — Image acoustique ($100 \times 700 \mu\text{m}^2$) à 570 MHz d'une couche de Ag_2S préparée par spray (échantillon 2 ; $e = 0,9 \mu\text{m}$).

[Acoustic image ($1000 \times 700 \mu\text{m}^2$) scanned at 570 MHz of the sprayed Ag_2S thin film (sample 2; $t = 0,9 \mu\text{m}$).]

par AFM montrent une rugosité très inférieure à $1 \mu\text{m}$, assez faible compte tenu de la technique de dépôt et due à la formation de particules très fines. L'imagerie acoustique révèle une surface "vallonée", c'est-à-dire fine, mais présentant des différences de niveau importantes, de l'ordre de plusieurs dizaines de microns, supérieures à la longueur d'onde de $6 \mu\text{m}$ à 570 MHz et $60 \mu\text{m}$ à 50 MHz. L'imagerie par MEB fait la synthèse de ces informations. La complémentarité de ces techniques d'imagerie est utilisée pour relier la taille des particules formées et l'irrégularité de niveau de la surface (degré de "vallonement") aux conditions de dépôt, particulièrement le débit du gaz vecteur. Cette caractérisation par imagerie permet d'accréditer l'hypothèse expliquant la croissance des couches déposées par spray [14]. Le matériau solide se forme en grains très fins qui s'agglomèrent en amas dont les dimensions n'excèdent pas quelques dixièmes de microns. Ces amas eux mêmes s'agglomèrent ensuite en îlots dont les dimensions peuvent atteindre quelques dizaines de microns.

3.2. SIGNATURE ACOUSTIQUE $V(z)$ — En partant de l'hypothèse qu'une différence de topographie due à un défaut de rugosité de l'échantillon produit une différence d'amplitude du signal. Dans le cas de défauts de rugosité très importants, il est nécessaire de diminuer la fréquence de travail pour améliorer les résultats [15, 16]. En effet lorsqu'on travaille à la fréquence de 50 MHz, les signatures acoustiques (Figs. 7a et 8a) ne sont pas affectées par les défauts de surface (nodules) qui entraînent un amortissement du $V(z)$ par diffusion des ondes. Par conséquent, l'analyse par FFT de ces $V(z)$ (Figs. 7b et 8b) permet de conclure à une bonne homogénéité de leurs propriétés élastiques et, d'autre part, d'atteindre les vitesses du premier mode de Lamb lent (Tab. II). De même nous partons de l'hypothèse suivant laquelle la nature du matériau et du substrat, en particulier la masse volumique et l'épaisseur sont connues avec une bonne précision (Tab. I).

Le calcul de la vitesse longitudinale V_L et transversale V_T du matériau Ag_2S est alors effectué, dans une première étape, en se référant aux données des tableaux I et II, par itération de manière à minimiser l'écart entre les vitesses théoriques données par les courbes de dispersion et celles obtenues expérimentalement. Cette simulation est basée sur le modèle de Pilarski [17] qui donne la localisation des différents modes lorsque le déterminant de la matrice liant les différents potentiels scalaires et vecteurs en fonction des différentes conditions aux limites du

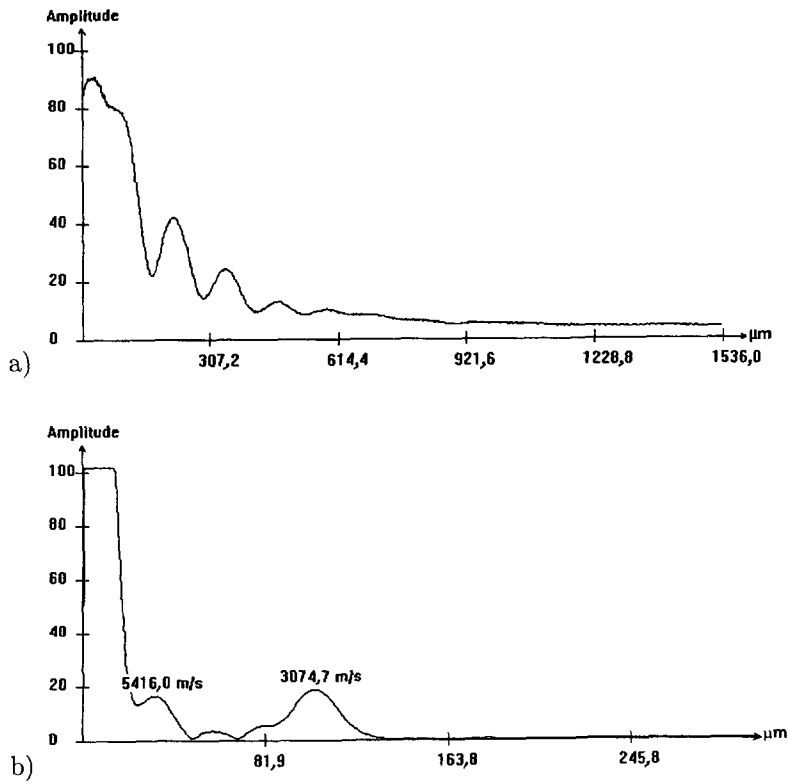


Fig. 7 — Signature acoustique $V(z)$ (a) effectuée à 50 MHz et spectre FFT correspondant (b) d'une couche Ag_2S (échantillon 1 ; $e = 0.4 \mu\text{m}$).

[Acoustic signature $V(z)$ (a) processed at 50 MHz and corresponding FFT spectrum (b) of the sprayed Ag_2S thin film (sample 1; $t = 0.4 \mu\text{m}$).]

Tableau I. — Données sur le substrat de pyrex et la couche Ag_2S utilisées pour la simulation.
[Data concerning the substrate (pyrex glass) and the layer (Ag_2S) used for the simulation.]

	masse volumique (kg/m^3)	vitesse longitudinale (m/s)	vitesse transverse (m/s)	vitesse de Rayleigh (m/s)	épaisseur (μm)
substrat pyrex	2230	5640	3280	3013	semi- ∞
couche Ag_2S	7326	—	—	—	0,4–1,9

Tableau II. — Données expérimentales de vitesse du premier mode effectuées à 50 MHz en fonction de l'épaisseur de la couche Ag_2S .

[Experimental data of velocity of the first mode performed at 50 MHz as a function of the film Ag_2S thickness.]

numéro de l'échantillon	1	2	3	4
épaisseur en (μm)	0,4	0,9	1,5	1,9
vitesse du premier mode (m/s)	3074	2978	2919	2797

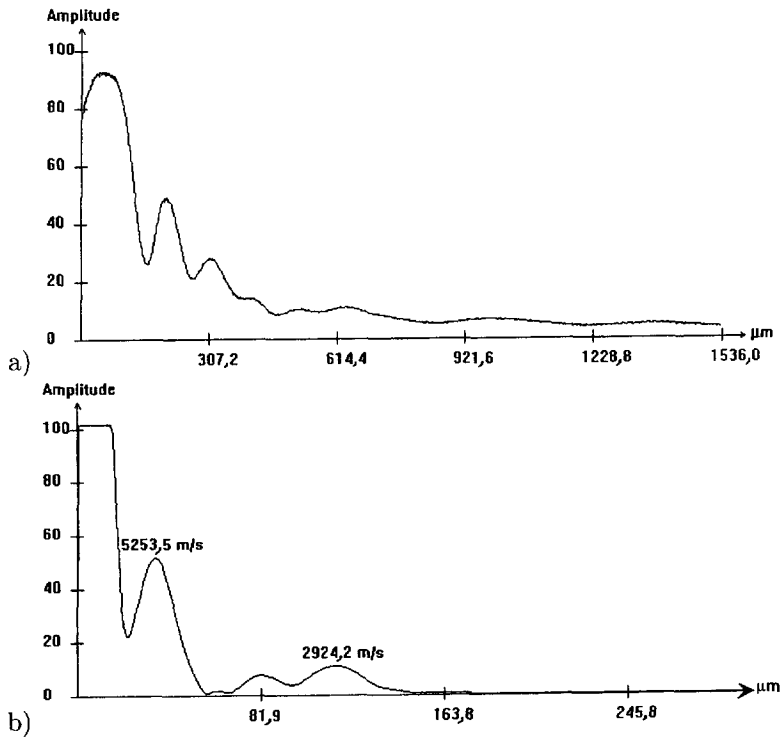


Fig 8. — Signature acoustique $V(z)$ (a) effectuée à 50 MHz et le spectre FFT correspondant (b) d'une couche Ag_2S (échantillon 3 ; $e = 1,5 \mu\text{m}$).

[Acoustic signature $V(z)$ (a) processed at 50 MHz and corresponding FFT spectrum (b) of the sprayed Ag_2S thin film (sample 3; $t = 1.5 \mu\text{m}$).]

système couche/substrat s'annule. En effet le modèle repose principalement sur la continuité des contraintes et des déplacements entre la couche et le substrat. Les valeurs de V_L et V_T trouvées sont respectivement 5115 et 3224 ms^{-1} . Sur la figure 9 est représentée la courbe de dispersion du système $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$ donnant un faible écart type.

Dans une deuxième étape, nous avons effectué des signatures acoustiques et leurs traitements par FFT pour des fréquences 130 et 570 MHz, figures 10 et 11.

Nous remarquons que l'aspect de la signature est modifié en faisant apparaître une importante diffusion en volume des ondes acoustiques. En effet cette diffusion est essentiellement liée aux défauts dans le volume (dislocation, joints des grains, liaisons pendantes ...) et par là la naissance d'une multitude de modes et surtout un fort amortissement des $V(z)$. La figure 12 illustre en particulier une légère différence entre la courbe de dispersion du système $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$ et les valeurs du premier mode détecté par FFT à 570 MHz. Cette différence est estimée au maximum à 8 % pour les valeurs maxima. L'allure de cette courbe avec la croissance du produit $e \times f$ fait que celle-ci débute de la vitesse de Rayleigh du substrat (3013 ms^{-1}), subit une légère diminution puis croit jusqu'à égaliser asymptotiquement la valeur de V_T de la couche (3224 ms^{-1}). Cette diminution peut être attribuée à une absorption énergétique de la part du système. Enfin, dans une dernière étape, connaissant les vitesses V_L et V_T de la couche

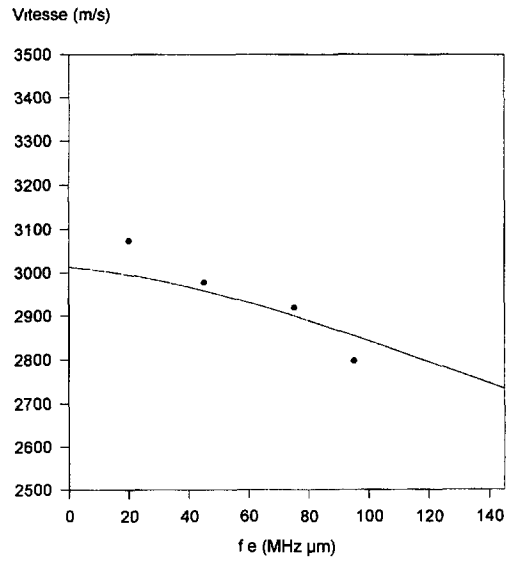


Fig. 9. — Courbe de dispersion du premier mode du système $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$, valeurs expérimentales des quatre épaisseurs effectuées à 50 MHz.

[Velocity dispersion curve of the first mode of the $\text{Ag}_2\text{S}/\text{pyrex}$ system, experimental values of four sample processed at 50 MHz.]

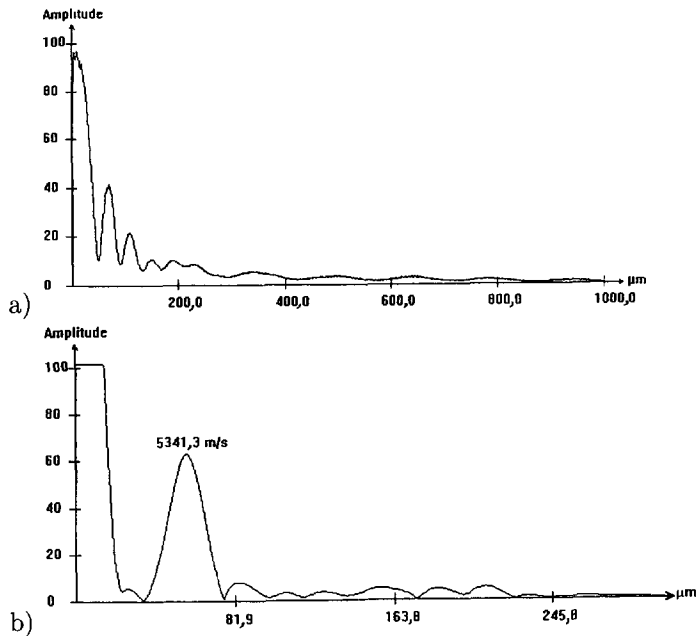


Fig. 10 — Signature acoustique $V(z)$ effectuée à 130 MHz d'une couche de Ag_2S préparée par spray (échantillon 1 ; $e = 0,4 \mu\text{m}$).

[Acoustic signature $V(z)$ processed at 130 MHz of the sprayed Ag_2S thin film (sample 1; $t = 0.4 \mu\text{m}$).]

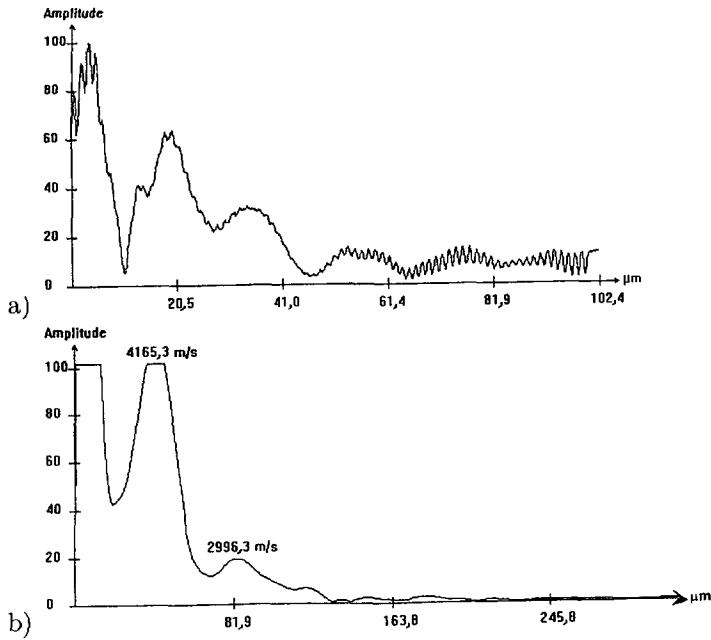


Fig. 11. — Signature acoustique $V(z)$ effectuée à 570 MHz d'une couche de Ag_2S préparée par spray (échantillon 1 . $e = 0,4 \mu m$).

[Acoustic signature $V(z)$ processed at 570 MHz of the sprayed Ag_2S thin film (sample 1; $t = 0.4 \mu m$).]

Y

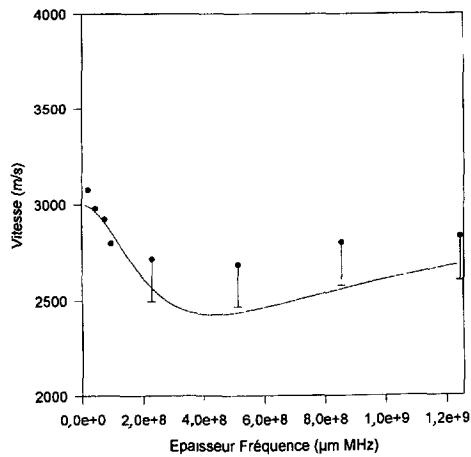


Fig. 12. — Courbe de dispersion du premier mode of the Ag_2S /pyrex valeurs expérimentales tachées de 8 % d'erreur

[Velocity dispersion of the first mode of the Ag_2S /pyrex system Experimental values within 8% of error.]

Tableau III. — *Constantes élastiques du matériau Ag₂S.*

[Elastic constants of the Ag₂S layer: Young modulus (E); Shear modulus (G); Bulk modulus (K) and Poisson ratio (σ).]

V_L (m/s)	V_T (m/s)	V_R (m/s)	Module d'Young E (GPa)	Module de cisaillement G (GPa)	Module de compressibilité K (GPa)	Coefficient de poisson σ
5115	3244	3309	179	77	89	0,16

de sulfure d'argent, E , G , K et σ sont déterminés à partir des expressions [12] :

- le module d'Young $\cdot E = \rho V_T^2 [(3V_L^2 - 4V_T^2)/(V_L^2 - V_T^2)]$
- le module de cisaillement : $G = \rho V_T^2$
- le module de compressibilité $\cdot K = \rho(3V_L^2 - 4V_T^2)/3$
- le coefficient de Poisson : $\sigma = (V_L^2 - 2V_T^2)/2(V_L^2 - V_T^2)$.

La vitesse de Rayleigh du matériau est reliée à V_L et V_T par [13] : $V_R = V_T$.

Les valeurs des constantes élastiques obtenues pour le sulfure d'argent sont données dans le tableau III. La valeur du module d'Young du matériau Ag₂S, de l'ordre de 180 GPa est cohérente avec celles des autres matériaux étudiés précédemment [18]. Elle est supérieure à celle des sulfures à structure lamellaire tels que SnS₂. Elle reste cependant relativement faible comparée à celle de beaucoup de composés iono-covalents. En effet elle traduit bien la spécificité de la liaison Ag-S et la mobilité des ions Ag⁺ qui permet de classer Ag₂S parmi les conducteurs ioniques rapides.

4. Conclusion

Les couches minces de sulfure d'argent, préparées par pulvérisation chimique réactive en phase liquide ont été étudiées par microscopie acoustique. L'analyse par signature acoustique $V(z)$ de différentes épaisseurs de ce matériau et utilisant des fréquences variables (50, 130 et 570 MHz), nous a permis d'atteindre ses propriétés élastiques. En effet un travail de simulation, se basant sur le modèle de Pilarski nous a conduit aux valeurs de V_T , V_L et E , respectivement 3224 m s⁻¹, 5115 m s⁻¹ et 180 GPa. De plus une discussion des résultats expérimentaux avec l'état de surface, de volume et de la structure du matériau a été faite en liaison avec des observations par MEB et AFM.

5. Remerciements

Les auteurs remercient J.M. Saurel du Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique de l'Université Montpellier II pour ses conseils et sa coopération scientifique.

Bibliographie

- [1] Eneva J., Kitova S., Panov A. and Haefke H., Vapor-deposited Ag₂S films as high-resolution photoregistering materials in the infrared region. *Gas-Phase and Surface Chemistry in Electronic Materials Processing*, T.J. Mountziaris Ed. (Pittsburgh, 1994) pp. 265-270
- [2] Kinoshita A., Photosensitive Characteristics of Ag₂S thin films. *Jap. J. Appl. Phys.* **13** (1974) 1027.
- [3] Abass A.K., The spectrally selective properties of chemically-deposited Ag₂S on aluminium. *Solar Energy Mater.* **17** (1988) 375.
- [4] Dong-Lae K. and Han-Il Y., Thermopower of asymmetric cell, Ag|AgI|Ag₂S, involving a mixed conductor Ag₂S as an information transmitter. *Solid State Ionics* **81** (1995) 135-143.
- [5] Dhumure S.S. and Lokhande C.D., Studies on the preparation and characterization of chemically deposited Ag₂S films from an acidic bath, *Thin solid films* **240** (1994) 1.
- [6] Maghraoui H., Dachraoui M., Belgacem S., Buhre K.D., Kunst R., Cowache P. and Lincot D., Structural, optical and transport properties of Ag₂S films deposited chemically from aqueous solution, *Thin Solid Films* **288** (1996) 217-223.
- [7] Motte L., Billoudet F. and Pileni M.P., Synthesis *in situ* of nanosize silver sulphide semiconductor particles in reverse micelles. *J Mater Sci.* **31** (1996) 38.
- [8] Vaidhyanathan B., Ganguli M. and Rao K.J., Fast solid state synthesis of metal vanadates and chalcogenides using microwave irradiation, *Materials Research Bulletin* **30** (1995) 1175.
- [9] Abass A.K., The spectrally selective properties of chemically - deposited Ag₂S on aluminium, *Solar Energy Materials* **17** (1988) 375.
- [10] Amlouk M., Dlala H., Belgacem S., Girard P. and Barjon D., Structural and optical properties of Ag₂S thin films prepared by spray, *Proceeding 5^{ème} Journées Maghrébines des Sciences des Matériaux* (Hammamet Tunisie 8-10 Nov. 1996) in press.
- [11] Da Fonseca R.J.M., Fredj-Allah L., Despau G., Boudour A., Robert L. and Attal J., Scanning acoustic microscopy-Recent applications in materials science, *Advanced Materials* **5** (1993) 508.
- [12] Briggs A., *Acoustic microscopy* (Clarendon Press, Oxford 1992).
- [13] Victor I.A., *Rayleigh and Lamb waves: physical theory and applications* (Plenum Press, New York 1967).
- [14] Kim Y.D., Ishizaki S. and Kato A., Preparation of Ag₂S - coated ZnS particles by an ion exchange method-effect of reaction conditions on the morphology of coated particles, *J. Mater. Sci. Lett.* **15** (1996) 943.
- [15] Krylov V.V. and Smirnova A.Z., Experimental study of Rayleigh wave dispersion on a rough surface, *Russian Ultrasonics* **20** (1990) 200-205.
- [16] Poirier M. and Cheeke J.D.N., An acoustic microscope for subsurface defects characterization: fringe pattern recognition and contrast enhancement by digital colorem coding, *Ultrasonics Symposium* (1982) 640-643.
- [17] Pilarski A., Ultrasonic wave propagation in a layered medium under different boundary conditions, *Archives of acoustic* **7** (1982) 61-70.
- [18] Mnari M., Cros B., Amlouk M., Belgacem S. and Barjon D., Characterization of SnO₂ and SnS₂ thin films by acoustic microscopy, submitted to publication.