



**HAL**  
open science

# Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contraintes par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT -SAW

Julien Deboucq

► **To cite this version:**

Julien Deboucq. Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contraintes par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT -SAW. Autre. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2012. Français. NNT : 2012VALE0017 . tel-00968435

**HAL Id: tel-00968435**

**<https://theses.hal.science/tel-00968435>**

Submitted on 1 Apr 2014

**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.

**Thèse de doctorat**

**Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de  
VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRESIS**

Discipline, spécialité selon la liste des spécialités pour lesquelles l'Ecole Doctorale est accréditée :  
**ELECTRONIQUE**

**Présentée et soutenue par Julien, DEBOUCQ.**

**Le 30/03/2012, à Valenciennes**

**Ecole doctorale :**

Sciences Pour l'Ingénieur (SPI)

**Equipe de recherche, Laboratoire :**

Institut d'Electronique, de Micro-Electronique et de Nanotechnologie/Département d'Opto-Acousto-Electronique (IEMN/DOAE)

**Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contrainte  
par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type  
IDT-SAW**

**JURY**

**Président du jury**

- Ourak, Mohamed. Professeur à l'Université de Valenciennes.

**Rapporteurs**

- Feuillard, Guy. Professeur à l'École Nationale d'Ingénieurs du Val de Loire.  
- Le Clezio, Emmanuel. Professeur à l'Université de Montpellier 2.

**Examineurs**

- Ourak, Mohamed. Professeur à l'Université de Valenciennes.  
- Gonon, Maurice. Maître de Conférences à l'Université de Mons.

**Directeur de thèse**

- Ouafrouh, Mohammadi. Professeur à l'Université de Valenciennes.

**Co-encadrant** : Duquennoy, Marc. Professeur à l'Université de Valenciennes.



*À mes chers parents, Marie-Claude et Jean-Michel,*

*À mon frère, Mathieu,*

*À Anne-Sophie et ma fille Julie,*

*À Bernard et Marine,*

*À la mémoire de mon grand ami Fred.*

*« La science moderne est un admirable monument qui fait honneur à l'espèce humaine et qui compense (un peu) l'immensité de sa bêtise guerrière. »*

Hubert Reeves





# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du département d'Opto-Acousto-Electronique de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie – UMR CNRS 8520, de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis. Ce département a été dirigé successivement par Messieurs les Professeurs Bertrand Nongaillard et Jamal Assaad. Je les remercie de m'avoir accueilli au sein de ce laboratoire afin d'y réaliser ce projet.

Je souhaite très sincèrement remercier Monsieur Guy Feuillard, professeur à l'École Nationale d'Ingénieurs du Val de Loire et Monsieur Emmanuel Le Clézio, professeur à l'Université de Montpellier 2, pour m'avoir fait l'honneur de rapporter cette thèse.

Mes remerciements vont également à Monsieur Mohamed Ourak, professeur et président de l'Université de Valenciennes, et Monsieur Maurice Gonon, maître de conférences à l'Université de Mons, qui ont accepté de faire partie de mon Jury en tant qu'examineurs.

Je désire remercier vivement mon directeur de thèse, Monsieur le professeur Mohammadi Ouafthouh, pour son soutien, ses précieux conseils et la confiance qu'il m'a accordés durant ces années. Je tiens également à remercier infiniment mon co-directeur Monsieur le professeur Marc Duquennoy, pour son appui et son investissement au quotidien. Ils m'ont tous deux accordé beaucoup de leur temps afin que je mène à bien ce projet et je les en remercie.

Mes remerciements vont également à ma famille. A mes parents qui m'ont toujours soutenu, à Anne-Sophie qui a été à mon écoute et qui a été source de motivation dans les moments un peu plus difficiles. Je remercie également Bernard Démoulin pour m'avoir encouragé à m'engager dans cette voie qu'est la Recherche.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers les différents membres du personnel du laboratoire qui ont contribué à l'enrichissement et au bon déroulement de ces travaux et sans qui une grande partie de ce travail n'aurait été possible. Je citerai notamment Monsieur Jean-Etienne Lefèbvre pour l'aide précieuse qu'il m'a apportée sur les programmes de calculs qu'il a réalisés et que j'ai pu adapter à mon étude. J'exprime ensuite ma plus vive reconnaissance à Monsieur Julien Carlier pour son initiation au travail en salle blanche et pour le temps qu'il a passé avec moi afin de me rendre totalement autonome sur la réalisation de mes capteurs. Je remercierai chaleureusement Timothée Briolet pour avoir partagé ses connaissances en modélisation mais également messieurs Marc Slachciak, Alexandre Bontemps et Frédéric Rivart qui ont mis à ma disposition leurs compétences pour le développement des processus

expérimentaux. J'ai énormément de gratitude envers Lucie Dupont mais également envers Didier Vandermoere pour leur participation dans la réalisation de mes capteurs et de mes échantillons. Toutes ces personnes ont toujours répondu présent à chaque fois que je les ai sollicitées.

Enfin j'exprime ma plus grande amitié à tous les membres du laboratoire qui m'ont permis de passer ces quelques années dans une ambiance chaleureuse et conviviale. Je n'oublie pas de remercier la grande et fine équipe de doctorants avec laquelle j'ai pu avoir de passionnants échanges au quotidien. Je citerai notamment, Fabien, Sabrina, Michaël, Fady, Christophe, Frédéric, Thomas, Quentin, Anthony, Nadine...

# Table des matières

INTRODUCTION GENERALE .....	1
-----------------------------	---

## **Chapitre 1 : Propagation des ondes élastiques en milieux contraint et non contraint**

INTRODUCTION.....	7
<b>1.1 RAPPELS SUR L'ELASTICITE ET LA PIEZOELECTRICITE .....</b>	<b>8</b>
1.1.1 TENSEURS DE CONTRAINTES ET DE DEFORMATIONS .....	8
1.1.2 CONSTANTES ELASTIQUES DES SOLIDES .....	9
1.1.2.1 <i>La loi de Hooke</i> .....	9
1.1.2.2 <i>Energie élastique d'un solide déformé. Relation de Maxwell</i> .....	11
1.1.2.3 <i>Système isotrope</i> .....	12
1.1.2.4 <i>Systèmes anisotropes</i> .....	12
1.1.2.5 <i>Solide piézoélectrique</i> .....	13
<b>1.2 PROPAGATION DES ONDES ELASTIQUES DANS UN MILIEU NON CONTRAINT .....</b>	<b>15</b>
1.2.1 RAPPEL SUR LES PRINCIPALES ONDES ELASTIQUES GUIDEES.....	15
1.2.2 EQUATIONS DE MOUVEMENT.....	20
1.2.2.1 <i>Solide anisotrope non-piézoélectrique</i> .....	20
1.2.2.2 <i>Cas d'un solide isotrope</i> .....	22
1.2.2.3 <i>Cas d'un solide piézoélectrique</i> .....	22
1.2.3 RESOLUTION DE L'EQUATION DE PROPAGATION POUR L'ONDE DE RAYLEIGH SUR UN SUBSTRAT ANISOTROPE ET PIEZOELECTRIQUE .....	25
1.2.4 PROPAGATION DES ONDES DE RAYLEIGH DANS LE NIOBATE DE LITHIUM .....	29
<b>1.3 EQUATIONS DE PROPAGATION D'UNE ONDE ACOUSTIQUE DANS UN MILIEU CONTRAINT.....</b>	<b>31</b>
1.3.1 DEFINITION DES PARAMETRES CARACTERISTIQUES D'UN MATERIAU AU SEIN DUQUEL SE PROPAGE UNE ONDE ACOUSTIQUE .....	31
1.3.2 EQUATION DE PROPAGATION D'UNE ONDE ACOUSTIQUE DANS UN MILIEU CONTRAINT .....	34
<b>1.4 EXPRESSION DES VITESSES DE PROPAGATION DES ONDES DE VOLUME DANS UN MILIEU CONTRAINT.....</b>	<b>39</b>
<b>1.5 PROPAGATION DE L'ONDE DE RAYLEIGH EN CHAMP DE CONTRAINTE UNIFORME</b>	<b>41</b>
CONCLUSION.....	47

## **Chapitre 2 : Transducteurs interdigités à ondes acoustiques de surface : principe, étude et réalisation**

<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>51</b>
<b>2.1 HISTORIQUE DES CAPTEURS INTERDIGITES A ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE</b>	<b>51</b>
<b>2.2 UTILISATION DES CAPTEURS IDT POUR LE CONTROLE NON DESTRUCTIF</b> .....	<b>55</b>
<b>2.3 GENERATION DES ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE DE TYPE RAYLEIGH PAR LES TRANSDUCTEURS INTERDIGITES</b> .....	<b>57</b>
2.3.1 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT .....	57
2.3.2 EFFETS SECONDAIRES ET CORRECTIONS POSSIBLES .....	59
2.3.2.1 Ondes de volumes .....	59
2.3.2.2 Diffraction.....	60
2.3.2.3 Réflexions.....	60
2.3.3 CHOIX DU MATERIAU PIEZOELECTRIQUE .....	60
2.3.4 REPONSE FREQUENTIELLE D'UN IDT .....	61
2.3.5 BANDE PASSANTE D'UN IDT .....	64
2.3.6 SCHEMA EQUIVALENT .....	66
2.3.6.1 Schéma équivalent en série.....	66
2.3.6.2 Schéma équivalent en parallèle .....	68
2.3.7 IDT UNIDIRECTIONNELS OU UDT.....	69
<b>2.4 TECHNOLOGIES DE FABRICATION</b> .....	<b>70</b>
2.4.1 GENERALITES SUR LES COUCHES MINCES ET LEUR DEPOT .....	70
2.4.1.1 Procédé chimique, dépôt CVD.....	71
2.4.1.2 Procédé physique, dépôt PVD .....	72
2.4.2 TECHNIQUE DE GRAVURE .....	74
2.4.2.1 Gravure sèche (gravure plasma) .....	76
2.4.2.2 Gravure humide .....	76
2.4.3 LA PHOTOLITHOGRAPHIE ET LA TECHNIQUE <i>LIFT-OFF</i> .....	77
2.4.3.1 Résines pour la photolithographie.....	78
2.4.3.2 Le recuit.....	79
2.4.3.3 Le photomasque .....	79
2.4.3.4 Le développement .....	80
2.4.4 INTERCONNEXION : LA TECHNIQUE FILAIRE .....	81
<b>2.5 REALISATION ET CARACTERISATION DES TRANSDUCTEURS IDT</b> .....	<b>82</b>
2.5.1 OPTIMISATION DE LA BANDE PASSANTE .....	83
2.5.2 MODELISATION DES CAPTEURS IDT PAR ELEMENTS FINIS .....	84
2.5.3 REALISATION DES CAPTEURS IDT .....	86
2.5.4 CARACTERISATION ELECTRIQUE .....	89

2.5.5	CARACTERISATION ACOUSTIQUE.....	91
<b>CONCLUSION.....</b>		<b>93</b>

## **Chapitre 3 : Caractérisation ultrasonore de structures à couche**

<b>INTRODUCTION.....</b>		<b>97</b>
<b>3.1</b>	<b>RAPPEL GENERAL SUR LES COUCHES MINCES.....</b>	<b>97</b>
3.1.1	INTRODUCTION.....	97
3.1.2	EXEMPLES D'APPLICATIONS DES COUCHES MINCES.....	98
3.1.2.1	<i>Dans les composants et les dispositifs électroniques.....</i>	<i>98</i>
3.1.2.2	<i>Couches minces pour l'optique.....</i>	<i>100</i>
<b>3.2</b>	<b>PROPAGATION DES ONDES DE RAYLEIGH DANS LES STRUCTURES A COUCHE.....</b>	<b>100</b>
3.2.1	EQUATION DE PROPAGATION ET CONDITIONS AUX LIMITES.....	101
3.2.1.1	<i>Solutions de l'équation de propagation.....</i>	<i>101</i>
3.2.1.2	<i>Conditions aux limites.....</i>	<i>103</i>
3.2.2	RELATIONS DE DISPERSION POUR LES MODES DE RAYLEIGH.....	104
3.2.3	LES DIFFERENTS MODES DE RAYLEIGH.....	106
3.2.3.1	<i>Cas "stiffening".....</i>	<i>106</i>
3.2.3.2	<i>Cas "loading".....</i>	<i>108</i>
3.2.3.3	<i>Cas intermédiaire.....</i>	<i>109</i>
<b>3.3</b>	<b>CARACTERISATION DE COUCHES MINCES DEPOSEES SUR UN SUBSTRAT.....</b>	<b>111</b>
3.3.1	METHODES DE CARACTERISATION CLASSIQUEMENT EMPLOYEES.....	111
3.3.1.1	<i>La nano-indentation.....</i>	<i>112</i>
3.3.1.2	<i>Le profilomètre.....</i>	<i>113</i>
3.3.1.3	<i>Les méthodes ultrasonores.....</i>	<i>114</i>
3.3.2	CARACTERISATION DE COUCHES DEPOSEES SUR SUBSTRAT DE VERRE PAR ONDES DE SURFACE HF GENEREES PAR IDT.....	119
3.3.2.1	<i>Protocole expérimental.....</i>	<i>119</i>
3.3.2.2	<i>Modélisation de la transmission de l'onde surface par éléments finis.....</i>	<i>122</i>
3.3.2.3	<i>Dispersion du mode de Rayleigh sur les structures or/verre.....</i>	<i>123</i>
3.3.2.4	<i>Résultats expérimentaux.....</i>	<i>125</i>
3.3.2.5	<i>Méthode d'inversion.....</i>	<i>127</i>
3.3.2.6	<i>Détermination des propriétés de la couche et du substrat.....</i>	<i>128</i>
<b>CONCLUSION.....</b>		<b>132</b>

## **Chapitre 4 : Caractérisation de structures à gradient de contrainte**

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>135</b>
<b>4.1 RAPPEL SUR LE VERRE ET SUR SON ELABORATION .....</b>	<b>135</b>
4.1.1 LE VERRE .....	135
4.1.2 LA TRANSITION VITREUSE .....	136
4.1.3 ELABORATION DU VERRE .....	139
4.1.3.1 <i>Les oxydes formateurs, modificateurs et intermédiaires.....</i>	<i>139</i>
4.1.3.2 <i>Les différentes étapes de production du verre .....</i>	<i>140</i>
4.1.3.3 <i>Différentes catégories de verre industriel.....</i>	<i>141</i>
4.1.3.4 <i>Températures de référence .....</i>	<i>142</i>
4.1.3.5 <i>Le renforcement du verre.....</i>	<i>143</i>
4.1.4 LES PROPRIETES ELASTIQUES .....	145
<b>4.2 DETERMINATION DES CONSTANTES ELASTIQUES.....</b>	<b>148</b>
4.2.1 CONSTANTES ELASTIQUES DU DEUXIEME ORDRE .....	151
4.2.2 CONSTANTES ELASTIQUES DU TROISIEME ORDRE .....	152
<b>4.3 CARACTERISATION D'UN VERRE TREMPE CHIMIQUEMENT .....</b>	<b>154</b>
4.3.1 PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....	155
4.3.2 DISPERSION DU MODE DE RAYLEIGH SUR LES PLAQUES DE VERRE TREMPEE CHIMIQUEMENT .....	157
4.3.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	160
4.3.4 METHODE D'INVERSION .....	161
4.3.5 ESTIMATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR ONDE DE RAYLEIGH .....	162
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>167</b>
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>169</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>173</b>

# Introduction générale

Dans les dispositifs aux échelles macroscopique et microscopique, les éléments de structure ainsi que les différentes pièces sollicitées en fonctionnement le sont par l'intermédiaire de surfaces qui sont des lieux privilégiés d'interactions mécaniques et chimiques. La connaissance et la maîtrise de ces surfaces sont un point clef du développement des matériaux utilisés pour ces usages. Les objectifs de ces surfaces se présentant sous forme de revêtements et de dépôts sont multiples. Il peut s'agir, par exemple, d'améliorer la durabilité des structures, notamment leur résistance à l'usure et à la fatigue ou de rechercher des propriétés physiques ou électroniques particulières.

D'autre part, les matériaux à gradient sont actuellement développés en vue de répondre à de nouvelles exigences fonctionnelles, comme de meilleures tenues en température, en usure, en corrosion, en capacité d'amortissement mécanique et en légèreté. Pour toutes ces applications, la caractérisation de ces revêtements et de ces matériaux à gradient, afin d'en déterminer leurs propriétés (épaisseur, constantes élastiques, adhérence, contraintes résiduelles, etc.), est déterminante pour le contrôle santé des pièces et pour leur fonctionnement optimal au cours de leur utilisation.

Pour caractériser ces revêtements et ces gradients, les méthodes ultrasonores employant des ondes de surface sont particulièrement intéressantes. En effet, les ondes acoustiques de surface de type Rayleigh, se propagent à la surface d'un matériau et l'énergie véhiculée par ces ondes est confinée sous la surface dans une couche d'épaisseur de l'ordre d'une longueur d'onde. Ce type d'onde constitue donc un candidat très intéressant pour la caractérisation de ces structures à condition de travailler en haute fréquence, c'est-à-dire sur une large gamme fréquentielle (10-100 MHz) qui s'étend sur des fréquences qui vont bien au-delà de la gamme typiquement employée en CND (1-10MHz).

Différentes techniques sont aujourd'hui disponibles pour générer des ondes de surface dans ce type de structures et sur un tel domaine de fréquence (signature acoustique, ultrason-laser, etc.) mais plusieurs impératifs quant à la nature des structures à caractériser font que nous avons choisi de développer une solution alternative : l'utilisation de capteurs MEMS de type IDT-SAW. En effet, certaines structures ne peuvent pas facilement ou ne doivent pas être immergées. Dans d'autres cas, en fonction de la nature des matériaux, l'aptitude de la technique ultrasons-laser varie en fonction de la profondeur de pénétration des radiations lumineuses et/ou de la fragilité des couches analysées. En particulier, il est possible de rencontrer certaines difficultés avec cette méthode pour l'étude de matériaux transparents tels que le verre. C'est pourquoi, dans ce travail de thèse, des capteurs MEMS de type IDT-SAW (capteurs interdigités, IDT) ont été étudiés et réalisés pour assurer la génération des ondes de surface HF.



Actuellement, ce type de capteurs IDT est essentiellement utilisé dans des dispositifs acousto-électroniques de traitement de signal tels que les filtres à ondes de surface. Dans les applications de caractérisation non destructives, les capteurs IDT sont très peu utilisés et généralement dans des domaines de fréquence de quelques mégahertz. Dans ce travail de thèse, nous avons donc adapté les capteurs IDT aux fréquences de travail utiles à nos études (10-60 MHz) et nous les avons optimisés en modélisant leur comportement et en effectuant divers essais et caractérisations.

Afin d'obtenir des estimations précises des vitesses de propagation des ondes de surface, nous avons privilégié des capteurs IDT-SAW à bande étroite, ce qui nous a permis de générer des ondes de surfaces quasi-monochromatiques et de cette manière, d'avoir la possibilité de mesurer directement les vitesses de phase et avec précision en utilisant des techniques telle que la méthode d'inter-corrélation. Un des points essentiels dans notre analyse est, compte-tenu de la dispersion des ondes de surface sur une structure de type couche sur substrat ou à gradient de contrainte, d'avoir une variation de vitesse de plusieurs centaines de mètres par seconde sur la plage de fréquences envisageable avec l'utilisation des capteurs IDT-SAW. C'est précisément en exploitant cette variation importante de vitesse que nous allons obtenir, par inversion, des précisions intéressantes sur les caractéristiques des structures à couche et à gradient. Cette démarche conduit en contrepartie à réaliser des mesures de vitesses sur une grande plage de fréquences, d'où le recours à plusieurs capteurs interdigités.

Dans le premier chapitre, nous allons rappeler les définitions des différents tenseurs et les principaux résultats utilisés en élasticité ainsi que les relations tensorielles générales régissant les phénomènes piézoélectriques. Nous allons également faire une brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées par des structures typiques telles qu'une interface entre deux solides, une plaque ou une structure couche sur substrat. Nous nous intéresserons ensuite à la propagation d'une onde de Rayleigh dans un solide anisotrope piézoélectrique non contraint. Puis, nous présenterons les résultats obtenus dans le cas du niobate de lithium qui nous ont permis de justifier le choix de la coupe pour la réalisation des transducteurs interdigités dont l'étude sera faite au deuxième chapitre. La dernière partie de ce premier chapitre, sera consacrée à la propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint en commençant par rappeler les équations décrivant l'interaction de l'onde avec un champ de contraintes. La résolution de ces équations nous permettra d'obtenir les expressions des vitesses des ondes de volume dans le cas d'un milieu isotrope comme le verre qui sera l'objet de notre étude au chapitre 4. Cette étude en ondes de volume est nécessaire pour établir les expressions analytiques des constantes élastiques du second et du troisième ordre à partir de l'inversion des relations donnant les vitesses. Connaissant ces différentes constantes, nous aborderons enfin la propagation de l'onde de Rayleigh en présence d'un champ de contrainte uniforme en établissant en particulier les coefficients acoustoélastiques relatifs à cette onde.

Dans le second chapitre, après avoir présenté un bref historique sur les capteurs à ondes acoustiques de surface et un état de l'art sur leur utilisation pour le CND, nous décrirons comment sont générées des ondes acoustiques de surface à l'aide d'un transducteur interdigité. La partie suivante sera consacrée aux technologies de réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface au travers de la description des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces. Ensuite, nous nous intéresserons à la modélisation de ces capteurs afin de choisir les paramètres qui nous permettront d'obtenir les performances nécessaires pour la caractérisation de structures à couche et à gradient. Nous donnerons des détails sur les capteurs IDT qui ont été fabriqués et que nous avons caractérisés électriquement et acoustiquement. Enfin, nous comparerons les résultats de la modélisation avec ceux observés expérimentalement.

Le troisième chapitre sera consacré à la résolution du problème inverse dans le but de caractériser des structures de type couche sur substrat à partir de courbes de dispersions expérimentales des ondes acoustiques de surface se propageant dans ces structures en privilégiant le premier mode de type Rayleigh. Dans le cadre de la résolution de ce problème inverse, nous allons faire correspondre les vitesses calculées théoriquement à celles mesurées expérimentalement en ajustant les paramètres élastiques de la structure analysée. Les caractéristiques de cette dernière seront ainsi déduites à partir du modèle théorique et des mesures expérimentales. Nous nous proposons dans ce chapitre de résoudre le problème inverse sur deux échantillons de verre sur lesquels nous avons déposé une couche d'or de 500nm et 1 $\mu$ m respectivement. Ces échantillons sont caractérisés par des ondes acoustiques de surface hautes fréquences générées par des transducteurs interdigités et détectées par interférométrie laser. Nous effectuons dans une première partie un bref rappel sur les couches minces ainsi que sur la propagation des ondes de Rayleigh dans ces structures de type couche sur substrat. Enfin, nous détaillerons le protocole expérimental qui nous a permis de mesurer les vitesses de phase des ondes de surface et la résolution du problème inverse qui nous a permis d'estimer les paramètres recherchés.

L'objectif du quatrième chapitre est de mettre à profit les ondes acoustiques de surface générées par des capteurs IDT pour l'estimation des contraintes résiduelles dans des verres trempés chimiquement. Après une présentation du verre et de ses propriétés, nous exposerons les deux principales méthodes de renforcement du verre par trempes thermique et chimique et les gradients de contraintes associés. Ensuite, nous aborderons la caractérisation de structures à gradient de contraintes en considérant le cas de la trempe chimique. Nous présentons au même titre que dans le précédent chapitre, le dispositif mis en place qui nous a permis d'effectuer les mesures de vitesses de propagation des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh. Enfin, nous présenterons la méthode d'inversion qui nous a permis de remonter jusqu'à l'estimation de la valeur de la contrainte dans chaque plaque de verre ainsi que l'épaisseur contrainte.



# Chapitre 1

## Propagation des ondes élastiques en milieux contraint et non contraint

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>7</b>
<b>1.1 RAPPELS SUR L'ELASTICITE ET LA PIEZOELECTRICITE .....</b>	<b>8</b>
1.1.1 TENSEURS DE CONTRAINTES ET DE DEFORMATIONS .....	8
1.1.2 CONSTANTES ELASTIQUES DES SOLIDES .....	9
1.1.2.1 <i>La loi de Hooke</i> .....	9
1.1.2.2 <i>Energie élastique d'un solide déformé. Relation de Maxwell</i> .....	11
1.1.2.3 <i>Système isotrope</i> .....	12
1.1.2.4 <i>Systèmes anisotropes</i> .....	12
1.1.2.5 <i>Solide piézoélectrique</i> .....	13
<b>1.2 PROPAGATION DES ONDES ELASTIQUES DANS UN MILIEU NON CONTRAINT .....</b>	<b>15</b>
1.2.1 RAPPEL SUR LES PRINCIPALES ONDES ELASTIQUES GUIDEES.....	15
1.2.2 EQUATIONS DE MOUVEMENT.....	20
1.2.2.1 <i>Solide anisotrope non-piézoélectrique</i> .....	20
1.2.2.2 <i>Cas d'un solide isotrope</i> .....	22
1.2.2.3 <i>Cas d'un solide piézoélectrique</i> .....	22
1.2.3 RESOLUTION DE L'EQUATION DE PROPAGATION POUR L'ONDE DE RAYLEIGH SUR UN SUBSTRAT ANISOTROPE ET PIEZOELECTRIQUE .....	25
1.2.4 PROPAGATION DES ONDES DE RAYLEIGH DANS LE NIOBATE DE LITHIUM .....	29
<b>1.3 EQUATIONS DE PROPAGATION D'UNE ONDE ACOUSTIQUE DANS UN MILIEU CONTRAINT.....</b>	<b>31</b>
1.3.1 DEFINITION DES PARAMETRES CARACTERISTIQUES D'UN MATERIAU AU SEIN DUQUEL SE PROPAGE UNE ONDE ACOUSTIQUE .....	31
1.3.2 EQUATION DE PROPAGATION D'UNE ONDE ACOUSTIQUE DANS UN MILIEU CONTRAINT .....	34
<b>1.4 EXPRESSION DES VITESSES DE PROPAGATION DES ONDES DE VOLUME DANS UN MILIEU CONTRAINT .....</b>	<b>39</b>
<b>1.5 PROPAGATION DE L'ONDE DE RAYLEIGH EN CHAMP DE CONTRAINTE UNIFORME</b>	<b>41</b>
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>47</b>



# Introduction

Les lois générales de l'élasticité et de la piézoélectricité sont maintenant parfaitement connues et sont appliquées à différents types de structures pour lesquelles il existe rarement de solutions analytiques. Dans ce chapitre, nous allons rappeler les définitions des différents tenseurs et les principaux résultats utilisés en élasticité ainsi que les relations tensorielles générales régissant les phénomènes piézoélectriques.

Nous allons également faire, aux paragraphes suivants, une brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées par des structures typiques telles qu'une interface entre deux solides, une plaque ou une structure couche sur substrat. Cette présentation sera suivie ensuite d'un rappel sur les équations fondamentales de la propagation des ondes élastiques dans un milieu illimité non contraint isotrope, anisotrope ou piézoélectrique. Dans ce chapitre, on s'intéressera aussi à la propagation d'une onde de Rayleigh dans un solide anisotrope piézoélectrique non contraint. Nous donnerons les équations de mouvement pour cette onde ainsi que le formalisme permettant de calculer sa vitesse de propagation et le coefficient de couplage électromécanique. Puis, nous présenterons les résultats obtenus dans le cas du niobate de lithium qui nous ont permis de justifier le choix de la coupe du  $\text{LiNbO}_3$  pour la réalisation des transducteurs interdigués dont l'étude sera faite au deuxième chapitre.

L'ensemble des relations et équations rappelées à ce stade du chapitre sont valables pour un milieu non contraint. Dans le cas d'un milieu en présence de contraintes, celles-ci ont une influence directe sur la propagation des ondes ultrasonores. Un des objectifs de ce travail est d'étudier les potentialités des ondes de Rayleigh pour l'estimation du niveau de contrainte résiduelle dans le verre en surface. La dernière partie de ce chapitre, sera donc consacrée à la propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint en commençant par rappeler les équations décrivant l'interaction de l'onde avec un champ de contraintes. La résolution de ces équations nous permettra d'obtenir les expressions des vitesses des ondes de volume dans le cas d'un milieu isotrope comme le verre qui sera l'objet de notre étude au chapitre 4. Cette étude en ondes de volume est nécessaire pour établir les expressions analytiques des constantes élastiques du second et du troisième ordre à partir de l'inversion des relations donnant les vitesses. Connaissant ces différentes constantes, nous aborderons enfin la propagation de l'onde de Rayleigh en présence d'un champ de contraintes uniforme en établissant en particulier les coefficients acoustoélastiques relatifs à cette onde.

## 1.1 Rappels sur l'élasticité et la piézoélectricité

### 1.1.1 Tenseurs de contraintes et de déformations

Sous l'action de forces extérieures, un solide subit une déformation si ses particules se déplacent relativement les unes par rapport aux autres. Les forces moléculaires engendrent des contraintes qui tendent à le ramener dans son état d'équilibre [Royer 96].

Considérons un point matériel M de coordonnées  $x_i$  qui sous l'action de forces extérieures vient en M' de coordonnées,  $\bar{x}_I = x_I + \bar{u}_I$ ,  $u_I$  définit son déplacement.

Les éléments du tenseur de déformation s'expriment sous la forme:

$$E_{IJ} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_I}{\partial x_J} + \frac{\partial u_J}{\partial x_I} + \frac{\partial u_K}{\partial x_I} \frac{\partial u_K}{\partial x_J} \right) \quad \text{avec } I, J = 1, 2, 3. \quad (\text{Eq 1.1})$$

Dans le cas des faibles déformations, le terme du second ordre devient négligeable par rapport au terme du premier ordre de l'équation (Eq 1.1). Nous définissons alors le tenseur infinitésimal des déformations noté  $e_{IJ}$  par [Morgan 91] :

$$e_{IJ} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_I}{\partial x_J} + \frac{\partial u_J}{\partial x_I} \right). \quad (\text{Eq 1.2})$$

### Equation fondamentale de l'élastodynamique :

Considérons un élément de volume de forme quelconque soumis à des efforts appliqués sur la surface de séparation du corps et à des forces extérieures  $\vec{f}$ , dues au champ de pesanteur par exemple, qui s'exercent dans le volume du solide. La condition d'équilibre statique est donnée par [Royer 96] :

$$\frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_J} + f_I = 0, \quad (\text{Eq 1.3})$$

où  $T_{IJ}$  représentent les composantes du tenseur des contraintes.

En régime dynamique, l'application de la loi de Newton à un élément de volume du corps en mouvement de masse volumique  $\rho$  conduit à la relation fondamentale de la dynamique :

$$\frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_J} + f_I = \rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} \quad \text{avec } I, J = 1, 2, 3. \quad (\text{Eq 1.4})$$

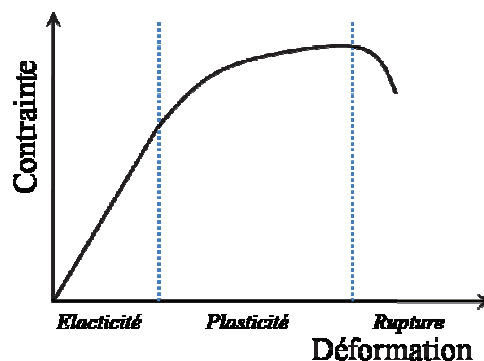
L'équation (Eq 1.4) est l'équation fondamentale de l'élastodynamique des milieux solides continus appelée également l'équation de mouvement de Newton sans pertes acoustiques.

## 1.1.2 Constantes élastiques des solides

Un solide est élastique s'il retrouve son état initial lorsque les forces extérieures qui l'ont déformé ont été supprimées. Ce retour à l'état de départ est dû aux contraintes internes. Les contraintes et les déformations s'annulent simultanément au repos.

### 1.1.2.1 La loi de Hooke

Pour les faibles déformations, il a été observé expérimentalement que les déformations d'un solide sont linéairement proportionnelles aux contraintes qui lui sont appliquées. Quand les déformations sont plus importantes, cette relation devient non-linéaire mais le solide revient à son état initial quand les contraintes sont supprimées. Par contre, quand les déformations augmentent et dépassent une certaine limite, ces déformations ne sont plus élastiques. Après cette limite élastique, le solide se déforme d'une façon permanente (déformation plastique) et finalement il se brise. La figure 1-1 représente l'interdépendance entre contraintes et déformations en fonction de l'intensité des contraintes :



*Figure 1-1 : Relation typique entre contraintes et déformations dans un solide*

Dans l'hypothèse des petites déformations (solide élastique non-piézoélectrique), il existe une relation biunivoque entre contrainte et déformation. Il a été montré que le comportement élastique de la plupart



des matières peut être décrit par le terme du premier ordre du développement de Taylor de la relation suivante [Dieulesaint 74] :

$$T_{IJ}(e_{KL}) = T_{IJ}(0) + \left( \frac{\partial T_{IJ}}{\partial e_{KL}} \right)_{e_{KL}=0} e_{KL} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial^2 T_{IJ}}{\partial e_{KL} \partial e_{MN}} \right)_{\substack{e_{KL}=0 \\ e_{MN}=0}} e_{KL} e_{MN} + \dots \quad (\text{Eq 1.5})$$

et puisque  $T_{IJ}(0) = 0$ , nous obtenons :

$$T_{IJ} = C_{IJKL} e_{KL} \quad \text{avec } I, J, K, L = 1, 2, 3, \quad (\text{Eq 1.6})$$

$$\text{avec : } C_{IJKL} = \left( \frac{\partial T_{IJ}}{\partial e_{KL}} \right)_{e_{KL}=0}.$$

Les éléments d'un tenseur  $C_{IJKL}$ , de rang 4, sont les modules d'élasticité ou coefficients de rigidité. Les tenseurs  $T_{IJ}$  et  $e_{KL}$  étant symétriques, les constantes élastiques  $C_{IJKL}$  ne changent donc pas lors d'une permutation des 2 premiers ou des 2 derniers indices [Auld 73 ; Royer 96] :

$$C_{IJKL} = C_{JKL} = C_{MLK} = C_{KLIJ}.$$

$$\text{La loi de Hooke devient : } T_{IJ} = \frac{1}{2} \left( C_{IJKL} \frac{\partial u_K}{\partial x_L} + C_{IJKL} \frac{\partial u_L}{\partial x_K} \right).$$

Etant donné que  $C_{IJKL} = C_{JLKI}$  cela peut s'écrire encore sous la forme :

$$T_{IJ} = C_{IJKL} \frac{\partial u_L}{\partial x_K}. \quad (\text{Eq 1.7})$$

Les constantes élastiques  $C_{IJKL}$  sont repérées, en notation contractée, par deux indices  $\alpha$  et  $\beta$  tels que :

$$C_{IJKL} = C_{\alpha\beta} \text{ avec } \alpha \rightarrow (IJ) \text{ et } \beta \rightarrow (KL).$$

$$\begin{aligned} \alpha &= I \text{ quand } I = J \\ \alpha &= 9 - I - J \text{ quand } I \neq J \\ \beta &= K \text{ quand } K = L \\ \beta &= 9 - K - L \text{ quand } K \neq L \end{aligned} \quad I, J, K, L = 1, 2, 3$$

$$\text{La loi de Hooke devient alors : } T_{\alpha} = C_{\alpha\beta} e_{\beta}, \quad \text{avec } \alpha, \beta = 1, 2, 3, 4, 5, 6 \text{ et}$$

Les éléments des tenseurs  $\bar{e}$  et  $\bar{T}$  sont notés :

$$\begin{aligned} e_1 &= e_{11} & e_2 &= e_{22} & e_3 &= e_{33} & e_4 &= 2 e_{23} & e_5 &= 2 e_{13} & e_6 &= 2 e_{12} \\ T_1 &= T_{11} & T_2 &= T_{22} & T_3 &= T_{33} & T_4 &= T_{23} = T_{32} & T_5 &= T_{31} = T_{13} & T_6 &= T_{21} = T_{12}. \end{aligned}$$

### 1.1.2.2 Energie élastique d'un solide déformé. Relation de Maxwell

Le travail effectué par les forces extérieures pendant la déformation est emmagasinée dans le solide sous forme d'énergie potentielle élastique puisque, dès que les forces extérieures sont supprimées, cette énergie est restituée par les tensions internes qui redonnent au solide son état initial. Lors d'une variation des déformations  $de_{IJ}$ , la densité d'énergie potentielle élastique ( $\eta^{pe}$ ) par unité de volume est égale à :

$$d\eta^{pe} = T_{IJ}de_{IJ} = \delta w. \quad (\text{Eq 1.8})$$

Ainsi la variation de l'énergie interne  $U$  par unité de volume s'écrit :

$$dU = \delta w + \delta Q, \quad (\text{Eq 1.9})$$

$\delta Q$  étant la quantité de chaleur reçue par unité de volume.

$\delta w$  et  $\delta Q$  ne sont pas des différentielles exactes, d'où la notation. Ainsi, l'énergie interne ou l'énergie libre d'origine mécanique, soit, sans préciser les conditions thermodynamiques, l'énergie potentielle élastique  $e_p$  (par unité de volume), est une forme quadratique des déformations :

$$e_p = \frac{1}{2} C_{IJKL} e_{IJ} e_{KL}. \quad (\text{Eq 1.10})$$

Suivant que le processus de déformation est adiabatique ou isotherme, cette quantité représente l'accroissement de l'énergie interne ou de l'énergie libre par unité de volume du solide élastique.

La relation de Maxwell, vraie pour tout solide, s'écrit en notation matricielle :

$$C_{\alpha\beta} = C_{\beta\alpha}, \quad (\text{Eq 1.11})$$

avec  $\alpha \leftrightarrow (IJ)$  et  $\beta \leftrightarrow (KL)$ , il est possible de simplifier l'écriture, car les constantes élastiques ne changent pas lors d'une permutation des deux premiers ou des deux derniers indices. Les modules élastiques indépendants peuvent alors être repérés par deux indices  $\alpha$  et  $\beta$ .

Le tableau 6x6 de coefficients  $C_{\alpha\beta}$ , constante élastique, est donc symétrique par rapport à la diagonale principale [Royer 96] :

$$(C_{\alpha\beta}) = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{27} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{pmatrix}. \quad (\text{Eq 1.12})$$

Le cristal décrit par cette matrice, appartient au système triclinique. Ce système réticulaire fait partie des réseaux de Bravais. Tous les matériaux ont une symétrie correspondant à l'un des réseaux de Bravais. Le système triclinique est le plus riche car il possède 21 constantes élastiques indépendantes. Fort heureusement, la symétrie ponctuelle des autres systèmes cristallins intervient et réduit le nombre des modules indépendants.

### 1.1.2.3 Système isotrope

Dans une base orthonormée, les constantes physiques d'un matériau isotrope sont indépendantes du choix des axes de référence qui composent cette base. Les éléments du tenseur des rigidités élastiques  $C_{IJKL}$  pour un solide isotrope s'écrivent :

$$(C_{\alpha\beta}) = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix}, \quad \text{avec } C_{44} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}. \quad (\text{Eq 1.13})$$

### 1.1.2.4 Systèmes anisotropes

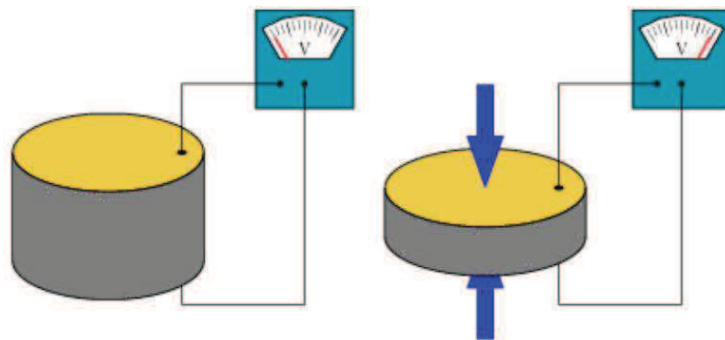
Dans les systèmes anisotropes (cristaux...) qui sont les plus fréquemment étudiés, le nombre des constantes élastiques physiques indépendantes d'un solide anisotrope est fortement réduit par les

éléments de symétrie de ce dernier. Ainsi dans un cristal hexagonal par exemple, les composantes du tenseur élastique passent de 36 à 5 composantes grâce à ses éléments de symétrie [Royer 96].

$$(C_{\alpha\beta}) = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \left(\frac{C_{11} - C_{12}}{2}\right) \end{pmatrix}. \quad (\text{Eq 1.14})$$

### 1.1.2.5 Solide piézoélectrique

Un solide piézoélectrique se polarise électriquement sous l'action d'une tension mécanique (effet direct) et se déforme lorsqu'un champ électrique lui est appliqué (effet inverse) (Figure 1-2). Dans un milieu piézoélectrique, le couplage entre champ élastique et le champ électrostatique introduit des termes électriques dans le développement des équations de la dynamique et des termes mécaniques dans le développement des équations de Maxwell. Dans ce cas, la loi de Hooke ne permet pas de décrire complètement la réponse d'un solide sous l'effet d'une contrainte.



*Figure 1-2 : Compression d'un matériau piézoélectrique générant un potentiel électrique.*

Il existe un facteur de mérite qui traduit le fait qu'un matériau piézoélectrique transforme, une énergie mécanique, sous forme électrique et vice versa. C'est le coefficient de couplage électromécanique  $K^2$  ( $0 < K < 1$ ).

En ce qui concerne la propagation du champ électrique, ces équations se réduisent à celles de l'électrostatique car la vitesse des ondes élastiques est très inférieure à celles des ondes électromagnétiques. L'énergie magnétique produite par une déformation est négligeable par rapport à

l'énergie électrique. Donc puisque le champ électromagnétique associé au champ élastique est quasi-statique, l'équation de Maxwell devient :

$$\overrightarrow{rot} \vec{\mathbb{E}} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = \vec{0}. \quad (\text{Eq 1.15})$$

$\vec{\mathbb{E}}$  : Champ électrique ;

$\vec{B}$  : Champ magnétique

Dans un solide, les forces mécaniques sont décrites par les composantes du champ des contraintes ( $T_{IJ}$ ) et les déformations mécaniques par les composantes du champ déformations ( $E_{IJ}$ ). Si le solide est piézoélectrique, le déplacement électrique dû à l'action d'une contrainte s'écrit en notation tensorielle [Morgan 91] :

$$D_I = \varepsilon_{IJ}^E \mathbb{E}_J + \epsilon_{IJK} E_{JK}, \quad (\text{Eq 1.16})$$

où  $\epsilon_{IJK}$  sont les éléments d'un tenseur de rang 3 appelé tenseur piézoélectrique et  $\varepsilon_{IJ}^E$  est la permittivité à déformation constante. De plus, l'induction électrique doit satisfaire l'équation de Poisson  $D_{I,I} = \rho_e$ , avec  $\rho_e$  la densité de charge.

Par application d'un champ électrique  $\vec{\mathbb{E}}$ , il apparaît des forces intermoléculaires, donc des contraintes internes ; ce qui entraîne une modification du tenseur des contraintes  $T_{IJ}$  qui s'écrit :

$$T_{IJ} = C_{IJKL}^{\mathbb{E}} E_{KL} - \epsilon_{KIJ} \mathbb{E}_K. \quad (\text{Eq 1.17})$$

C'est la loi de Hooke généralisée.

Les équations (Eq 1.16) et (Eq 1.17) deviennent en notation contractée :

$$T_M = C_{MN}^{\mathbb{E}} E_N - \epsilon_{IM} \mathbb{E}_I, \quad I, J = 1, 2, 3. \quad (\text{Eq 1.18})$$

$$D_I = \varepsilon_{IJ}^E \mathbb{E}_J + \epsilon_{IM} E_M, \quad M, N = 1, 2, 3, 4, 5, 6. \quad (\text{Eq 1.19})$$

Elles donnent la contrainte mécanique et l'induction électrique en fonction des variables indépendantes, champ électrique et déformation. On peut résumer ces propriétés matricielles en faisant intervenir les vecteurs composés.

$$\begin{array}{c}
 \left. \begin{array}{l} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{array} \right\} = \begin{array}{c} \begin{array}{|cccccc|} \hline \textit{Matrice de rigidité} \\ \hline c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ \hline c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ \hline c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ \hline c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ \hline c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ \hline c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \\ \hline \end{array} \\ \begin{array}{|cccccc|} \hline \textit{Matrice piézoélectrique directe} \\ \hline \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} & \epsilon_{14} & \epsilon_{15} & \epsilon_{16} \\ \hline \epsilon_{21} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} & \epsilon_{24} & \epsilon_{25} & \epsilon_{26} \\ \hline \epsilon_{31} & \epsilon_{32} & \epsilon_{33} & \epsilon_{34} & \epsilon_{35} & \epsilon_{36} \\ \hline \end{array} \\ \begin{array}{|ccc|} \hline \textit{Matrice piézoélectrique transposée} \\ \hline \epsilon_{11} & \epsilon_{21} & \epsilon_{31} \\ \hline \epsilon_{12} & \epsilon_{22} & \epsilon_{32} \\ \hline \epsilon_{13} & \epsilon_{23} & \epsilon_{33} \\ \hline \epsilon_{14} & \epsilon_{24} & \epsilon_{34} \\ \hline \epsilon_{15} & \epsilon_{25} & \epsilon_{35} \\ \hline \epsilon_{16} & \epsilon_{26} & \epsilon_{36} \\ \hline \end{array} \\ \begin{array}{|ccc|} \hline \textit{Matrice diélectrique} \\ \hline -\epsilon_{11} & -\epsilon_{21} & -\epsilon_{31} \\ \hline -\epsilon_{12} & -\epsilon_{22} & -\epsilon_{32} \\ \hline -\epsilon_{13} & -\epsilon_{23} & -\epsilon_{33} \\ \hline \end{array} \\ \hline \end{array} \cdot \begin{array}{c} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \\ -E_1 \\ -E_2 \\ -E_3 \end{array} \quad (\text{Eq 1.20})
 \end{array}$$

## 1.2 Propagation des ondes élastiques dans un milieu non contraint

### 1.2.1 Rappel sur les principales ondes élastiques guidées

Les ondes élastiques résultent de déplacements de particules se propageant seulement dans des milieux matériels, alors que les ondes électromagnétiques se propagent aussi dans le vide. En ce qui concerne les ondes élastiques dans les solides, il en existe une grande variété. Cependant il n'existe que deux types d'ondes fondamentales :

- Les ondes longitudinales (ondes de compression) :

Le déplacement des particules s'effectue parallèlement au vecteur d'onde. Lorsqu'une onde longitudinale plane se propage dans un solide, elle apparait telle une succession de compressions et de dilatations si bien que le volume occupé par un nombre donné de particules varie.

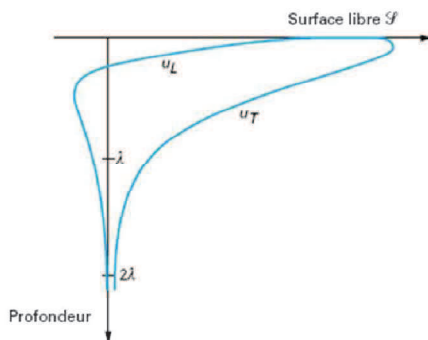
- Les ondes transversales (ondes de cisaillement) :

Le déplacement des particules s'effectue perpendiculairement au vecteur d'onde. Le glissement des plans parallèles contenant les particules (plans perpendiculaires au vecteur d'onde) ne donne lieu à aucune variation de volume compte-tenu du fait qu'ils glissent les uns par rapport aux autres sans variations de distance.

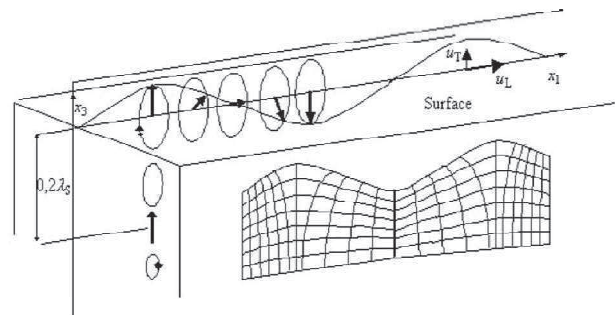
**Ces ondes se propagent dans des milieux solides isotropes et illimités**, c'est-à-dire que les dimensions du solide sont très grandes devant l'étendue du faisceau d'ondes et que les effets de bord sont négligeables. Dans le cas où le milieu est illimité et anisotrope, trois modes de propagation (ondes planes) peuvent exister simultanément pour une même direction de propagation avec des vitesses différentes et des polarisations orthogonales : une onde quasi-longitudinale dont la polarisation est la plus proche de la direction de propagation et deux autres ondes quasi-transversales dont les vitesses

sont habituellement plus faibles que celle de l'onde quasi-longitudinale. Ces trois ondes couplées ne sont purement longitudinales ou transversales que pour certaines directions particulières, appelées directions de modes pures, liées à la symétrie cristalline du milieu.

**Lorsque le milieu solide est semi-infini et présente une surface libre de contraintes**, une onde guidée par cette surface, dite onde de Rayleigh, peut s'y propager. Le déplacement des particules engendré par cette onde devient négligeable à partir d'une profondeur de l'ordre de  $2\lambda$  à l'intérieur du matériau (Figure 1-3). Dans un milieu isotrope, les ondes de Rayleigh présentent une composante longitudinale et une composante transversale déphasées de  $\pi/2$  contenues dans le plan sagittal, défini par le vecteur d'onde et la normale à la surface libre du solide. L'extrémité du vecteur polarisation décrit une ellipse et l'onde provoque une ondulation de la surface (Figure 1-4). Dans le cas d'un milieu anisotrope semi-infini, le mouvement elliptique des particules n'est plus, d'une manière générale, contenu dans le plan sagittal, mais dans un plan dont l'orientation change avec la profondeur.



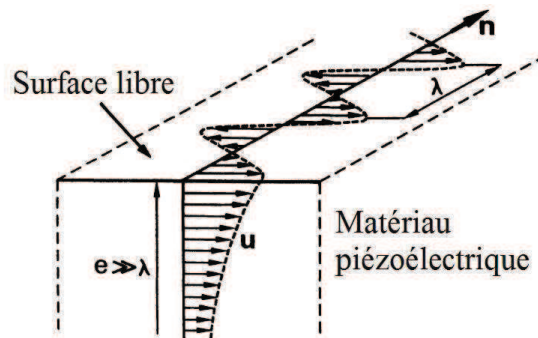
*Figure 1-3 : Décroissance de la composante longitudinale ( $u_L$ ) et transversale ( $u_T$ ) du déplacement dans un solide isotrope.*



*Figure 1-4 : Polarisation elliptique dans le plan sagittal des ondes de Rayleigh et propagation de l'onde (ondulation de la surface).*

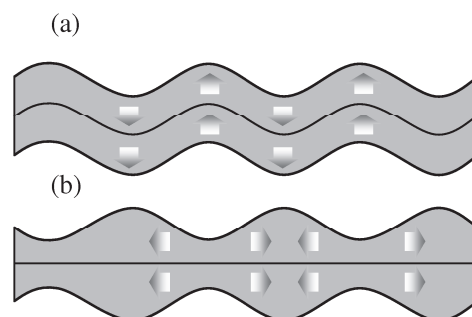
**Si le milieu solide est homogène, semi-infini et piézoélectrique**, la propagation d'une onde de surface transversale (onde STW<sup>1</sup>) est alors possible [Gavignet 95]. Cette onde est connue sous le nom d'onde de Bleustein-Gulayev. Sa polarisation purement transversale est parallèle à la surface du matériau piézoélectrique. Cette onde possède une profondeur de pénétration nettement plus grande que celle de l'onde de Rayleigh (plusieurs dizaines de  $\lambda$ ) mais d'autant plus petite que le matériau est plus piézoélectrique (Figure 1-5). Lors de la propagation de l'onde dans le solide, la surface reste plane.

<sup>1</sup> STW : Surface Transverse Wave (onde de surface transversale)



*Figure 1-5 : Onde de surface à polarisation purement transversale (onde de Bleustein-Gulyaev) [Royer 96].*

Considérons maintenant le cas d'un milieu solide homogène limité par deux surfaces libres parallèles. Cela définit une plaque d'épaisseur fixe. Si cette épaisseur est grande devant la longueur d'onde, des ondes de Rayleigh peuvent se propager sur chacun des plans délimitant la plaque. Lorsque cette épaisseur est de l'ordre de  $\lambda$ , nous obtenons des ondes guidées dites également ondes de plaque qui se propagent suite à des réflexions successives d'ondes de volume sur les faces de la structure. Dans le cas d'une plaque isotrope, ces ondes guidées se séparent en deux familles. La première famille regroupe des modes guidés à polarisation horizontale (déplacement perpendiculaire au plan sagittal) dits modes TH (Transverse Horizontal). Le premier mode TH est le seul mode non dispersif, sa vitesse étant constante et égale à la vitesse des ondes transversales dans le milieu. Les autres modes TH sont dispersifs et se propagent avec des vitesses de phase et de groupe qui dépendent de la nature de la plaque, de son épaisseur et de la fréquence. La deuxième famille correspond aux modes guidés dont la polarisation est sagittale, dits aussi modes de Lamb. Deux types de modes de Lamb peuvent être distingués : les modes symétriques et les modes antisymétriques (Figure 1-6).



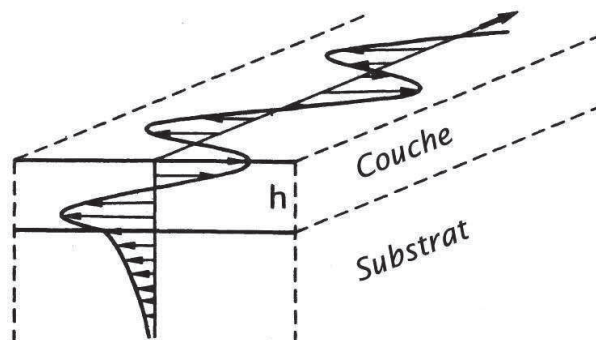
*Figure 1-6 : Profil de déplacement des ondes de Lamb antisymétriques (a) et symétriques (b) [Lefevre 10].*



Le mode symétrique est caractérisé par le fait que de part et d'autre du plan médian du matériau, les composantes longitudinales sont égales et les composantes transversales opposées. Quant au mode antisymétrique, la composante longitudinale change de signe de part et d'autre du plan médian, mais pas la composante transversale. Dans une plaque isotrope, les ondes longitudinales et transversales se couplent sur une interface. Elles progressent dans la plaque en se réfléchissant successivement sur l'une puis l'autre face de la plaque et à chaque réflexion, la composante longitudinale engendre une composante transversale et réciproquement. A une fréquence donnée, il existe un nombre fini de modes symétriques ou antisymétriques, différents les uns des autres par leurs vitesses de phase et de groupe et par la distribution des déplacements et des contraintes dans la plaque.

**Passons au cas d'un milieu cette fois inhomogène.** Il s'agit par exemple d'un matériau constitué de deux solides possédant des propriétés élastiques différentes. Deux cas se présentent alors et diffèrent par l'épaisseur de chaque solide constituant la structure :

- Le matériau peut comporter deux solides isotropes semi-infinis. Dans ce cas, pour un choix convenable des matériaux, une onde peut se propager à l'interface des deux solides, si les conditions de continuité sont satisfaites : c'est l'onde de Stoneley. Le déplacement de cette onde non dispersive s'effectue dans le plan sagittal et diminue de chaque côté de la frontière entre les deux solides.



*Figure 1-7 : Onde de Love se propageant dans une structure de type couche sur substrat [Royer 96].*

- Le matériau peut comporter également deux solides isotropes mais dont le premier est une couche mince déposée sur l'autre solide semi-infini, la couche étant solidaire mécaniquement du substrat. Sous l'effet de la couche, et également sous certaines conditions telles que la vitesse de l'onde transversale dans le matériau du substrat soit supérieure à celle de la couche mince, une onde transversale peut se propager dans le matériau : c'est l'onde de Love, elle est dispersive. L'onde se propage à la fois dans la couche et dans le substrat sachant que plus la fréquence sera basse ( $\lambda \gg h$ ), plus l'épaisseur du substrat qui est en vibration sera grande

(Figure 1-7). Dans ce type de structure, des modes de type Rayleigh peuvent également se propager. Ces ondes ont des composantes uniquement dans le plan sagittal et sont totalement découplées des ondes de Love. En fonction du rapport entre les vitesses des ondes transversales dans le matériau de la couche  $V_{tc}$  et dans le matériau du substrat  $V_{ts}$ , il est possible de classer les caractéristiques des ondes de type Rayleigh en trois catégories. Pour les couples couche-substrat tels que  $V_{tc} > \sqrt{2} \cdot V_{ts}$ , la couche aura pour effet d'augmenter la vitesse de l'onde de surface par rapport à celle de l'onde de Rayleigh dans le substrat. Dans ce cas, un seul mode de type Rayleigh se propage dans la structure. Sa vitesse de phase croît, de manière monotone avec la fréquence, à partir de la vitesse de Rayleigh dans le substrat (à fréquence nulle) pour atteindre la vitesse transversale dans ce même milieu. Pour les couples couche-substrat tels que  $V_{tc} < V_{ts}/\sqrt{2}$ , la couche aura pour effet de diminuer la vitesse de l'onde de surface par rapport à celle de l'onde de Rayleigh dans le substrat. Dans ce cas, plusieurs modes de type Rayleigh peuvent exister. Les courbes de dispersion de ces modes présentent toutes une décroissance avec la fréquence. Le premier mode, appelé simplement mode de Rayleigh, est le seul mode n'admettant pas de fréquence de coupure. Sa vitesse décroît à partir de la vitesse de Rayleigh dans le substrat pour atteindre asymptotiquement la vitesse de Rayleigh dans la couche. On reviendra sur l'étude de ce mode au chapitre 3, lorsque l'on abordera la caractérisation de structures à couche. Les modes supérieurs, dont le deuxième est connu également sous le nom de mode de Sezawa, ont tous une même valeur asymptotique en haute fréquence égale à la vitesse des ondes transversales dans le matériau de la couche. La vitesse de phase de ces modes aux fréquences de leurs apparitions est égale à la vitesse de l'onde transversale du substrat. Pour les couples couche-substrat pour lesquels la vitesse des ondes transversales dans la couche est comprise entre  $1/\sqrt{2}$  et  $\sqrt{2}$  fois celle dans le substrat, nous ne pouvons pas prédire à l'avance la monotonie des courbes de dispersion. Pour certaines combinaisons de matériaux, une onde de Stoneley peut se propager, pour des valeurs de fréquences élevées, au niveau de l'interface séparant les deux solides. Dans ce cas, les modes de Rayleigh relatifs au cas "loading" ( $V_{tc} < V_{ts}$ ) à l'exception du premier ainsi que l'unique mode de Rayleigh dans le cas 'stiffening' ( $V_{tc} > V_{ts}$ ) présentent tous la même valeur asymptotique en haute fréquence égale à la vitesse de Stoneley.

Le premier mode de Rayleigh, relatif au cas  $V_{tc} < V_{ts}/\sqrt{2}$ , constitue, au vu de sa courbe de dispersion, un moyen efficace pour la caractérisation des structures du type couche sur substrat. Il sera analysé plus en détail aux chapitres 3 et 4 pour l'estimation des paramètres élastiques et de l'épaisseur de la couche ou pour déterminer le niveau de contrainte en son sein.

Après cette brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées par des structures typiques telles qu'une interface entre deux solides, une plaque ou une structure couche sur substrat,

nous passerons en revue, dans ce qui suit, les équations fondamentales de la propagation des ondes élastiques dans un milieu illimité isotrope, anisotrope ou piézoélectrique. Nous décrirons ensuite les équations régissant la propagation d'une onde de Rayleigh dans un solide anisotrope piézoélectrique ainsi que le formalisme permettant de déterminer sa vitesse de propagation et le coefficient de couplage électromécanique en onde de surface. Nous résoudrons ces équations et donnerons les résultats obtenus dans le cas du niobate du lithium. Cette étude nous permettra de vérifier le choix optimal de la coupe de ce matériau pour la réalisation des IDT.

## 1.2.2 Equations de mouvement

### 1.2.2.1 Solide anisotrope non-piézoélectrique

Considérons un solide de volume  $V$  qui est localement en mouvement. L'équation élastodynamique (Eq 1.4) en négligeant les forces s'exerçant sur le volume devient :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_I}. \quad (\text{Eq 1.21})$$

En y introduisant la loi de Hooke ( $T_{IJ} = C_{IJKL} \frac{\partial u_L}{\partial x_K}$ ), on obtient l'équation de mouvement :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = C_{IJKL} \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_J \partial x_K}. \quad (\text{Eq 1.22})$$

La solution de ces équations 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 aux plans d'onde d'équation  $\vec{n} \cdot \vec{x} = cte$  s'écrit :  $u_I = u_I^\circ F\left(t - \frac{\vec{n} \cdot \vec{x}}{V}\right)$ , où  $u_I^\circ$  est la polarisation de l'onde et  $V$  et la vitesse de phase de l'onde. L'équation (Eq 1.22) devient :

$$\rho V^2 u_I^\circ = C_{IJKL} n_J n_K u_L^\circ. \quad (\text{Eq 1.23})$$

Cette équation est appelée : équation de Christoffel.

En introduisant le tenseur de Christoffel du second ordre :  $\Gamma_{IL} = C_{IJKL} n_J n_K$  nous obtenons :

$$\Gamma_{IL} u_L^\circ = \rho V^2 u_I^\circ. \quad (\text{Eq 1.24})$$

Ainsi les vitesses et les polarisations des ondes planes pouvant se propager suivant une direction  $\vec{n}$ , s'obtiennent en cherchant les valeurs et les vecteurs propres du tenseur  $\Gamma_{IL}$ .

Par exemple, pour un système cubique, et si la propagation s'effectue dans le plan (001) avec  $\varphi$  l'angle entre l'axe  $x$  et la direction de propagation, l'équation de Christoffel devient :

$$\Gamma_{(001)} u_L^\circ = \rho V^2 u_I^\circ \Rightarrow \begin{pmatrix} \Gamma_{11} & \Gamma_{12} & 0 \\ \Gamma_{12} & \Gamma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \Gamma_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \end{pmatrix} = \rho V^2 \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \end{pmatrix}, \quad (\text{Eq 1.25})$$

$$\text{avec :} \quad \Gamma_{11} = c_{11} \cos^2 \varphi + c_{44} \sin^2 \varphi, \quad \Gamma_{12} = (c_{11} + c_{44}) \cos \varphi \sin \varphi,$$

$$\Gamma_{22} = c_{11} \sin^2 \varphi + c_{44} \cos^2 \varphi, \quad \Gamma_{33} = c_{44}.$$

Cette équation admet 3 solutions donnant les vitesses de propagation :

$$\text{En premier lieu : } \Gamma_{33} u_3 = \rho V^2 u_3 \Rightarrow c_{44} = \rho V^2 \Rightarrow V_3 = V_T = \sqrt{c_{44}/\rho}.$$

Il existe donc, une onde transversale polarisée suivant (oz) et de vitesse  $\sqrt{c_{44}/\rho}$  indépendante de l'angle  $\varphi$ .

Les deux autres solutions sont des ondes dont la vitesse dépend de l'angle  $\varphi$  et peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$(c_{11} \cos^2 \varphi + c_{44} \sin^2 \varphi) u_1 + (c_{12} + c_{14}) \cos \varphi \sin \varphi u_2 = \rho V^2 u_1, \quad (\text{Eq 1.26})$$

$$(c_{12} + c_{44}) \cos \varphi \sin \varphi u_1 + (c_{11} \sin^2 \varphi + c_{44} \cos^2 \varphi) u_2 = \rho V^2 u_2, \quad (\text{Eq 1.27})$$

$$\Rightarrow \begin{aligned} 2\rho V_1^2 &= c_{11} + c_{44} + \sqrt{(c_{11} - c_{14})^2 \cos^2 2\varphi + (c_{12} + c_{44})^2 \sin^2 2\varphi} \\ 2\rho V_2^2 &= c_{11} + c_{44} - \sqrt{(c_{11} - c_{14})^2 \cos^2 2\varphi + (c_{12} + c_{44})^2 \sin^2 2\varphi} \end{aligned} \quad (\text{Eq 1.28})$$

La polarisation de ces ondes n'est ni longitudinale ni transversale. Lorsque  $\varphi = 0$  ou  $\pi/2$ , la vitesse  $V_1 = \sqrt{c_{11}/\rho}$  correspond à une onde longitudinale et  $V_2 = \sqrt{c_{44}/\rho}$  à une onde transversale. Dans les autres directions,  $V_1$  et  $V_2$  donnent les vitesses des ondes quasi-longitudinale et quasi-transversale.

### 1.2.2.2 Cas d'un solide isotrope

Pour les solides isotropes, le tenseur de Christoffel est indépendant de la direction de propagation. Compte tenu de la matrice de rigidité du système isotrope (§ 1.1.1.3), le tenseur de Christoffel pour un système isotrope s'écrit:

$$\Gamma = \begin{pmatrix} c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & c_{11} \end{pmatrix}, \quad \text{pour } \vec{n}(0,0,1). \quad (\text{Eq 1.29})$$

La résolution de l'équation de Christoffel montre que les vitesses  $V_T$  de l'onde transversale et  $V_L$  de l'onde longitudinale sont indépendantes de la direction de propagation:

$$V_T = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}, \quad V_L = \sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}}. \quad (\text{Eq 1.30})$$

### 1.2.2.3 Cas d'un solide piézoélectrique

Considérons un substrat piézoélectrique, le couplage entre le champ élastique et le champ électromagnétique introduit des termes électriques dans le développement de la dynamique (Newton) et des termes mécaniques dans le développement des équations de Maxwell. La solution analytique traduisant la propagation des ondes dans ce substrat ne peut en principe être traitée qu'en résolvant simultanément ces équations couplées [Royer 96].

Dans le cas quasi-statique, les équations de Maxwell sont données par [Campbell 98] :

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = 0, \quad (\text{Eq 1.31})$$

$$\vec{E} = -\vec{\nabla}\Phi. \quad (\text{Eq 1.32})$$

$\Phi$  est le potentiel scalaire électrique. En considérant que la densité de charge réelle en surface est égale à 0, l'équation de mouvement de Newton est :

$$\frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_j} - \rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = 0. \quad (\text{Eq 1.33})$$

Le tenseur des contraintes et le déplacement électrique s'écrivent :

$$T_{IJ} = C_{IJKL}^{\mathbb{E}} e_{KL} - \epsilon_{KIJ} \mathbb{E}_K, \quad (\text{Eq 1.34})$$

$$D_J = \epsilon_{JKL} e_{KL} + \varepsilon_{JK}^e \mathbb{E}_K. \quad (\text{Eq 1.35})$$

Les déformations sont définies par :

$$e_{KL} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_L}{\partial x_K} + \frac{\partial u_K}{\partial x_L} \right). \quad (\text{Eq 1.36})$$

Les équations (Eq 1.32) et (Eq 1.36) injectées dans (Eq 1.34) et (Eq 1.33) donnent :

$$T_{IJ} = C_{IJKL}^{\mathbb{E}} \frac{\partial u_L}{\partial x_K} + \epsilon_{KIJ} \frac{\partial \phi}{\partial x_K}, \quad (\text{Eq 1.37})$$

$$D_J = \epsilon_{JKL} \frac{\partial u_L}{\partial x_K} - \varepsilon_{JK}^e \frac{\partial \phi}{\partial x_K}. \quad (\text{Eq 1.38})$$

En réinjectant la nouvelle expression de la contrainte (Eq 1.37) dans l'équation de Newton (Eq 1.33) nous obtenons :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = \epsilon_{KIJ} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_J \partial x_K} + C_{IJKL}^{\mathbb{E}} \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_J \partial x_K}. \quad (\text{Eq 1.39})$$

De plus,  $\vec{D}$  doit satisfaire l'équation de Poisson pour un corps isolant :

$$\text{div} \vec{D} = 0, \quad \text{soit} \quad \frac{\partial D_I}{\partial x_I} = 0. \quad (\text{Eq 1.40})$$

L'équation (Eq 1.38) et l'équation (Eq 1.40) donnent :

$$\varepsilon_{JK}^e \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_J \partial x_K} - \epsilon_{JKL} \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_J \partial x_K} = 0. \quad (\text{Eq 1.41})$$

Les équations (Eq 1.39) et (Eq 1.41) donnent 4 équations qui relient les quantités  $u_1$ ,  $u_2$ ,  $u_3$  et  $\phi$ . Le mouvement de l'onde est déterminé si les conditions aux limites appropriées sont spécifiées.

Dans le cas du solide piézoélectrique, les solutions de ces équations sont complexes, elles sont généralement résolues numériquement.

Cas d'une onde plane dans un milieu infini :

Pour les matériaux piézoélectriques, les équations de mouvement sont données par les équations (Eq 1.39) et (Eq 1.41) en fonction des déplacements  $u_i$  et du potentiel électrique  $\phi$

On cherche les solutions sous la forme d'ondes planes progressives qui se propagent à la vitesse de phase  $V$  selon la direction définie par le vecteur unitaire  $\vec{n}$  ( $n_1, n_2, n_3$ ). L'expression de la solution particulière est donc de la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} u_I = u_I^0 f\left(t - \frac{n_J x_J}{V}\right) \\ \phi = \phi_0 f\left(t - \frac{n_J x_J}{V}\right) \end{array} \right\}, \quad J=1, 2, 3. \quad (\text{Eq 1.42})$$

En substituant l'expression (Eq 1.42) dans les équations (Eq 1.39) et (Eq 1.41), on obtient les équations suivantes :

$$\rho V^2 u_I^0 = C_{IJKL}^{\mathbb{E}} n_J n_K u_L^0 + \epsilon_{KIJ} n_K n_J \phi_0, \quad (\text{Eq 1.43})$$

$$(\epsilon_{JKL} u_L^0 - \epsilon_{JK}^e \phi_0) n_J n_K = 0. \quad (\text{Eq 1.44})$$

En éliminant le potentiel électrique, il s'en suit :

$$\rho V^2 u_I^0 = \left( \Gamma_{IL} + \frac{\gamma_I \gamma_L}{\epsilon} \right) u_L^0, \quad (\text{Eq 1.45})$$

avec  $\Gamma_{IL} = C_{IJKL}^{\mathbb{E}} n_J n_K$  la composante du tenseur dit de Christoffel,

$$\gamma_I = \epsilon_{KIJ} n_K n_J \quad \text{et} \quad \epsilon = \epsilon_{JK}^e n_J n_K.$$

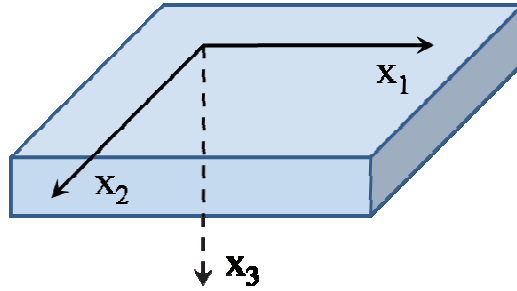
En régime d'ondes planes, les solutions de l'équation de propagation ont donc pour vitesse de phase (respectivement polarisation) les valeurs propres (respectivement vecteurs propres) du tenseur  $(\overline{\Gamma}_{IL} = \Gamma_{IL} + \frac{\gamma_I \gamma_L}{\epsilon})$ .

### 1.2.3 Résolution de l'équation de propagation pour l'onde de Rayleigh sur un substrat anisotrope et piézoélectrique

Afin de déterminer les caractéristiques de l'onde de surface, nous allons également prendre en compte le fait que nous sommes en présence d'ondes progressives qui se propagent suivant  $X_1$  et qui s'atténuent de façon exponentielle suivant  $X_3$  (Figure 1-8). Les composantes du déplacement et le potentiel peuvent dès lors s'écrire [Dieulesaint 74] :

$$\begin{cases} u_I = u_I^0 e^{j\omega(t - \frac{n_L X_L}{V})} \\ \phi = \phi_0 e^{j\omega(t - \frac{n_L X_L}{V})} \end{cases} \quad (\text{Eq 1.46})$$

$u_I^0$  et  $\phi_0$  sont respectivement les amplitudes du déplacement mécanique et du potentiel électrique.  $V$  correspond à la vitesse de propagation et  $n_L$  les cosinus directeurs des modes propres.



*Figure 1-8 : Repère de base pour la propagation*

En substituant l'expression (Eq 1.46) dans les équations (Eq 1.39) et (Eq 1.41), on obtient les équations (Eq 1.43) et (Eq 1.44) qui en notation matricielle peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$\begin{pmatrix} \Gamma_{11} - \rho V^2 & \Gamma_{12} & \Gamma_{13} & \gamma_1 \\ \Gamma_{12} & \Gamma_{22} - \rho V^2 & \Gamma_{23} & \gamma_2 \\ \Gamma_{13} & \Gamma_{23} & \Gamma_{33} - \rho V^2 & \gamma_3 \\ \gamma_1 & \gamma_2 & \gamma_3 & -\varepsilon \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_1^0 \\ u_2^0 \\ u_3^0 \\ \phi_0 \end{pmatrix} = 0. \quad (\text{Eq 1.47})$$

La vitesse  $V$  étant considérée comme un paramètre à déterminer, la condition de compatibilité de ce système de quatre équations à quatre inconnues est une équation du huitième degré en  $n_3=q$  dont les coefficients sont réels. Les seules racines acceptables sont les 4 racines à partie imaginaire négative. Pour chacune de ces racines,  $n_3^r = q_r$  (avec  $r = 1, 2, 3, 4$ ) nous avons un vecteur déplacement  $u_i^{(r)}$  et le potentiel  $\phi_0^{(r)}$ .



La solution générale est une combinaison linéaire de ces quatre ondes élémentaires de même vitesse  $V$  :

$$u_I = \left( \sum_{r=1}^{r=4} A_r u_I^{\circ(r)} e^{-\chi_r x_3} \right) e^{j\omega \left( t - \frac{x_1}{V} \right)}, \quad \text{avec } \chi_r = j \frac{\omega}{V} q_r. \quad (\text{Eq 1.48})$$

$$\phi = \left( \sum_{r=1}^{r=4} A_r \phi_0^{(r)} e^{-\chi_r x_3} \right) e^{j\omega \left( t - \frac{x_1}{V} \right)}. \quad (\text{Eq 1.49})$$

La vitesse  $V$  et les coefficients  $A_r$  sont obtenus à partir des conditions aux limites mécaniques et électriques à la surface libre  $x_3 = 0$ . Etudions l'influence des conditions aux limites électriques sur la propagation des ondes de surface :

- La tension mécanique sur la surface libre  $x_3 = 0$ , doit être nulle, nous avons donc :

$$T_{I3} = C_{I3KL}^{\mathbb{E}} \frac{\partial u_K}{\partial x_L} + \epsilon_{KI3} \frac{\partial \phi}{\partial x_K} = 0, \quad \text{pour } x_3 = 0 \text{ et } I = 1, 2, 3. \quad (\text{Eq 1.50})$$

On remplace les expressions du déplacement et du potentiel électrique de l'onde de surface et on obtient le système de trois équations à quatre inconnues  $A_r$  :

$$\sum_{r=1}^{r=4} A_r T_{I3}^{(r)} = 0, \quad (\text{Eq 1.51})$$

avec  $T_{I3}^{(r)} = C_{I3KL}^{\mathbb{E}} u_K^{\circ(r)} n_L^{(r)} + e_{KI3} \phi_0^{(r)} n_K^{(r)}$ .

- La continuité du potentiel électrique et de la composante normale de l'induction à la surface libre  $x_3 = 0$  est imposée par les conditions aux limites électriques :

$$D_3 = \epsilon_{3KL} \frac{\partial u_K}{\partial x_L} - \epsilon_{3L}^e \frac{\partial \phi}{\partial x_L}. \quad (\text{Eq 1.52})$$

De la même façon, on remplace les expressions du déplacement (Eq 1.48) et du potentiel électrique de l'onde de surface (Eq 1.49) :

$$D_3(0) = \sum_{r=1}^{r=4} A_r D_3^{(r)} e^{j\omega\left(t - \frac{x_1}{V}\right)}, \quad (\text{Eq 1.53})$$

avec 
$$D_3^{(r)} = \frac{j\omega}{V} \left( \varepsilon_{3L} \phi_0^{(r)} n_L^{(r)} - \varepsilon_{3KL} u_K^{(r)} n_L^{(r)} \right).$$

Le potentiel électrique à la surface ( $x_3 = 0$ ) se déduit directement de l'équation (Eq 1.49) :

$$\phi(0) = \sum_{r=1}^{r=4} A_r \phi_0^{(r)} e^{j\omega\left(t - \frac{x_1}{V}\right)}. \quad (\text{Eq 1.54})$$

Le système de trois équations obtenu à l'équation (Eq 1.51) permet de déterminer trois inconnues  $A_r$  en fonction de la quatrième ne laissant ainsi qu'un seul facteur d'amplitude indéterminé. La composante  $D_3$  de l'induction ainsi que le potentiel électrique  $\phi$  définis à la surface libre par une combinaison linéaire des coefficients  $A_r$  ne sont pas indépendants mais proportionnels à un seul de ces coefficients. Pour un potentiel électrique  $\phi$  donné, nous obtenons donc une valeur fixe de la composante  $D_3$  de l'induction. En définitive, à partir de ces conditions aux limites, nous déterminons le rapport, indépendant des facteurs d'amplitude  $A_r$ , entre  $\phi$  et  $D_3$ . Celui-ci définit une impédance de surface  $Z_s$  [Ingebrigtsen 69] :

$$\frac{\phi(0)}{D_3(0)} = j \frac{V^2}{\omega} Z_s. \quad (\text{Eq 1.55})$$

Cette relation peut se mettre sous la forme suivante :

$$\sum_{r=1}^{r=4} A_r \left[ \phi_0^{(r)} - j \frac{V^2}{\omega} Z_s D_3^{(r)} \right] = 0. \quad (\text{Eq 1.56})$$

On ajoute cette équation à celles que l'on a définies par (Eq 1.51). Dès lors nous obtenons un système linéaire homogène dont la condition de compatibilité se présente comme suit :

$$\begin{vmatrix} T_{13}^{(1)} & T_{13}^{(2)} & T_{13}^{(3)} & T_{13}^{(4)} \\ T_{33}^{(1)} & T_{33}^{(2)} & T_{33}^{(3)} & T_{33}^{(4)} \\ T_{23}^{(1)} & T_{23}^{(2)} & T_{23}^{(3)} & T_{23}^{(4)} \\ \phi_0^{(1)} - j \frac{V^2}{\omega} Z_S D_3^{(1)} & \phi_0^{(2)} - j \frac{V^2}{\omega} Z_S D_3^{(2)} & \phi_0^{(3)} - j \frac{V^2}{\omega} Z_S D_3^{(3)} & \phi_0^{(4)} - j \frac{V^2}{\omega} Z_S D_3^{(4)} \end{vmatrix} \begin{Bmatrix} A_1 \\ A_2 \\ A_3 \\ A_4 \end{Bmatrix} = 0. \quad (\text{Eq 1.57})$$

Ces différentes équations intervenant dans la recherche d'onde de surface ne peuvent être résolues analytiquement que sous certaines configurations ne correspondant pas au cas historique de l'onde de Rayleigh à trois composantes mécaniques.

Détermination de la vitesse de l'onde de Rayleigh :

Si on développe la condition de compatibilité des conditions aux limites suivant la quatrième ligne, elle s'écrira alors comme étant la somme de deux déterminants :

$$\Delta_1(V) + V Z_S \Delta_2(V) = 0. \quad (\text{Eq 1.58})$$

Supposons que la surface de propagation est en contact avec le vide. L'impédance caractéristique du vide est donc donnée par :

$$Z = \frac{j}{\varepsilon_0 V}. \quad (\text{Eq 1.59})$$

La vitesse de propagation de l'onde Rayleigh  $V_R$  est alors déterminée par l'équation suivante :

$$\Delta_1(V_R) + \frac{j}{\varepsilon_0} \Delta_2(V_R) = 0. \quad (\text{Eq 1.60})$$

Coefficient de couplage électromécanique :

Admettons que la surface est recouverte d'une couche métallique et portée au potentiel zéro. Cela impliquera une impédance caractéristique nulle et la vitesse sera alors donnée par :

$$\Delta_1(V_0) = 0. \quad (\text{Eq 1.61})$$

En ayant  $V_R$  et  $V_0$ , on peut définir le coefficient de couplage électromécanique en ondes de surface par cette relation [Campbell 70 ; Ingebrigtsen 69] :

$$K^2 = \frac{2(V_R - V_0)}{V_R}. \tag{Eq 1.62}$$

Ce coefficient caractérise l'aptitude d'un matériau piézoélectrique à transformer un signal électrique en une onde élastique de surface et inversement. Il est donc nécessaire de choisir un matériau présentant une valeur élevée pour ce coefficient.

### 1.2.4 Propagation des ondes de Rayleigh dans le niobate de lithium

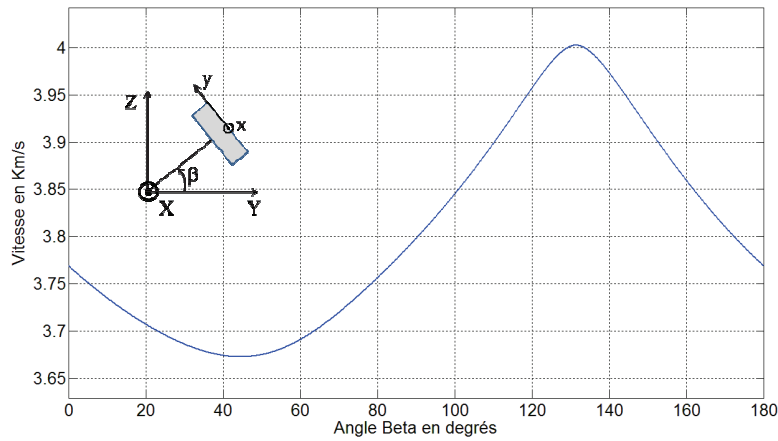
Le niobate de lithium ( $\text{LiNbO}_3$ ) est un matériau très piézoélectrique de structure cristalline trigonale de classe 3m. Le plan YZ étant un miroir, les ondes de Rayleigh sont pures pour toute surface libre qui contient l'axe X si la direction de propagation est soit perpendiculaire soit parallèle à cet axe X. Dans le tableau I.I sont regroupées les constantes diélectriques, piézoélectriques et élastiques ainsi que la masse volumique de ce matériau [Warner 60] :

		Rigidités ( $10^{10}\text{N/m}^2$ )					Masse volumique ( $\text{kg/m}^3$ )		
<u>Constantes élastiques</u>		$c_{11}$	$c_{12}$	$c_{13}$	$c_{33}$	$c_{44}$	$c_{14}$	$\rho$	
		20.3	5.3	7.5	24.5	6.0	0.9	4700	
		Constantes piézoélectriques ( $\text{C/m}^2$ )					Permittivités ( $10^{-11}\text{F/m}$ )		
<u>Constantes piézoélectriques et diélectrique</u>		$\epsilon_{11}$	$\epsilon_{14}$	$\epsilon_{15}$	$\epsilon_{22}$	$\epsilon_{31}$	$\epsilon_{33}$	$\epsilon_{11}^S$	$\epsilon_{33}^S$
		0	0	3.7	2.5	0.2	1.3	38.9	25.7

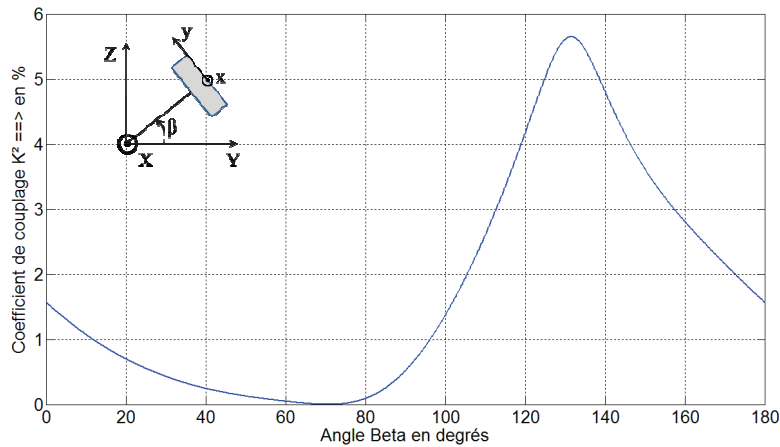
*Tableau I.I: Constantes élastiques, piézoélectriques, diélectriques, et masse volumique du  $\text{LiNbO}_3$  [Royer 96].*

Les matrices de rigidité [C], de piézoélectricité [e] et de diélectricité [ε] correspondantes s'écrivent :

$$[C] = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{(c_{11} - c_{12})}{2} \end{bmatrix} \quad [e] = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & \epsilon_{15} & -\epsilon_{22} \\ -\epsilon_{22} & \epsilon_{22} & 0 & \epsilon_{15} & 0 & 0 \\ \epsilon_{31} & \epsilon_{31} & \epsilon_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad [\epsilon] = \begin{bmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{bmatrix}.$$



*Figure 1-9 : Variation de la vitesse de phase en fonction de l'angle  $\beta$  de la coupe.*



*Figure 1-10 : Variation du coefficient de couplage en fonction de l'angle  $\beta$  de la coupe.*

Sur les figures 1-9 et 1-10, nous avons calculé puis tracé en fonction de l'angle  $\beta$  de la coupe, respectivement les variations de la vitesse de phase et du carré du coefficient de couplage. Pour un angle  $\beta = 131.5^\circ$  (coupe Y+131.5°) et une propagation suivant X, le coefficient de couplage est maximum ( $K^2 = 5.6\%$ ) ainsi que la vitesse de phase ( $V = 4002$  m/s). Si la propagation a lieu suivant Z, dans le plan XZ (coupe Y), il vaut 4.8% [Royer 96].

Dans la pratique les coupes et directions de propagation ne correspondent pas forcément au maximum du coefficient de couplage. En effet dans certains dispositifs, on cherchera à réduire l'amplitude d'ondes parasites excitées. Prenons par exemple les transducteurs interdigués, ils engendrent en plus des ondes de Rayleigh des ondes de volume non désirées suivant l'orientation du substrat. C'est d'ailleurs pour cette raison que la coupe Y + 128° est plus avantageuse que la coupe Y + 131.5°. Afin

de réaliser nos transducteurs, nous avons donc choisi d'utiliser comme élément piézoélectrique des plaquettes en niobate de lithium de coupe  $Y + 128^\circ$  pour la raison que nous venons d'évoquer. Pour cette coupe, ce matériau possède un très bon coefficient de couplage ( $K^2 = 5.4\%$ ), ce qui constitue un critère important pour le choix du matériau piézoélectrique. D'autre part, ce matériau est disponible sous forme de plaquette ("*wafers*") permettant une utilisation aisée en salle blanche.

### 1.3 Equations de propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint

Avant de déterminer l'équation de propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint, il convient de s'arrêter un instant sur la définition des paramètres caractéristiques du matériau au sein duquel se propage l'onde acoustique. En effet, dans la théorie linéaire de l'élasticité, les vitesses de propagation des ondes ultrasonores ne dépendent que des propriétés du matériau dans l'état non déformé. Dans la théorie des milieux continus, le matériau est caractérisé par divers paramètres ; citons parmi eux la masse volumique, les constantes élastiques ou encore le coefficient de dilatation thermique. *Ces paramètres sont définis par rapport à l'état du matériau libre de toutes contraintes (état naturel) et sont supposés constants tout au long de la transformation.* Ceci permet d'attribuer la variation de vitesse de l'onde acoustique au champ de contraintes et non à la variation de ces paramètres.

#### 1.3.1 Définition des paramètres caractéristiques d'un matériau au sein duquel se propage une onde acoustique

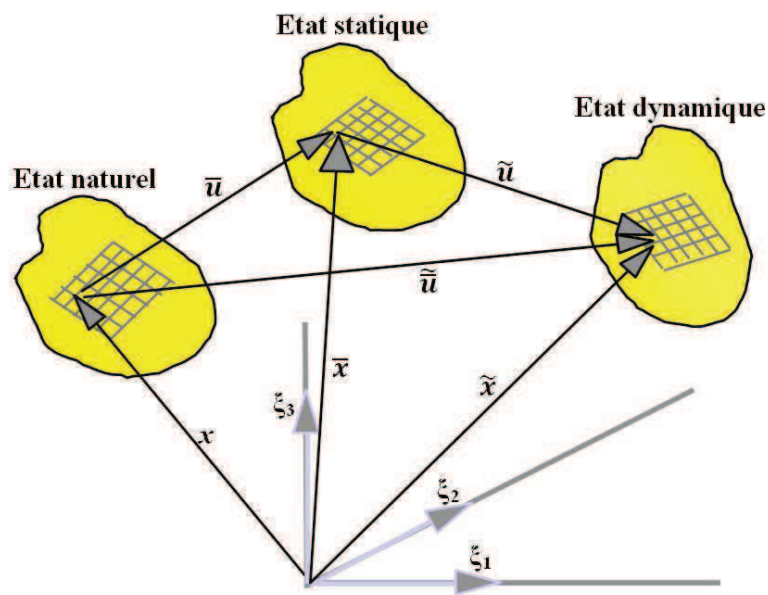
L'étude de la propagation des ondes ultrasonores nécessite la prise en compte de la nature de l'onde et du comportement mécanique du matériau. La considération de ce comportement mécanique passe par la définition de trois états qui caractérisent la transformation ; les vecteurs positions des particules matérielles sont définis dans un repère cartésien orthonormé commun aux trois états.

**Etat naturel :** l'état naturel correspond à l'état du milieu libre de toute contrainte (qu'elle soit appliquée ou résiduelle). Dans cet état, les vecteurs positions sont notés  $\mathbf{x}$  de composantes  $x_j$ .

**Etat statique ou initial :** l'état initial correspond à l'état du milieu ayant subi une déformation statique (résultat d'une contrainte appliquée ou résiduelle). Dans l'état initial, les vecteurs positions sont notés  $\bar{\mathbf{x}}$  de composantes  $\bar{x}_j$ .

**Etat dynamique :** l'état dynamique s'obtient lorsque le milieu dans l'état initial subit une perturbation dynamique due au passage de l'onde ultrasonore. Dans cet état, les vecteurs positions sont notés  $\tilde{x}$  de composantes  $\tilde{x}_J$ .

Afin de distinguer ces trois états et les grandeurs qui s'y rapportent, nous désignerons par un exposant "O" toutes les variables physiques se rapportant au matériau dans l'état naturel, par un exposant "S" celles concernant l'état statique et l'exposant "D" désignera les variables physique du matériau dans l'état dynamique [Duquennoy 97].



*Figure 1-11 : Présentation des différents états du matériau*

Dans le cas où le matériau ne subit pas de déformation statique, le déplacement dû au passage de l'onde ultrasonore est noté  $\tilde{\tilde{u}} = \tilde{x} - x$  (avec  $\bar{u} = 0$ ). Ce déplacement étant petit, les termes du second ordre dans l'expression du tenseur des déformations peuvent être négligés et nous avons alors recours au tenseur infinitésimal des déformations  $e_{IJ}$  (équation 1.2).

Ainsi la loi de comportement du matériau au premier ordre s'écrit :

$$t_{IJ} = C_{IJKL}e_{KL}. \quad (\text{Eq 1.63})$$

La relation fondamentale de la dynamique appliquée à un volume élémentaire de matière de masse volumique  $\rho^0$  permet de déterminer l'équation de propagation de l'onde acoustique dans le milieu à l'état naturel :

$$\frac{\partial t_{IJ}}{\partial x_J} = \rho^0 \frac{\partial^2 \tilde{u}_I}{\partial t^2}. \quad (\text{Eq 1.64})$$

En utilisant l'expression des composantes du tenseur des contraintes (Eq 1.63) dans l'équation (Eq 1.64), nous déterminons l'équation de propagation d'une onde ultrasonore dans un milieu non contraint :

$$\rho^0 \frac{\partial^2 \tilde{u}_I}{\partial t^2} = C_{IJKL} \frac{\partial^2 \tilde{u}_K}{\partial x_J \partial x_L}. \quad (\text{Eq 1.65})$$

Nous recherchons la solution de cette équation sous la forme d'une onde plane monochromatique de polarisation  $U$  et de vecteur d'onde  $K$ , se propageant à la vitesse  $V$  dans la direction  $n$  :

$$\tilde{u}_I = U_I \cdot e^{iK(V \cdot t - n_1 x_1)}. \quad (\text{Eq 1.66})$$

La substitution des composantes du vecteur déplacement exprimées ci-dessus, dans l'équation de propagation en milieu libre, conduit à l'équation aux valeurs propres et vecteurs propres suivante :

$$|C_{IJKL} \cdot n_J \cdot n_L - \rho^0 V^2 \delta_{IK}| \cdot U_K = 0. \quad (\text{Eq 1.67})$$

Les vitesses et les polarisations des ondes acoustiques planes se propageant dans la direction  $n$  correspondent respectivement aux valeurs propres et aux vecteurs propres du tenseur de propagation  $P_{IK} = C_{IJKL} n_J n_L$ , dit tenseur de Christoffel [Royer 96]. Ce tenseur de propagation dépend des caractéristiques mécaniques du matériau et de la direction de propagation de l'onde acoustique. En général, pour  $n$  donné, il existe trois vitesses de propagation possibles qui sont déterminées par la résolution de l'équation caractéristique suivante :

$$|P_{IK} - \rho^0 V^2 \delta_{IK}| = 0. \quad (\text{Eq 1.68})$$

Cette équation aux valeurs propres est l'équation de Christoffel.

Lorsque la propagation de l'onde acoustique s'effectue dans les directions principales du matériau, nous obtenons facilement l'expression des vitesses de propagation en fonction des constantes élastiques d'ordre deux :

$$\begin{cases} \rho^0 V_{11}^2 = C_{11} \\ \rho^0 V_{22}^2 = C_{22} \\ \rho^0 V_{33}^2 = C_{33} \end{cases}, \quad \begin{cases} \rho^0 V_{23}^2 = \rho^0 V_{32}^2 = C_{44} \\ \rho^0 V_{13}^2 = \rho^0 V_{31}^2 = C_{55} \\ \rho^0 V_{12}^2 = \rho^0 V_{21}^2 = C_{66} \end{cases}. \quad (\text{Eq 1.69})$$



$V_{IJ}$  représentant la vitesse de propagation de l'onde acoustique se propageant suivant la direction  $I$  et polarisée selon la direction  $J$ . Si  $I = J$ , il s'agit d'une onde longitudinale. Si  $I \neq J$ , l'onde acoustique est une onde transversale.

### 1.3.2 Equation de propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint

Dans le cas d'un milieu contraint, on peut définir deux déplacements :

- le premier noté  $\bar{u}$  correspond au déplacement de la position  $x$  à la position  $\bar{x}$  des particules constituant le milieu ; il s'agit du passage de l'état naturel à l'état statique  $\bar{u} = \bar{x} - x$ . Dans ce cas, l'état naturel sert de référence pour la définition du vecteur déplacement.
- le second déplacement noté  $\tilde{u}$  correspond au passage de l'état statique à l'état dynamique ; ce déplacement correspond au passage de la position  $\bar{x}$  (état statique) à la position  $\tilde{x}$  (état dynamique) d'où la relation entre déplacement et vecteurs positions  $\tilde{u} = \tilde{x} - \bar{x}$ . Dans ce cas l'état statique sert de référence pour la définition du vecteur déplacement.

La composition des deux déplacements définis ci-avant caractérise le passage de l'état naturel à l'état dynamique :  $\tilde{\tilde{u}}(x, t) = \bar{u}(x) + \tilde{u}(x, t) = \tilde{x} - x$ . Nous attirons ici l'attention du lecteur sur le fait que le vecteur déplacement  $\tilde{\tilde{u}}(x, t)$  est fonction du temps ; néanmoins par soucis de clarté nous noterons ce vecteur  $\tilde{\tilde{u}}$ .

Dans le cadre des petites perturbations, le déplacement dû au passage de l'onde acoustique est supposé petit par rapport au déplacement provoqué par la déformation statique. Le terme du second ordre  $\frac{\partial \bar{u}_K}{\partial x_I} \cdot \frac{\partial \bar{u}_K}{\partial x_J}$  dans l'expression du tenseur des déformations n'est ici plus négligeable par rapport aux termes du premier ordre [Biot 40 ; Thurston 64]. Le fait de conserver ce terme du second ordre en déplacement nécessite d'effectuer le développement de l'énergie de déformation jusqu'au troisième ordre et donc d'introduire les constantes d'élasticité du troisième ordre  $C_{IJKLMN}$  dans la relation liant contraintes et déformations :

$$t_{IJ} = C_{IJKL} \cdot E_{KL} + \frac{1}{2} C_{IJKLMN} \cdot E_{KL} \cdot E_{MN}. \quad (\text{Eq 1.70})$$

Les composantes du tenseur des contraintes sont fonction des composantes du tenseur des déformations. Or, dans le cas de la propagation d'une onde ultrasonore dans un milieu contraint, il existe deux états de déformation que nous pouvons exprimer par rapport aux trois configurations (naturelle, statique et dynamique) définies précédemment.

Ainsi, nous pouvons définir le tenseur des contraintes de différentes manières en fonction d'une part de l'état de déformation dans lequel se trouve le matériau et en fonction d'autre part du système de coordonnées utilisé pour exprimer ce tenseur des contraintes. Ces considérations nous amènent à décrire cinq tenseurs de contrainte. Ces cinq tenseurs correspondent au second tenseur de Piola-Kirchhoff noté  $T^{IJ}$  :

- $T^{SS}$  : état de déformation statique (premier exposant), la contrainte est calculée par rapport à la surface dans l'état statique et est exprimée avec les coordonnées statiques (second exposant)
- $T^{SO}$  : état de déformation statique (premier exposant), la contrainte est calculée par rapport à la surface dans l'état naturel et est exprimée avec les coordonnées naturelles (second exposant)
- $T^{DD}$  : état de déformation dynamique (premier exposant), la contrainte est calculée par rapport à la surface dans l'état dynamique et est exprimée avec les coordonnées dynamiques (second exposant)
- $T^{DS}$  : état de déformation dynamique (premier exposant), la contrainte est calculée par rapport à la surface dans l'état statique et est exprimée avec les coordonnées statiques (second exposant)
- $T^{DO}$  : état de déformation dynamique (premier exposant), la contrainte est calculée par rapport à la surface dans l'état naturel et est exprimée avec les coordonnées naturelles (second exposant)

Nous allons à présent déterminer les relations qui existent entre les tenseurs de Cauchy  $t_{IJ}$  et les tenseurs de Piola-Kirchhoff définis ci-dessus. Pour cela, rappelons dans un premier temps le théorème de Cauchy :

### **Théorème de Cauchy**

Considérons un milieu continu en mouvement soumis aux forces de contact  $df_S$  et volumique  $df_V$ . Faisons l'hypothèse que le vecteur contrainte dépend seulement du vecteur normal unité  $n$  sortant à la frontière du milieu  $df_S = df_S \cdot n$  (hypothèse de Cauchy).

Les équations globales du mouvement sont satisfaites si et seulement si :

- il existe un tenseur du second ordre  $\sigma$  symétrique tel que  $df_S = \sigma(n)$ ,
- $\sigma$  satisfait à l'équation de mouvement  $div(\sigma) + df_V = \rho \cdot a$  ( $a$  est l'accélération).

Ce théorème assure l'existence du tenseur de contrainte de Cauchy et va nous permettre d'exprimer ce tenseur en fonction du second tenseur de Piola-Kirchhoff.

Considérons la force de contact  $d\bar{f}$  s'appliquant sur l'élément de surface matérielle  $d\bar{s}$  dans la configuration déformée du milieu matériau. D'après le théorème de Cauchy, cette force peut être exprimée en fonction de l'élément de surface et du tenseur de contrainte comme suit :

$$d\bar{f} = t \cdot \bar{n} \cdot d\bar{s}. \quad (\text{Eq 1.71})$$

Pour éliminer la surface déformée, on introduit la formule de Nanson dans l'équation précédente :

$$d\bar{s} = J \cdot F^{-T} \cdot ds, \quad (\text{Eq 1.72})$$

où  $ds$  et  $d\bar{s}$  correspondent respectivement aux vecteurs normaux à la surface dans l'état non déformé et dans l'état déformé.  $J$  représente le Jacobien de la transformation  $F$  que subit l'élément de surface matérielle  $ds$  avec  $J = \det(F)$ .

$$d\bar{f} = t \cdot \bar{n} \cdot d\bar{s} = t \cdot |J \cdot F^{-T} \cdot n \cdot ds| = J \cdot t \cdot F^{-T} \cdot n \cdot ds. \quad (\text{Eq 1.73})$$

Pour garder une formulation analogue au tenseur des contraintes de Cauchy, il est d'usage d'introduire la contrainte nominale  $P$  ou premier tenseur de Piola-Kirchhoff qui permet de réécrire l'équation (Eq 1.73) sous la forme :

$$d\bar{f} = P \cdot n \cdot ds, \quad \text{avec} \quad P = J \cdot t \cdot F^{-T}. \quad (\text{Eq 1.74})$$

C'est l'équivalent du théorème de Cauchy en description Lagrangienne.

La contrainte nominale relie la surface matérielle dans la configuration initiale  $ds$  à la force qui s'exerce sur la même surface matérielle dans la configuration déformée  $d\bar{f}$ . Le premier tenseur de Piola-Kirchhoff n'est pas symétrique et nous ne pouvons pas exprimer une loi de comportement entre la contrainte nominale et la mesure de déformation associée.

$$d\bar{f} = P \cdot n \cdot ds = \det(F^{-1}) \cdot P \cdot F^{-T} \bar{n} \cdot d\bar{s}. \quad (\text{Eq 1.75})$$

Nous introduisons alors le deuxième tenseur de Piola-Kirchhoff  $T$  défini par  $P = F \cdot T$ .

$$d\bar{f} = \det(F^{-1}) \cdot P \cdot F^{-T} \bar{n} \cdot d\bar{s} = \det(F^{-1}) \cdot F \cdot T \cdot F^T \bar{n} \cdot d\bar{s} = t \cdot \bar{n} \cdot d\bar{s}, \quad (\text{Eq 1.76})$$

d'où :

$$t = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T, \quad (\text{Eq 1.77})$$

$$T = \det(F) \cdot F^{-1} \cdot t \cdot F^{-T}. \quad (\text{Eq 1.78})$$

Nous parvenons à l'aide de l'équation (Eq 1.77) à expliciter les relations suivantes qui lient les différents tenseurs de contraintes :

$$t_{IJ}^{SS} = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T = \frac{\rho^S}{\rho^0} \cdot \frac{\partial \bar{x}_I}{\partial \bar{x}_K} \cdot \frac{\partial \bar{x}_J}{\partial \bar{x}_L} \cdot T_{KL}^{SS} = T_{IJ}^{SS}, \quad (\text{Eq 1.79})$$

$$t_{IJ}^{SS} = T_{IJ}^{SS} = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T = \frac{\rho^S}{\rho^0} \cdot \frac{\partial \bar{x}_I}{\partial \bar{x}_K} \cdot \frac{\partial \bar{x}_J}{\partial \bar{x}_L} \cdot T_{KL}^{SO}, \quad (\text{Eq 1.80})$$

$$t_{IJ}^{DD} = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T = \frac{\rho^D}{\rho^0} \cdot \frac{\partial \tilde{x}_I}{\partial \tilde{x}_K} \cdot \frac{\partial \tilde{x}_J}{\partial \tilde{x}_L} \cdot T_{KL}^{DD} = T_{IJ}^{DD}, \quad (\text{Eq 1.81})$$

$$t_{IJ}^{DD} = T_{IJ}^{DD} = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T = \frac{\rho^D}{\rho^0} \cdot \frac{\partial \tilde{x}_I}{\partial \tilde{x}_K} \cdot \frac{\partial \tilde{x}_J}{\partial \tilde{x}_L} \cdot T_{KL}^{DO}, \quad (\text{Eq 1.82})$$

$$T_{IJ}^{DS} = [\det(F)]^{-1} \cdot F \cdot T \cdot F^T = \frac{\rho^S}{\rho^D} \cdot \frac{\partial \bar{x}_I}{\partial x_K} \cdot \frac{\partial \bar{x}_J}{\partial x_L} \cdot T_{KL}^{DO}. \quad (\text{Eq 1.83})$$

De la même façon que dans le cas des déplacements, on peut définir l'incrément de contrainte dû au passage de l'onde ultrasonore exprimé par rapport aux coordonnées statiques comme suit :

$$\tilde{T}_{IJ}^S = T_{IJ}^{DS} - T_{IJ}^{SS} = T_{IJ}^{DS} - t_{IJ}^{SS}. \quad (\text{Eq 1.84})$$

L'expression en fonction des coordonnées naturelles est la suivante :  $\tilde{T}_{IJ}^O = T_{IJ}^{DO} - T_{IJ}^{SO}$ .

Les incréments de contraintes  $\tilde{T}_{IJ}^S$  et  $\tilde{T}_{IJ}^O$  sont, quant à eux, reliés par :

$$\tilde{T}_{IJ}^S = \frac{\rho^S}{\rho^0} \cdot \frac{\partial \bar{x}_I}{\partial x_K} \cdot \frac{\partial \bar{x}_J}{\partial x_L} \cdot \tilde{T}_{KL}^O. \quad (\text{Eq 1.85})$$

Le second tenseur de Piola-kirchhoff  $T$  est symétrique et  $T$  appliqué au vecteur d'aire initiale ( $n \cdot ds$ ) donne la force fictive agissant sur la surface en configuration non déformée.

## Equation de propagation

Pour établir les équations de propagation d'une onde ultrasonore dans un milieu contraint, nous devons faire les hypothèses de travail suivantes :

- la prédéformation est statique et le matériau est à l'état d'équilibre à l'état initial,
- les déplacements engendrés par le passage de l'onde acoustique sont faibles par rapport à ceux engendrés par la déformation statique,
- le matériau à l'état naturel est homogène (mais peut être anisotrope),
- les déformations sont soit adiabatiques soit isothermes,
- le matériau a une loi de comportement hyperélastique

Nous ne développerons pas ici l'ensemble du calcul permettant de déterminer les équations de propagation dans le cas d'un milieu contraint. Nous nous limiterons à rappeler les points essentiels. Le lecteur intéressé pourra se référer, par exemple, aux deux références suivantes [Duquennoy 97 ; Pao 84].

L'équation fondamentale de la dynamique s'écrit :

$$\frac{\partial t_{IJ}^{DD}}{\partial \tilde{x}_J} = \rho^D \cdot \frac{\partial^2 \tilde{u}_I}{\partial t^2}. \quad (\text{Eq 1.86})$$

Avec les deux seules hypothèses de prédéformation statique et de petite perturbation dynamique, l'expression (Eq 1.86) peut s'écrire en coordonnées statiques :

$$\frac{\partial}{\partial \bar{x}_J} \left[ \tilde{T}_{IJ}^S + \frac{\partial \tilde{u}_I}{\partial \bar{x}_L} \cdot t_{LJ}^{SS} \right] = \rho^S \cdot \frac{\partial^2 \tilde{u}_I}{\partial t^2}. \quad (\text{Eq 1.87})$$

Le développement de l'équation (Eq 1.87) permet d'exprimer les incréments de contraintes en fonction des constantes élastiques du second et du troisième ordre et des déformations :

$$\tilde{T}_{IJ}^S = R_{IJKL} \cdot \frac{\partial \tilde{u}_K}{\partial \bar{x}_L}, \quad (\text{Eq 1.88})$$

avec

$$R_{IJKL} = C_{IJKL} \left( 1 - \frac{\partial \bar{u}_M}{\partial \bar{x}_M} \right) + C_{IJKLMN} \frac{\partial \bar{u}_M}{\partial \bar{x}_N} + C_{MJKL} \frac{\partial \bar{u}_I}{\partial \bar{x}_M} + C_{IMKL} \frac{\partial \bar{u}_J}{\partial \bar{x}_M} + C_{IJML} \frac{\partial \bar{u}_K}{\partial \bar{x}_M} + C_{IJKM} \frac{\partial \bar{u}_L}{\partial \bar{x}_M}. \quad (\text{Eq 1.89})$$

Les termes  $R_{IJKL}$  possèdent les mêmes caractéristiques de symétrie que les constantes élastiques  $C_{IJKL}$ , la notation contractée de Voigt peut donc être utilisée.

L'équation (Eq 1.87) s'écrit alors sous la forme :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} \left[ (R_{IJKL} + \delta_{IK} \cdot t_{jL}^{SS}) \cdot \frac{\partial \tilde{u}_K}{\partial \bar{x}_L} \right] = \rho^S \cdot \frac{\partial^2 \tilde{u}_I}{\partial t^2}. \quad (\text{Eq 1.90})$$

## 1.4 Expression des vitesses de propagation des ondes de volume dans un milieu contraint

De la même manière que dans le cas de la propagation d'une onde acoustique dans un milieu non contraint, nous pouvons rechercher les solutions de ces équations de propagation sous la forme d'ondes planes monochromatiques se propageant dans la direction  $n$  et polarisées suivant  $U$ , à la condition de considérer un champ de contrainte homogène. En effet, ces équations n'admettent des solutions en ondes planes monochromatiques que si les coefficients de ces équations sont constants, ce qui est le cas pour une prédéformation homogène. Dans ce cas, le déplacement s'écrit sous la forme :

$$\tilde{u}_I = U_j \cdot e^{i\bar{K}(n_q x_q - \bar{V} \cdot t)}, \quad (\text{Eq 1.91})$$

avec  $\bar{V}$  vitesse de propagation de l'onde ultrasonore et  $\bar{K}$  nombre d'onde explicités par rapport aux coordonnées statiques.

L'équation caractéristique exprimée en coordonnées statiques est alors dans le cas d'un milieu précontraint de façon homogène :

$$\left| (R_{IJKL} + t_{jL}^{SS}) \cdot n_j \cdot n_L - \rho^S \cdot \bar{V}^2 \cdot \delta_{IK} \right| = \left| B_{IJKL} \cdot n_j \cdot n_L - \rho^S \cdot \bar{V}^2 \cdot \delta_{IK} \right| = 0, \quad (\text{Eq 1.92})$$

avec

$$B_{IJKL} = (R_{IJKL} + t_{jL}^{SS}) \cdot \delta_{IK}. \quad (\text{Eq 1.93})$$

Cette expression a la même forme que l'équation de Christoffel (Eq 1.68). Le tenseur de propagation  $C_{IJKL}$  est remplacé formellement par le tenseur acoustoélastique  $B_{IJKL}$ . Nous remarquons la présence du terme  $t_{jL}^{SS}$  qui traduit, dans le cas d'un milieu contraint, la dépendance de la vitesse de propagation des ondes de volume vis-à-vis du champ de contrainte.

L'équation (Eq 1.92) permet d'établir les expressions littérales de la vitesse de propagation d'une onde acoustique dans un milieu contraint en coordonnées statiques. Nous allons, à titre d'exemple, développer les solutions de l'équation (Eq 1.92) dans le cas d'une onde acoustique se propageant suivant la direction  $\xi_I$  (Figure 1-11). Dans ce cas, les vitesses de propagation  $V_{IJ}$  s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho^S \bar{V}_{11}^2 = R_{11} + t_{11}^{SS}, \\ \rho^S \bar{V}_{12}^2 = R_{66} + t_{11}^{SS}, \\ \rho^S \bar{V}_{13}^2 = R_{55} + t_{11}^{SS}. \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \text{(Eq 1.94)} \\ \text{(Eq 1.95)} \\ \text{(Eq 1.96)} \end{array}$$

Dans le cas d'un matériau isotrope comme le verre, les axes de symétries sont confondus avec les axes principaux de déformations, nous pouvons exprimer  $R_{11}$ ,  $R_{66}$  et  $R_{55}$  de la manière suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} R_{11} = \frac{\rho^S}{\rho^0} [C_{11} + e_{11} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{22} \cdot C_{112} + e_{33} \cdot C_{112}], \\ R_{66} = \frac{\rho^S}{\rho^0} [C_{44} + e_{33} \cdot C_{144} + (e_{11} + e_{22}) \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155})], \\ R_{55} = \frac{\rho^S}{\rho^0} [C_{44} + e_{22} \cdot C_{144} + (e_{11} + e_{33}) \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155})]. \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \text{(Eq 1.97)} \\ \text{(Eq 1.98)} \\ \text{(Eq 1.99)} \end{array}$$

avec

$$\frac{\rho^S}{\rho^0} = 1 - (e_{11} + e_{22} + e_{33}). \quad \text{(Eq 1.100)}$$

En substituant l'expression de  $\frac{\rho^S}{\rho^0}$  dans les équations (Eq 1.97-99) et en négligeant les termes supérieurs à l'ordre deux en déformation, nous établissons l'expression de  $R_{11}$ ,  $R_{66}$  et  $R_{55}$  en fonction des constantes élastiques (d'ordre deux et d'ordre trois) et des déformations :

$$\left\{ \begin{array}{l} R_{11} = C_{11} + e_{11} \cdot (3 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{22} \cdot (-C_{11} + C_{112}) + e_{33} \cdot (-C_{11} + C_{112}), \\ R_{66} = C_{44} + e_{33} \cdot (-C_{44} + C_{144}) + (e_{11} + e_{22}) \cdot (C_{44} + C_{155}), \\ R_{55} = C_{44} + e_{22} \cdot (-C_{44} + C_{144}) + (e_{11} + e_{33}) \cdot (C_{44} + C_{155}). \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \text{(Eq 1.101)} \\ \text{(Eq 1.102)} \\ \text{(Eq 1.103)} \end{array}$$

A partir des expressions (Eq 1.101-103), les équations (Eq 1.94-96) se mettent sous la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho^S \bar{V}_{11}^2 = C_{11} + e_{11} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{22} \cdot (-C_{11} + C_{12} + C_{112}) + e_{33} \cdot (-C_{11} + C_{12} + C_{112}), \\ \rho^S \bar{V}_{12}^2 = C_{44} + e_{11} \cdot (C_{11} + C_{44} + C_{155}) + e_{22} \cdot (C_{12} + C_{44} + C_{155}) + e_{33} \cdot (C_{12} - C_{44} + C_{144}), \\ \rho^S \bar{V}_{13}^2 = C_{44} + e_{11} \cdot (C_{11} + C_{44} + C_{155}) + e_{22} \cdot (C_{12} - C_{44} + C_{144}) + e_{33} \cdot (C_{12} + C_{44} + C_{155}). \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \text{(Eq 1.104)} \\ \text{(Eq 1.105)} \\ \text{(Eq 1.106)} \end{array}$$

L'équation (Eq 1.104) peut être décomposée en deux parties : la première ( $C_{11}$ ) correspond à l'expression de la vitesse de propagation d'une onde ultrasonore longitudinale dans un milieu non contraint, la seconde  $e_{11} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{22} \cdot (-C_{11} + C_{12} + C_{112}) + e_{33} \cdot (-C_{11} + C_{12} + C_{112})$  correspond à la "perturbation" apportée par les déformations à l'état statique. Ce terme dépend des caractéristiques mécaniques du matériau ( $C_{IJ}$  et  $C_{IJK}$ ) et des déformations ( $e_{IJ}$ ) engendrées par le passage de l'état naturel à l'état statique. Les équations (Eq 1.105) et (Eq 1.106) correspondent aux

vitesses de propagation des ondes ultrasonores transversales (polarisées suivant les directions  $\xi_2$  et  $\xi_3$  respectivement) dans un milieu contraint.

Nous voyons avec les équations (Eq 1.104-106) que la mesure ultrasonore de la vitesse de propagation des ondes de volume dans un matériau mis en charge (compression ou traction) permet de déterminer les contraintes, à condition que les constantes élastiques du second et du troisième ordre soient connues.

## 1.5 Propagation de l'onde de Rayleigh en champ de contrainte uniforme

Nous allons, dans ce paragraphe, rappeler les étapes de calcul nécessaires à l'établissement des vitesses solutions de l'équation de propagation de l'onde de Rayleigh dans un milieu contraint uniformément dans l'épaisseur en coordonnées statiques.

Pour établir les équations de propagation (Eq 1.90) et (Eq 1.92), nous n'avons pas fait d'hypothèse sur la nature de l'onde acoustique. Par conséquent, ces équations régissent également la propagation de l'onde de Rayleigh à la surface libre d'un matériau supposé homogène et semi-infini.

Supposons que la direction de propagation soit parallèle à l'une des directions principales de déformation (ou de contrainte). Cette hypothèse permet de réduire notre étude à une analyse bidimensionnelle puisque la composante transverse (onde transverse horizontale) au plan sagittal ne joue aucun rôle dans la propagation de l'onde de Rayleigh [Hirao 81].

Si la propagation de l'onde de Rayleigh s'effectue suivant la direction  $\xi_1$  et que la surface du matériau est déterminée par  $\bar{x}_2 = 0$  alors le plan sagittal est constitué par  $(\xi_1, \xi_2)$  et nous pouvons écrire le déplacement dynamique sous la forme :

$$\begin{cases} \tilde{u}_I = f(\bar{x}_2) \cdot e^{i.K.(\bar{x}_1 - V_R.t)} \\ \tilde{u}_3 = 0 \end{cases}, \quad I = 1, 2. \quad (\text{Eq 1.107})$$

Puisque le verre est un matériau isotrope, les axes de symétrie sont colinéaires aux axes principaux de déformations et par conséquent nous pouvons simplifier l'équation (Eq 1.90).

De plus, les conditions à la surface libre  $t_{22}^{SS}(\bar{x}_2) = 0$  (coordonnées statiques) et  $T_{22}^{SO}(x_2) = 0$  (coordonnées naturelles) seront supposées vraies sur une épaisseur correspondant à la longueur de pénétration de l'onde de Rayleigh. Compte tenu des hypothèses simplificatrices précédentes et en



substituant l'expression des déplacements (Eq 1.107) dans l'équation de propagation, nous aboutissons en coordonnées statiques au système d'équations suivant :

$$[\rho^S \cdot \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{1111}) + D(R_{1212}D)] \cdot f_1 + i \cdot [(R_{1122} + R_{1221})D + DR_{1221}] \cdot f_2 = 0, \quad (\text{Eq 1.108})$$

$$[\rho^S \cdot \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{2121}) + D(R_{1212}D)] \cdot f_2 + i \cdot [(R_{1122} + R_{1221})D + DR_{1122}] \cdot f_1 = 0. \quad (\text{Eq 1.109})$$

$D$  représentant l'opérateur dérivation par rapport à  $K \cdot \bar{x}_2$  :

$$D \equiv \frac{d}{d(K \cdot \bar{x}_2)}. \quad (\text{Eq 1.110})$$

Le système (Eq 1.108-109) est un système d'équations différentielles et non pas un système linéaire de deux équations à deux inconnues ( $f_1, f_2$ ).

En faisant de surcroît l'hypothèse de déformation uniforme, nous avons  $DR_{IJKL} = 0$  (puisque  $R_{IJKL}$  ne dépend pas de  $\bar{x}_2$ ), les systèmes (Eq 1.108-109) deviennent alors :

$$[\rho^S \cdot \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{1111}) + R_{1212} \cdot D^2] \cdot f_1 + i[(R_{2211} + R_{1221})D] \cdot f_2 = 0, \quad (\text{Eq 1.111})$$

$$[\rho^S \cdot \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{2121}) + R_{2222} \cdot D^2] \cdot f_2 + i[(R_{2211} + R_{1221})D] \cdot f_1 = 0. \quad (\text{Eq 1.112})$$

Les amplitudes des déplacements de l'onde de Rayleigh ( $f_1$  et  $f_2$ ) doivent satisfaire ces systèmes d'équations dans le cas d'une contrainte uniforme dans l'épaisseur.

Si nous posons arbitrairement les solutions  $f_1$  et  $f_2$  sous la forme :

$$f_1 = -i \cdot [(R_{1122} + R_{1221})D] \cdot F, \quad (\text{Eq 1.113})$$

$$f_2 = [\rho^S \cdot V_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{1111}) + R_{1212} \cdot D^2] \cdot F. \quad (\text{Eq 1.114})$$

$F$  étant une fonction de  $\bar{x}_2$  à déterminer. L'équation (Eq 1.111) est directement satisfaite.

L'équation (Eq 1.112) devient, étant données les expressions de  $f_1$  et  $f_2$  (Eq 1.113-114), une équation différentielle du quatrième ordre qui s'écrit :

$$\left[ \rho^S \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{2121}) + R_{2222} \cdot D^2 \right] \left[ \rho^S \bar{V}_R^2 - (t_{11}^{SS} + R_{1111}) + R_{1212} \cdot D^2 \right] F + (R_{2211} + R_{1221})^2 \cdot D^2 F = 0. \quad (\text{Eq 1.115})$$

L'équation différentielle (Eq 1.115) admet comme solutions une somme de fonctions exponentielles dont les inconnues sont les amplitudes à l'origine  $A_i$  et les termes de "décroissances"  $m_i$ .

Nous cherchons donc une solution  $F$  sous la forme :

$$F = \sum_{i=1}^2 A_i \cdot e^{-m_i K \bar{x}_2}, \quad \text{en statique.} \quad (\text{Eq 1.116})$$

Notons ici que la somme ne contient que deux termes (et non quatre pour une équation différentielle du quatrième ordre). En effet, seuls les termes de décroissances  $m_i$  positifs assurent la convergence de la solution lorsque  $\bar{x}_2$  tend vers  $+\infty$ . L'équation (Eq 1.115) détermine le comportement de l'onde de Rayleigh en coordonnées statiques.

## Conditions aux limites

Outre le système d'équations (Eq 1.108-109), les amplitudes de déplacement de l'onde de Rayleigh doivent satisfaire les conditions aux limites à la surface libre du matériau. En effet, la surface  $\bar{x}_2 = 0$ , de normale  $N$  dirigée vers l'extérieur, est libre aussi bien à l'état statique qu'à l'état dynamique. Ceci se traduit par les relations suivantes :

$$N_j \cdot t_{ij}^{SS} = 0 \text{ en } \bar{x}_2 = 0 \quad (\text{coordonnées statiques}). \quad (\text{Eq 1.117})$$

$$N_j \cdot t_{ij}^{DD} = 0 \text{ en } \bar{x}_2 = 0 \quad (\text{coordonnées dynamiques}). \quad (\text{Eq 1.118})$$

Le développement de l'équation (Eq 1.118) permet en tenant compte de l'expression (Eq 1.117) d'aboutir au système traduisant les conditions aux limites que doivent satisfaire les amplitudes du déplacement de l'onde de Rayleigh :

$$\begin{cases} Df_1 + i \cdot f_2 = 0. & (\text{Eq 1.119}) \\ i \cdot R_{12} \cdot f_1 + R_{22} \cdot Df_2 = 0. & (\text{Eq 1.120}) \end{cases}$$

## Equation caractéristique de la propagation de l'onde de Rayleigh

Lorsque l'on étudie la propagation de l'onde de Rayleigh en milieu non contraint, l'équation caractéristique s'écrit de la manière suivante :

$$[C_{22} \cdot \{\alpha - C_{11}\} + C_{12}^2]^2 \cdot \{\alpha - C_{66}\} - C_{22} \cdot C_{66} \cdot \alpha^2 \cdot \{\alpha - C_{11}\} = 0, \quad (\text{Eq 1.121})$$

avec

$$\alpha = \rho^S \cdot \bar{V}_R^2. \quad (\text{Eq 1.122})$$

Pour déterminer l'équation caractéristique en milieu contraint, nous substituons l'expression de  $F$  (Eq 1.116) dans les expressions des amplitudes de déplacement de l'onde de Rayleigh (Eq 1.113-114), puis nous utilisons les nouvelles expressions de  $f_1$  et  $f_2$  dans les conditions aux limites (Eq 1.119-120).

Ceci nous permet d'aboutir à un système d'équations homogènes et linéaires en  $A_1$  et  $A_2$ . Ce système admet une solution non nulle si nous imposons la nullité de son déterminant. L'équation caractéristique de la propagation de l'onde de Rayleigh dans un milieu contraint uniformément s'écrit :

$$[R_{22} \cdot \{\alpha - (t_{11}^{SS} + R_{11})\} + R_{12}^2]^2 \cdot \{\alpha - (t_{11}^{SS} + R_{66})\} - R_{22} \cdot R_{66} \cdot (\alpha - t_{11}^{SS})^2 \cdot \{\alpha - (t_{11}^{SS} + R_{11})\} = 0. \quad (\text{Eq 1.123})$$

Ces expressions nous permettent de calculer la vitesse de l'onde de Rayleigh à contrainte fixée et connaissant les constantes élastiques du second et du troisième ordre.

### Détermination des coefficients acoustoélastiques de l'onde de Rayleigh

Pour obtenir l'expression des coefficients acoustoélastiques de l'onde de Rayleigh, nous remplaçons les termes  $R_{IJKL}$  dans l'équation (Eq 1.123) par leurs expressions en fonction des constantes élastiques et des déformations tout en négligeant tout au long de notre calcul les termes d'ordre supérieur à un en déformation, nous obtenons alors une équation de la forme :

$$(a_0 + a_1 \cdot e_{11} + a_2 \cdot e_{22}) \alpha^3 + (b_0 + b_1 \cdot e_{11} + b_2 \cdot e_{22}) \alpha^2 + (c_0 + c_1 \cdot e_{11} + c_2 \cdot e_{22}) \alpha + (d_0 + d_1 \cdot e_{11} + d_2 \cdot e_{22}) = 0. \quad (\text{Eq 1.124})$$

Les constantes intervenant dans cette équation sont fonction de la symétrie du milieu dans lequel l'onde de Rayleigh se propage. Les coefficients  $a_i$ ,  $b_i$ ,  $c_i$  et  $d_i$  sont fonction des constantes élastiques du second et troisième ordre [Duquenooy 06].

Puisque la contrainte  $t_{22}^{SS} = 0$  en  $\bar{x}_2 = 0$ , deux des déformations principales sont indépendantes l'une de l'autre, par exemple  $e_{11}$  et  $e_{22}$ .

La déformation  $e_{33}$  s'exprimera donc en fonction des deux précédentes et nous pouvons écrire :

$$e_{33} = -e_{11} - \frac{C_{22}}{C_{12}} \cdot e_{22} \quad (\text{pour un milieu isotrope}). \quad (\text{Eq 1.125})$$

La solution de l'équation (Eq 1.123) peut ainsi se mettre sous la forme :

$$\rho^S \cdot \bar{V}_R^2 = \alpha_0 + \alpha_1 \cdot e_{11} + \alpha_2 \cdot e_{22}, \quad (\text{Eq 1.126})$$

où  $\alpha_0$ ,  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  sont indépendants de  $e_{11}$  et  $e_{22}$ .

Notons que  $\alpha_0 = \rho^O \cdot V_R^{O^2}$ .

Ainsi la variation relative de vitesse de l'onde de Rayleigh  $\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^O} \approx \frac{\bar{V}_R^2 - V_R^{O^2}}{2\bar{V}_R^O^2}$  s'écrit :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^O} = \frac{1}{2} \cdot \left[ \frac{\rho^O}{\rho^S} \cdot \left( 1 + \frac{\alpha_1}{\alpha_0} \cdot e_{11} + \frac{\alpha_2}{\alpha_0} \cdot e_{22} \right) - 1 \right]. \quad (\text{Eq 1.127})$$

Or :

$$\frac{\rho^O}{\rho^S} = 1 + e_{11} + e_{22} + e_{33}, \quad (\text{Eq 1.128})$$

nous obtenons finalement :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^O} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\alpha_1}{\alpha_0} \cdot e_{11} + \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{\alpha_2}{\alpha_0} + 1 - \frac{C_{22}}{C_{12}} \right) \cdot e_{22}, \quad (\text{Eq 1.129})$$

avec

$$\alpha_1 = - \frac{a_1 \cdot \alpha_0^3 + b_1 \cdot \alpha_0^2 + c_1 \alpha_0 + d_1}{3 \cdot a_0 \cdot \alpha_0^2 + 2 \cdot b_0 \cdot \alpha_0 \cdot c_0}, \quad (\text{Eq 1.130})$$

$$\alpha_2 = - \frac{a_2 \cdot \alpha_0^3 + b_2 \cdot \alpha_0^2 + c_2 \alpha_0 + d_2}{3 \cdot a_0 \cdot \alpha_0^2 + 2 \cdot b_0 \cdot \alpha_0 \cdot c_0}. \quad (\text{Eq 1.131})$$

Afin d'obtenir les expressions des coefficients acoustoélastiques (en coordonnées statiques) de l'onde de Rayleigh à partir de l'équation (Eq 1.131), nous devons ici exprimer les déformations en fonction des contraintes pour  $t_{22}^{SS} = 0$  :

$$\left\{ \begin{array}{l} e_{11} = \frac{N_1 \cdot t_{11}^S + N_3 \cdot t_{33}^S}{\nabla}, \\ e_{22} = \frac{N_2 \cdot t_{11}^S + N_5 \cdot t_{33}^S}{\nabla}. \end{array} \right. \quad (\text{Eq 1.132})$$

$$\left\{ \begin{array}{l} e_{11} = \frac{N_1 \cdot t_{11}^S + N_3 \cdot t_{33}^S}{\nabla}, \\ e_{22} = \frac{N_2 \cdot t_{11}^S + N_5 \cdot t_{33}^S}{\nabla}. \end{array} \right. \quad (\text{Eq 1.133})$$

avec  $N_1, N_2, N_3$ , et  $N_5$  les mineurs de rang 1 de la matrice des rigidités et  $\nabla$  son déterminant. Ces mineurs sont définis de la façon suivante :

$$\begin{cases} N_1 = C_{22} \cdot C_{33} - C_{23}^2, \\ N_2 = C_{13} \cdot C_{23} - C_{12} \cdot C_{13}, \\ N_3 = C_{12} \cdot C_{23} - C_{13} \cdot C_{22}, \\ N_5 = C_{12} \cdot C_{13} - C_{11} \cdot C_{23}. \end{cases} \quad (\text{Eq 1.134})$$

$$\nabla = C_{11} \cdot N_1 + C_{12} \cdot N_2 + C_{13} \cdot N_3. \quad (\text{Eq 1.135})$$

Nous obtenons ainsi :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^0} = \bar{A}_{R12}^{(1)} \cdot t_{11}^{SS} + \bar{A}_{R12}^{(3)} \cdot t_{33}^{SS}, \quad (\text{Eq 1.136})$$

avec :

$$\bar{A}_{R12}^{(1)} = \frac{1}{\nabla} \cdot \left\{ \frac{N_1}{2} \cdot \frac{\alpha_1}{\alpha_0} + \frac{N_2}{2} \cdot \left( \frac{\alpha_2}{\alpha_0} + 1 - \frac{C_{22}}{C_{12}} \right) \right\}, \quad (\text{Eq 1.137})$$

$$\bar{A}_{R12}^{(3)} = \frac{1}{\nabla} \cdot \left\{ \frac{N_3}{2} \cdot \frac{\alpha_1}{\alpha_0} + \frac{N_5}{2} \cdot \left( \frac{\alpha_2}{\alpha_0} + 1 - \frac{C_{22}}{C_{12}} \right) \right\}. \quad (\text{Eq 1.138})$$

Nous constatons au travers des expressions (Eq 1.135) et (Eq 1.136) que les coefficients acoustoélastiques sont uniquement fonction des constantes élastiques du second et du troisième ordre. Ils correspondent donc bien à une caractéristique intrinsèque du matériau.

## Cas particuliers de champ de contrainte

Si nous envisageons le cas d'une contrainte uniforme suivant la direction  $\xi_1$  ( $t_{11}^{SS} \neq 0$  et  $t_{33}^{SS} = 0$ ), l'équation (Eq 1.134) se réduit à :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^0} = \bar{A}_{R12}^{(1)} \cdot t_{11}^{SS}. \quad (\text{Eq 1.139})$$

Le coefficient acoustoélastique  $\bar{A}_{R12}^{(1)}$  traduit ainsi la variation de vitesse de l'onde de Rayleigh vis-à-vis d'une contrainte appliquée suivant la direction de propagation de l'onde.

Si nous envisageons à présent une contrainte uniforme suivant la direction  $\xi_3$  ( $t_{33}^{SS} \neq 0$  et  $t_{11}^{SS} = 0$ ), l'équation (Eq 1.134) se réduit cette fois-ci à :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^0} = \bar{A}_{R12}^{(3)} \cdot t_{33}^{SS}. \quad (\text{Eq 1.140})$$

Le coefficient acoustoélastique  $\bar{A}_{R12}^{(3)}$  traduit donc la variation de vitesse de l'onde de Rayleigh vis-à-vis d'une contrainte appliquée suivant une direction perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde.

Dans le cas d'une contrainte biaxiale homogène ( $t_{11}^{SS} = t_{33}^{SS}$ ), nous pourrions écrire :

$$\frac{\Delta \bar{V}_R}{V_R^0} = \bar{A}_{R(12)} \cdot t^{SS}, \quad (\text{Eq 1.141})$$

avec  $\bar{A}_{R(12)} = \bar{A}_{R12}^{(1)} + \bar{A}_{R12}^{(3)}$  et  $t^{SS} = t_{11}^{SS} + t_{33}^{SS}$ .

## Conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons rappelé les définitions des différents tenseurs et les principaux résultats utilisés en élasticité ainsi que les relations tensorielles générales régissant les phénomènes piézoélectriques. Après une brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées par des structures typiques telles qu'une interface entre deux solides, une plaque ou une structure couche sur substrat, nous avons également passé en revue les équations fondamentales de la propagation des ondes élastiques dans un milieu contraint et non contraint. Nous nous sommes intéressés en particulier à la propagation d'une onde de Rayleigh dans un milieu piézoélectrique puis dans un milieu en présence d'un champ de contrainte uniforme. Ces études nous seront utiles aux chapitres suivants notamment quand il sera question de l'estimation du niveau de contrainte résiduelle dans le verre en surface à l'aide d'ondes de Rayleigh hautes fréquences générées par des transducteurs interdigités.



# Chapitre 2

## Transducteurs interdigités à ondes acoustiques de surface : principe, étude et réalisation

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>51</b>
<b>2.1 HISTORIQUE DES CAPTEURS INTERDIGITES A ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE</b>	<b>51</b>
<b>2.2 UTILISATION DES CAPTEURS IDT POUR LE CONTROLE NON DESTRUCTIF .....</b>	<b>55</b>
<b>2.3 GENERATION DES ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE DE TYPE RAYLEIGH PAR LES TRANSDUCTEURS INTERDIGITES .....</b>	<b>57</b>
2.3.1 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT .....	57
2.3.2 EFFETS SECONDAIRES ET CORRECTIONS POSSIBLES .....	59
2.3.2.1 Ondes de volumes .....	59
2.3.2.2 Diffraction.....	60
2.3.2.3 Réflexions.....	60
2.3.3 CHOIX DU MATERIAU PIEZOELECTRIQUE .....	60
2.3.4 REPONSE FREQUENTIELLE D'UN IDT .....	61
2.3.5 BANDE PASSANTE D'UN IDT .....	64
2.3.6 SCHEMA EQUIVALENT .....	66
2.3.6.1 Schéma équivalent en série .....	66
2.3.6.2 Schéma équivalent en parallèle .....	68
2.3.7 IDT UNIDIRECTIONNELS OU UDT.....	69
<b>2.4 TECHNOLOGIES DE FABRICATION .....</b>	<b>70</b>
2.4.1 GENERALITES SUR LES COUCHES MINCES ET LEUR DEPOT .....	70
2.4.1.1 Procédé chimique, dépôt CVD.....	71
2.4.1.2 Procédé physique, dépôt PVD .....	72
2.4.2 TECHNIQUE DE GRAVURE .....	74
2.4.2.1 Gravure sèche (gravure plasma) .....	76
2.4.2.2 Gravure humide .....	76
2.4.3 LA PHOTOLITHOGRAPHIE ET LA TECHNIQUE LIFT-OFF .....	77
2.4.3.1 Résines pour la photolithographie.....	78
2.4.3.2 Le recuit.....	79
2.4.3.3 Le photomasque .....	79
2.4.3.4 Le développement .....	80
2.4.4 INTERCONNEXION : LA TECHNIQUE FILAIRE .....	81
<b>2.5 REALISATION ET CARACTERISATION DES TRANSDUCTEURS IDT .....</b>	<b>82</b>
2.5.1 OPTIMISATION DE LA BANDE PASSANTE .....	83
2.5.2 MODELISATION DES CAPTEURS IDT PAR ELEMENTS FINIS .....	84
2.5.3 REALISATION DES CAPTEURS IDT .....	86
2.5.4 CARACTERISATION ELECTRIQUE .....	89
2.5.5 CARACTERISATION ACOUSTIQUE.....	91
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>93</b>





# Introduction

Les transducteurs interdigités à ondes acoustiques de surface sont principalement conçus à partir d'une technologie planaire. Cette technologie consiste à développer des transducteurs à électrodes interdigitées. Ces dernières sont déposées sur la surface d'un substrat piézoélectrique. La réalisation de ces capteurs nécessite un recours aux procédés technologiques de la microélectronique tels que la photolithographie, la gravure mais encore les techniques de dépôt de couche mince.

Dans ce chapitre, après avoir présenté un bref historique des capteurs à ondes acoustiques de surface, nous décrirons comment sont générées des ondes acoustiques de surface à l'aide d'un transducteur interdigité. La partie suivante sera consacrée aux technologies de réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface au travers de la description des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces. Ensuite, nous nous intéresserons à la modélisation de ces capteurs afin de choisir les paramètres qui nous permettront d'obtenir les performances nécessaires pour la caractérisation de structures à couche et à gradient. Nous donnerons des détails sur les capteurs IDT qui ont été fabriqués et que nous avons caractérisés électriquement et acoustiquement. Enfin, nous comparerons les résultats de la modélisation avec ceux observés expérimentalement.

## 2.1 Historique des capteurs interdigités à ondes acoustiques de surface

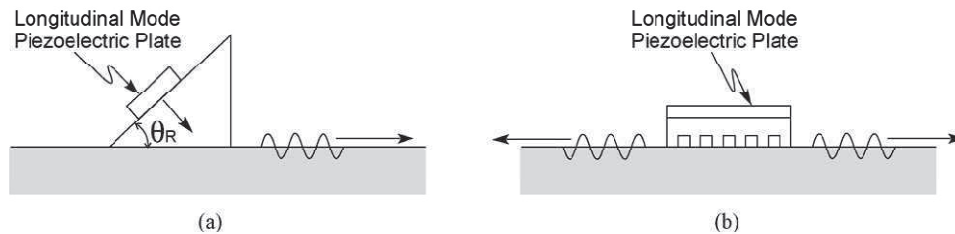
Le développement des dispositifs interdigités à ondes acoustiques de surface de type SAW<sup>1</sup> est évidemment lié au développement des techniques ultrasonores. Ce développement commence à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle avec les frères Curie lorsqu'ils découvrirent l'effet piézoélectrique en observant certains cristaux se polariser électriquement lorsqu'ils sont soumis à une pression mécanique. Cinq ans plus tard, Lord Rayleigh démontre la possibilité de faire propager des ondes acoustiques de surface dans les solides. Ces ondes de surface ont pour principale caractéristique d'avoir leur énergie confinée à la surface des matériaux généralement sur une profondeur correspondant à une longueur d'onde  $\lambda_R$  environ. La découverte de ces ondes de surface fut très intéressante car elle permit entre autre de savoir d'où provenaient les ondes les plus lentes générées lors de séismes. Ces ondes sont en effet les plus destructrices car leur énergie est confinée proche de la surface [Howard 85].

Pour générer des ondes acoustiques de surface, il est possible d'employer un élément piézoélectrique déposé sur un prisme avec sur sa face inclinée une ou plusieurs électrodes (capteur à coin [Kino 85]). Le principe de conversion est utilisé pour obtenir à partir d'une onde de volume, une onde de surface

---

<sup>1</sup> SAW : *Surface Acoustic Wave* (onde acoustique de surface)

en tenant compte des lois de réfraction de Snell-Descartes. Le prisme est orienté d'un angle  $\theta_R$  de telle manière que la composante horizontale de la vitesse des ondes de volume soit égale à la vitesse de l'onde de surface du matériau sous-jacent (Figure 2-1(a)). Cette condition étant vérifiée, il se produit une conversion de l'onde de volume en onde de surface.



*Figure 2-1 : Méthodes de génération de l'onde de Rayleigh à aide de capteurs à coins (a) et à peigne (b) [Na 08].*

Une deuxième méthode pour exciter les ondes de Rayleigh consiste en l'utilisation d'une structure en forme de peigne. Comme pour le capteur à coin un élément piézoélectrique excite des ondes de volume qui sont converties en ondes de surface au travers d'un réseau périodique (alternance de saillies et de fentes de largeur  $\lambda_R/2$ ). Ce type de transducteur est capable d'exciter l'onde de Rayleigh très efficacement en le posant à la surface d'un échantillon de n'importe quel matériau. Il génère un ensemble périodique de perturbations en mode normal à la surface du solide ; la seule condition étant que la périodicité spatiale du peigne doit être égale à la longueur d'onde  $\lambda_R$  de l'onde de Rayleigh [Rose 98] (Figure 2-1(b)).

Durant la seconde guerre mondiale beaucoup d'études ont été menées dans le domaine des radars. Désirant améliorer la résolution spatiale des lignes à retard, utilisées pour distinguer, dans le cas de cibles réfléchissantes trop proches, deux échos retours en dépit de leur recouvrement partiel, différentes solutions furent envisagées. A titre d'exemple, un fil conducteur de plusieurs centaines de mètres est nécessaire pour avoir un retard d'une microseconde, ce qui est naturellement très encombrant et inapproprié.

Dès le début des années soixante, l'utilisation de la technologie des systèmes d'analyse ultrasonores, et plus particulièrement de leur propriété de ligne à retard, permet de résoudre ces problèmes technologiques de forts retards, en réduisant l'encombrement du système. Puisque la vitesse acoustique dans un matériau solide est typiquement  $10^5$  fois plus faible que la vitesse d'une impulsion électromagnétique, il devient possible de retarder des signaux de plusieurs microsecondes à l'aide d'un volume de matière très petit (quelques millimètres). Par exemple, pour un acier ayant une vitesse acoustique de 6000 m/s, 6 mm suffiront à ralentir un signal d'une microseconde.

Afin de réaliser le filtrage sélectif, c'est-à-dire capable de retarder les basses et les hautes fréquences à des temps de vol différents, Mortley et Rowen ont proposé des solutions intéressantes [Mortley 62 ; Rowen 63]. Mortley a utilisé un matériau piézoélectrique de section trapézoïdale surmonté d'électrodes métalliques de périodicité croissante sur chaque face inclinée d'un prisme de quartz. En hautes fréquences, les ondes acoustiques sont générées de préférence là où la périodicité est la plus petite, tandis qu'en basses fréquences elles le sont là où la périodicité est la plus grande. Les temps de vol en hautes fréquences sont donc plus courts qu'en basses fréquences (Figure 2-2). Par le biais de cette géométrie, on obtient un système dispersif tout en utilisant des ondes de volume non-dispersives.

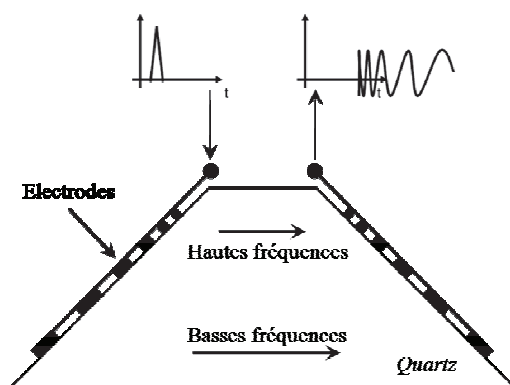


Figure 2-2 : Ligne à retard dispersive : modèle de Mortley [Mortley 62]

Cette méthode bien qu'originale reste toutefois peu pratique à mettre en œuvre à cause de la divergence des ondes de volume. Une solution a été proposée et brevetée par Rowen en 1963, sous la forme d'une version plane du dispositif précédent, fonctionnant cette fois avec des ondes acoustiques de surface au lieu des ondes acoustiques de volume (Figure 2-3). La génération des ondes se fait par le biais d'un capteur à coin, l'espacement entre les électrodes déposées en surface est toujours variable, l'objectif étant de réaliser une ligne à retard dispersive (sélective). Ces travaux représentent les premières études sur les systèmes plans à ondes acoustiques de surface.

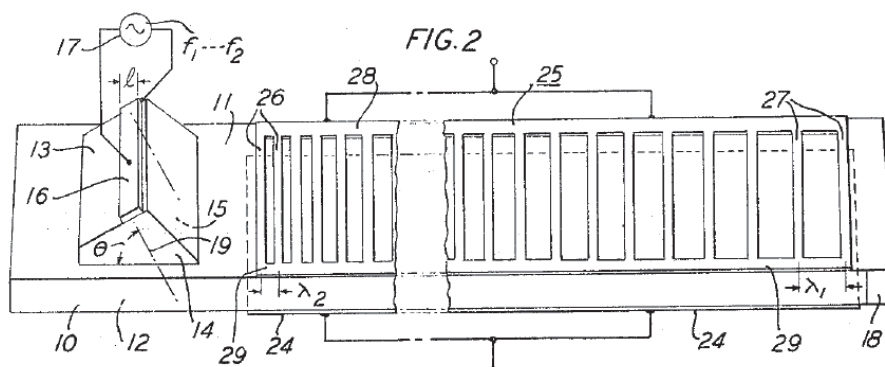
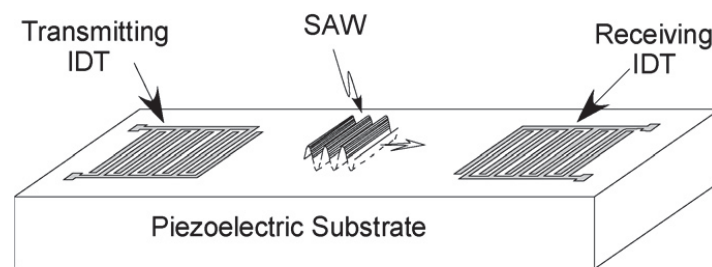


Figure 2-3 : Ligne à retard dispersive : modèle de Rowen [Rowen 63]

La possibilité d'utiliser les ondes acoustiques de surface offre plusieurs avantages. En 1965, White et Voltmer démontrent expérimentalement la possibilité de générer ce type d'ondes, en appliquant un signal électrique alternatif à des électrodes en forme de peignes interdigités, réalisées à partir d'un film mince métallique déposé sur un substrat piézoélectrique [White 65]. Ces électrodes permettent de réaliser des transducteurs interdigités appelés couramment IDT<sup>2</sup>. Ces IDT permettent également la transformation inverse, c'est à dire la conversion des ondes élastiques de surface en signal électrique. Le premier dispositif à ondes acoustiques de surface sur substrats piézoélectriques est lancé (Figure 2-4).



*Figure 2-4 : Schéma d'un transducteur à électrodes interdigitées déposées sur un substrat piézoélectrique en émission-réception [Na 08]*

Avec le développement de la microélectronique, la communauté des électroniciens comprend alors très vite l'intérêt de tels composants. En effet, désormais ceux-ci peuvent facilement permettre la réalisation de filtres pouvant fonctionner à des fréquences allant de quelques dizaines de mégahertz au gigahertz ceci en partie grâce au progrès effectué en parallèle par les techniques de fabrication en salle blanche et à l'apport de nouveaux matériaux répondant aux besoins des dispositifs SAW. Leur taille réduite, avec une surface de l'ordre de la dizaine de mm<sup>2</sup> au plus, est également un atout considérable.

Au cours des années soixante-dix, les premières applications, sont essentiellement militaires, et concernent les radars et les systèmes de communication. Puis, vient ensuite la première utilisation commerciale dans le domaine de la télévision avec le remplacement des filtres LC par des filtres SAW.

Les vingt-cinq dernières années ont permis à la technologie SAW de continuer son ascension, dynamisée entre-temps par l'industrie naissante des communications mobiles, et en particulier celle des téléphones portables. Les objectifs à atteindre furent de réduire les pertes d'insertion, la taille des dispositifs, leur prix, mais surtout, l'un des principaux enjeux des deux dernières décennies : la montée en fréquence. La course perpétuelle vers les hautes fréquences a poussé les chercheurs à trouver de nouveaux moyens et procédés pour atteindre cela. En effet, la fréquence étant le rapport de la vitesse de l'onde de surface sur la longueur d'onde ( $f = V/\lambda$ ), il faut soit utiliser des substrats dont la vitesse de

<sup>2</sup> IDT : *Interdigital Transducer* (transducteur interdigité)

l'onde de surface est plus rapide (ex : le diamant [Assouar 01]), soit intervenir sur la longueur d'onde c'est-à-dire sur la largeur des doigts et la périodicité où les progrès de la lithographie optique peuvent être profitables. Il est également possible de s'orienter vers d'autres types d'ondes plus rapides telles que les ondes de surface rayonnantes ou « *leaky surface waves* » [Engan 67] ou encore des ondes de volume rampantes qui se déplacent près de la surface (SSBW)<sup>3</sup>. Les systèmes SSBW ont plusieurs caractéristiques communes avec les systèmes SAW, et avec un choix adéquat du substrat, la vitesse peut être 60% supérieure à celle des ondes de surface, donnant ainsi l'avantage, pour une périodicité donnée d'électrodes, d'avoir une fréquence de travail plus élevée [Morgan 91].

Dans le même temps, mais à une toute autre échelle, un nouveau domaine de recherche sur les dispositifs SAW a émergé [Bridoux 72]. En effet, leur sensibilité à certaines perturbations telles que la température, la déformation, des dépôts liquides ou gazeux, ou encore des défauts, offre d'autres perspectives très intéressantes quant à leur utilisation dans le domaine de la mesure. Il est ainsi possible de réaliser des capteurs de température, de contraintes, de pression, des capteurs chimiques ou biologiques [Ricco 85 ; Nicolay 07 ; Hribsek 10].

D'autre part, si les capteurs SAW sont couplés à une antenne, ils peuvent être interrogés à distance, sans aucune électronique embarquée, ni source d'énergie, du fait de leur caractère passif. Ils permettent ainsi de pouvoir réaliser des mesures sans fil dans des environnements extrêmement hostiles [Fu 05].

## 2.2 Utilisation des capteurs IDT pour le contrôle non destructif

Dans la littérature scientifique, nous retrouvons assez peu d'articles concernant l'utilisation des capteurs interdigités pour la caractérisation et le CND. Intrinsèquement, les transducteurs interdigités à ondes de surface sont obtenus par le dépôt d'un schéma d'électrodes sur une lame piézoélectrique permettant de générer et de détecter directement les ondes de surface sur cette dernière. Ce concept a très largement été utilisé dans le domaine de l'électronique comme dispositif de traitement du signal [Tancrèll 71; Holland 74; Morgan 91] car les ondes de Rayleigh peuvent être excitées très efficacement [Hurley 99] sur ce type de structure même pour des fréquences importantes de plusieurs gigahertz. Cependant, ce type de capteurs associe, sur une même lame piézoélectrique, les électrodes pour la génération des ondes de surface et les électrodes pour leur détection. Il n'est donc pas trivial d'utiliser ce type de capteur IDT pour remplacer les capteurs à coin ou à peigne parce que les ondes de Rayleigh générées se propagent à la surface du substrat piézoélectrique lui-même, et non sur la surface du matériau étudié.

Plusieurs études ont montré l'efficacité des capteurs IDT pour la génération des ondes de Lamb en vue de réaliser des contrôles non destructifs. En 1997, l'équipe de Cawley [Monkhouse 97] a montré la

---

<sup>3</sup> SSBW : *Surface-Skimming Bulk Wave*

possibilité d'utiliser des films PVDF pour générer des ondes de Lamb jusqu'à 4MHz. Ces travaux ont été complétés par la suite, en utilisant de nouveau des films PVDF [Castaing 99], mais aussi avec l'utilisation de céramique PZT [Feuillard 93 ; Jin 05 ; Na 10]. En particulier, De Cicco et al. [De Cicco 08] ont proposé un schéma d'électrodes imbriquant une troisième électrode entre les paires de doigts classiquement proposées. Les fréquences des ondes de Lamb restaient assez basses puisqu'elles étaient comprises entre 0,37 et 4,4 MHz.

D'autres auteurs ont testé l'efficacité des capteurs IDT pour contrôler des fissures dans des plaques métalliques. Jin et al. [Jin 05] ont exploité des IDT réalisés à partir de céramiques PZT, pour générer des ondes de Lamb à des fréquences se situant entre 600 et 700 kHz. Seuls Na et al. [Na 08, Na 10] ont utilisé les ondes de surface générées par des capteurs IDT pour caractériser les fissures. La fréquence des ondes employées était de quelques mégahertz (3,1 Mhz) et les plaques testées étaient en aluminium. Il est à noter que dans tous les cas, à l'exception des travaux de Jin et al. [Jin 05] (contact avec de la graisse), les capteurs IDT ont été directement collés sur la structure analysée et ne pouvaient donc plus être déplacés.

Dans ce travail de thèse dédié à la caractérisation non destructive par ultrasons, nous nous distinguons assez nettement de ces travaux antérieurs puisque nous nous sommes non pas intéressés à la détection de défauts et de fissures mais plutôt aux possibilités qu'offrent les IDT pour caractériser des structures à couches minces et à gradient de contraintes, à partir des ondes de surface hautes fréquences (supérieures à 10MHz). Ensuite, nous avons privilégié un simple contact entre les capteurs IDT et les échantillons via une pellicule de pétrole ce qui donne bien évidemment la possibilité d'utiliser les capteurs IDT avec les mêmes facilités que les capteurs classiques (capteurs à coin et à peigne). Ces capteurs IDT sont donc parfaitement compatibles pour le contrôle non destructif de structures et peuvent s'appliquer à de nombreux cas de figures. Enfin, les ondes de Rayleigh que nous avons exploitées se situent dans une gamme spectrale assez peu envisagée par les techniques ultrasonores avec contact et sans immersion de la structure analysée, car nous avons générés et détectés des ondes en hautes fréquence jusqu'à des fréquences de 60MHz.

Le schéma de la figure 2-5 retrace sous la forme d'un arbre, les grandes lignes historiques des dispositifs SAW.

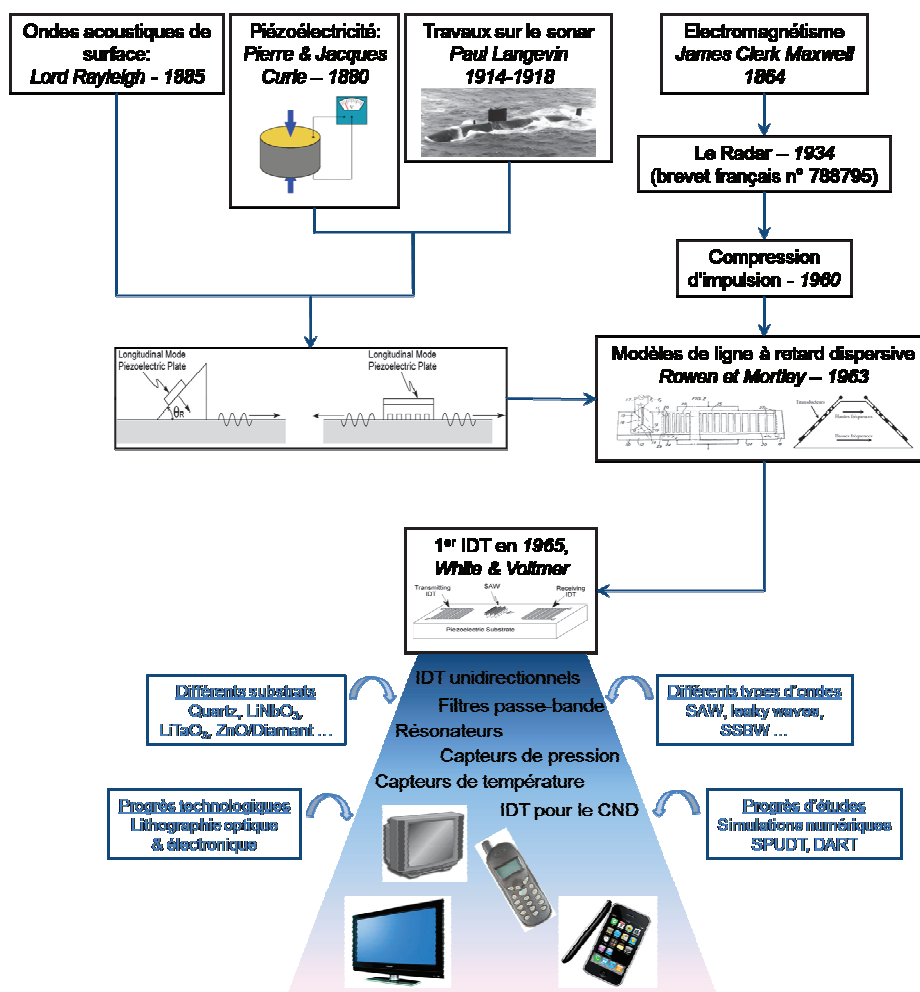


Figure 2-5 : arborescence historique des dispositifs SAW

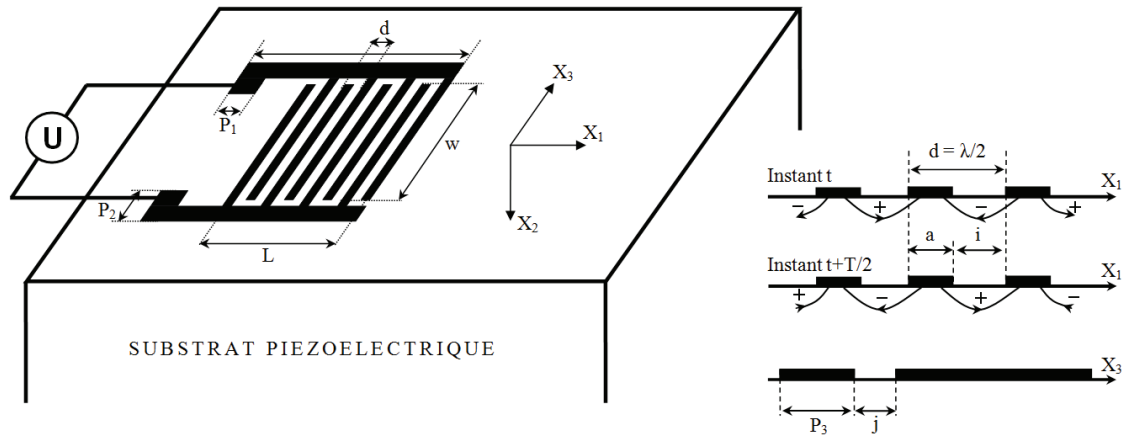
## 2.3 Génération des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh par les transducteurs interdigités

### 2.3.1 Principe de fonctionnement

Les transducteurs interdigités permettent d’exciter et/ou de détecter les ondes acoustiques de surface (SAW). Ces capteurs sont constitués d’électrodes métalliques en forme de peignes (souvent en or ou en argent), composées de doigts imbriqués, qui sont déposées sur un substrat piézoélectrique.

Lorsqu’une tension  $U$  est appliquée entre les deux électrodes, le champ électrique créé engendre des compressions et des dilatations, au voisinage de la surface de la lame piézoélectrique, donnant naissance principalement à deux ondes élastiques de surface (Figure 2-6). Le transducteur se comporte alors comme un réseau de sources ultrasonores.





*Figure 2-6 : Transducteur interdigité déposé à la surface d'un substrat piézoélectrique.*

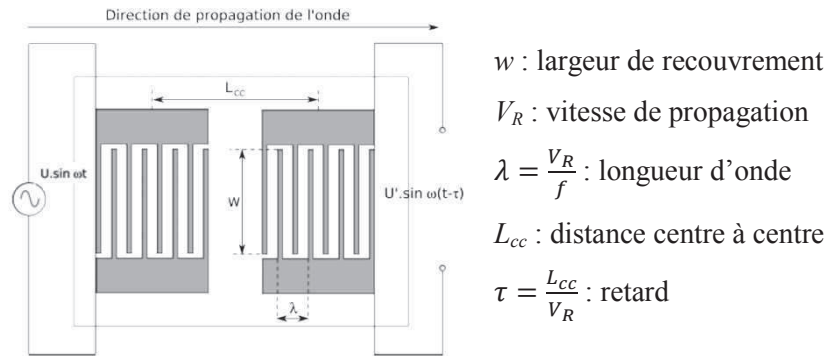
Lorsque la tension appliquée est sinusoïdale, les vibrations s'ajoutent de façon constructive seulement si la distance entre les doigts est égale à une demi-longueur d'onde élastique produisant ainsi des ondes acoustiques de surface. Elles sont émises de chaque côté du transducteur. La fréquence  $f_0$  qui correspond à cet effet cumulatif est appelée fréquence de synchronisme ou fréquence de résonance définie par:

$$f_0 = \frac{V_R}{2 \cdot d} = \frac{V_R}{\lambda}, \quad \text{avec} \quad d = \frac{\lambda}{2}. \quad (\text{Eq 2.1})$$

$$\left\{ \begin{array}{l} d : \text{périodicité,} \\ \lambda : \text{longueur d'onde SAW à } f_0, \\ V_R : \text{vitesse de propagation des ondes SAW dans le substrat.} \end{array} \right.$$

Si la fréquence s'écarte de cette valeur, l'interférence entre les signaux élastiques émis par les différentes paires de doigts n'est plus totalement constructive et le signal résultant est moindre. Il apparaît ainsi que la bande passante d'un transducteur est d'autant plus étroite qu'il comporte plus de doigts.

Grâce à la réciprocité du phénomène piézoélectrique, il est possible de réceptionner l'onde qui s'est propagée, sous forme électrique à l'aide d'un autre transducteur interdigité du même type. Le signal ainsi reçu est retardé et atténué par rapport au signal émis. C'est pourquoi l'ensemble du système de génération-réception est qualifié de ligne à retard (Figure 2-7).



*Figure 2-7 : Principe et caractéristiques d'un dispositif à ondes élastiques.*

## 2.3.2 Effets secondaires et corrections possibles

Le fonctionnement des transducteurs décrit précédemment est idéal. Cependant, dans la réalité, il se produit des effets secondaires. Nous n'en présenterons que quelques-uns dans cette partie [Royer 99].

### 2.3.2.1 Ondes de volumes

Les IDT peuvent générer également des ondes acoustiques de volume. En effet, la structure en réseau favorise l'émission d'ondes vers le cœur du solide, dans des directions  $\pm\theta$  symétriques par rapport à la normale à la surface pour lesquelles les conditions d'interférence constructives sont satisfaites :

$$2 \cdot d \cdot \sin\theta = \lambda_B = \frac{V_B}{f}. \quad (\text{Eq 2.2})$$

$\lambda_B$  et  $V_B$  sont respectivement la longueur d'onde et la vitesse de propagation des ondes de volume dans le plan  $X_1X_2$ .

Cet effet n'existe qu'à des fréquences supérieures à une valeur de coupure [Royer 99] :

$$f \cdot \frac{\sin\theta}{V_B(\theta)} = \frac{1}{2 \cdot d} = \frac{f_0}{V_R} \Rightarrow f > \frac{(V_B)_{min}}{2 \cdot d}. \quad (\text{Eq 2.3})$$

Comme la vitesse minimale des ondes de volume est, en général, supérieure à  $V_R$ , la bande de fréquences correspondant à la génération de ces ondes est située au-delà de la fréquence de résonance  $f_0$  du transducteur à ondes de Rayleigh. Ces ondes parasites, partiellement réfléchies sur la face inférieure de la lame piézoélectrique (wafer), sont particulièrement gênantes dans le cas des dispositifs à large bande passante. Ces ondes de volume peuvent en grande partie être éliminées en recouvrant la face opposée du cristal d'un absorbant ou en la sablant.

### 2.3.2.2 Diffraction

Un effet de diffraction existe à la sortie de l'émetteur, le faisceau d'onde s'élargit. Si la longueur de recouvrement de l'IDT n'est pas plusieurs fois plus grande que la longueur d'onde, celui-ci ne capte qu'une partie du faisceau.

### 2.3.2.3 Réflexions

La variation brusque d'impédance (mécanique et électrique) en surface, due aux doigts métalliques engendre des réflexions à l'arrivée d'une onde élastique sous les électrodes d'un IDT. Les effets sont cumulatifs pour la fréquence correspondant à la période de ces discontinuités. En vue de les réduire, quelques structures ont été imaginées. A titre d'exemple, la scission d'un doigt en deux double la fréquence pour laquelle les réflexions sont maximales, cette fréquence se situant en dehors du domaine utile. Rappelons que les doigts sont de largeur  $a = \lambda/4$  et séparés d'une distance  $i = \lambda/4$  (Figure 2-6). Donc, les ondes qui se réfléchissent sur le même côté de deux doigts voisins s'ajoutent étant donné que la différence de trajet implique un déphasage de  $2\pi$ . Si nous scindons un doigt large de  $\lambda/4$  en deux doigts larges de  $\lambda/8$ , cela ne change pas la périodicité et les réflexions sont éliminées puisqu'il y a interférence destructive. Ces réflexions ont fait l'objet d'études et d'expériences diverses dont l'association de réflecteurs aux transducteurs permettant de minimiser les réflexions et donc de supprimer l'écho. Ces réflexions sont souvent exploitées pour la réalisation de transducteurs unidirectionnels (§ 2.1.7).

### 2.3.3 Choix du matériau piézoélectrique

Le choix de matériaux piézoélectriques pour les IDT-SAW se fait en fonction de l'application. En plus de la vitesse de propagation des ondes de surface, et de l'impédance acoustique, il faut tenir compte de différents paramètres importants :

Le coefficient du couplage électromécanique ( $K^2$ ) : ce coefficient traduit l'efficacité de la conversion de l'énergie électrique en énergie mécanique et vice versa. Il caractérise les matériaux piézoélectriques et peut être mesuré en s'appuyant sur la relation suivante [Ingebrigtsen 69] :

$$K^2 = \frac{2(V_0 - V_m)}{V_0}, \quad (\text{Eq 2.4})$$

où  $V_0$  et  $V_m$  sont respectivement les vitesses des ondes acoustiques de surface mesurées sur une surface libre et sur une surface métallisée.

Le coefficient de température / fréquence (TCF : Temperature Coefficient Frequency) : il traduit la dérive de la fréquence sous l'effet de la température.

Le tableau ci-après présente la valeur de ces deux coefficients pour quelques matériaux piézoélectriques. En conséquence, le choix d'un matériau piézoélectrique pour une application donnée est régit en partie par ces deux coefficients. Par exemple, le niobate de lithium ( $\text{LiNbO}_3$ ) est choisi pour son coefficient de couplage électromécanique élevé, alors que sa fréquence est très instable sous l'effet de la température. En revanche le quartz, par exemple, possède un coefficient du couplage électromécanique faible et une excellente stabilité sous l'effet de la température.

Matériaux	Coupe cristallographique	Vitesse SAW (m/s)	$K^2$ (%)	TCF (ppm/°C)
Quartz <sup>(1)</sup>	ST-X	3158	0,11	0
	Y-X	3159	0,18	24
LiNbO <sub>3</sub> <sup>(4)</sup>	Y-Z	3488	4,8	-94
	128Y-X	3992	5,3	-75
LiTaO <sub>3</sub> <sup>(2)</sup>	112Y-X	3296	0,64	-18
La <sub>3</sub> Ga <sub>5</sub> SiO <sub>14</sub> (Langasite) <sup>(2)</sup>	61Y-X	2311	0,22	-27
PZ24 <sup>(3)</sup>	-	2238	2,22	-
PZ34 <sup>(3)</sup>	-	2499	1,57	-

*Tableau 2-1 : Coefficients  $K^2$  et TCF pour quelques matériaux piézoélectriques [ <sup>(1)</sup>Aubert 10 ; <sup>(2)</sup>Defranould ; <sup>(3)</sup>Feuillard 94 ; <sup>(4)</sup>Royer 96 ]*

En plus de ces deux paramètres, le choix du matériau piézoélectrique doit répondre à autre impératif qui est d'ordre technologique. Le matériau choisi doit en effet permettre d'éviter la pollution des bâtis. Pour ces différentes raisons, notre choix s'est porté sur le niobate de lithium.

### 2.3.4 Réponse fréquentielle d'un IDT

Prenons un IDT simple ayant  $N$  paires de doigts. La réponse fréquentielle de ce transducteur se déduit de sa réponse impulsionnelle. En appliquant sur les électrodes une impulsion  $U(t)$  de durée inférieure au temps de parcours de l'onde de surface entre deux doigts, nous polarisons en même temps toutes les parties du transducteur. Puisqu'à chaque intervalle entre les doigts le champ électrique s'inverse, la période spatiale de l'onde est  $2d$ . Quant à sa durée, elle est égale au rapport de la longueur active  $L$  du transducteur sur la vitesse de l'onde de surface  $V_R$  :

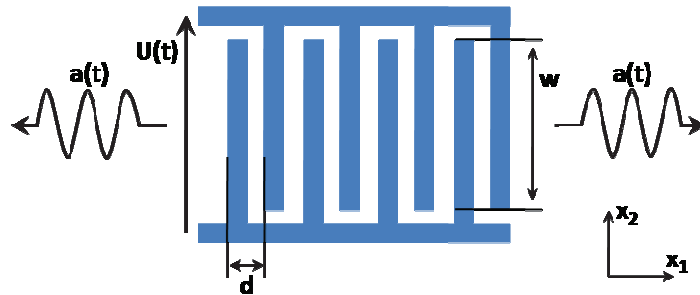
$$\theta = \frac{L}{V_R} = \frac{2 \cdot d \cdot N}{V_R}. \quad (\text{Eq 2.5})$$

Sachant que la fréquence de l'onde de surface est  $f_0 = \frac{V_R}{\lambda}$ ,

$$\theta = \frac{N}{f_0}. \quad (\text{Eq 2.6})$$

La réponse fréquentielle s'obtient en prenant la transformée de Fourier  $H(f)$  de la réponse impulsionnelle  $h(t)$  de durée  $\theta$  assimilée à une sinusoïde de fréquence  $f_0 = V_R/2d$ .

Afin de définir la réponse d'un transducteur à une excitation électrique  $U(t)$ , introduisons une fonction  $a(t)$  de sorte que son carré représente la densité de puissance élastique par unité de largeur du faisceau d'onde de Rayleigh émis dans chacune des deux directions de propagation  $X_1$  et  $-X_1$  (figure 2-8)



*Figure 2-8 : Exemple d'un IDT simple pour ondes acoustiques de surface.*

La réponse  $a_u(t)$  à un échelon de tension unité  $v(t) = U(t)$  est par hypothèse une sinusoïde de fréquence  $f_0 = V_R/2d$  et de durée  $\theta = N/f_0$ .

$$a_u(t) = \begin{cases} a_0 \cdot \sin(2\pi f_0 t), & \text{pour } 0 < t < \theta = N/f_0 \\ 0 & \text{pour les autres valeurs de } t \end{cases}$$

Compte-tenu du fait que le transducteur est bidirectionnel et d'après la définition du coefficient de couplage électromécanique propre à l'onde de Rayleigh  $K^2$  (Eq 2.4), la relation entre l'énergie acoustique  $U_{ac}$  (Eq 2.7) et l'énergie électrique  $U_e$  (Eq 2.8) donne l'amplitude de la réponse indicielle  $a_0$  (Eq 2.10) [Royer 96]:

$$U_{ac} = 2 \cdot w \int_0^\infty a_u^2(t) dt = \frac{N \cdot a_0^2 \cdot w}{f_0}. \quad (\text{Eq 2.7})$$

Pour une tension de 1 volt appliquée entre les deux électrodes du transducteur :

$$U_e = \frac{1}{2} N \cdot C_S \cdot w, \quad (\text{Eq 2.8})$$

$$U_{ac} = K_R^2 \cdot U_e, \quad (\text{Eq 2.9})$$

$$a_0 = K_R \sqrt{\frac{f_0 \cdot C_S}{2}}. \quad (\text{Eq 2.10})$$

$C_S$  est la capacité par paire de doigts et par unité de largeur. Son expression pour un taux de métallisation de 50% est  $C_S = \varepsilon_p + \varepsilon_0$  où  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide et  $\varepsilon_p$  la permittivité effective du matériau.  $\varepsilon_p$  est donnée par la relation :

$$\varepsilon_p = \sqrt{\varepsilon_{11} \cdot \varepsilon_{22} - \varepsilon_{12}^2}. \quad (\text{Eq 2.11})$$

Les  $\varepsilon_{ij}$  sont les éléments de la matrice de permittivité  $[\varepsilon]$  du matériau.

Nous pouvons dès lors en déduire la réponse impulsionnelle ( $v(t) = \delta(t)$  impulsion de Dirac) qui correspond à la dérivée de la réponse à l'échelon :

$$h(t) = \frac{da_u(t)}{dt} = \pi\sqrt{2} \cdot K_R \sqrt{C_S} \cdot \sqrt[3]{f_0} \cdot \cos(2\pi f_0 t), \quad (\text{Eq 2.12})$$

avec  $t$  compris entre 0 et  $N/f_0$ .

Nous en déduisons la réponse fréquentielle  $H(f)$  en prenant la transformée de Fourier de  $h(t)$  :

$$H(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} h(t) \cdot e^{-j2\pi f t} dt. \quad (\text{Eq 2.13})$$

Sachant que :  $\cos(2\pi f_0 t) = \frac{e^{2j\pi f_0 t} + e^{-2j\pi f_0 t}}{2},$

on obtient :

$$H(f) = \frac{\pi}{\sqrt{2}} \cdot K_R \sqrt{C_S} \cdot \sqrt[3]{f_0} \cdot \int_0^{N/f_0} [e^{-2j\pi(f-f_0)t} + e^{-2j\pi(f+f_0)t}] dt. \quad (\text{Eq 2.14})$$

La réponse fréquentielle est la somme de deux courbes qui varient en  $\frac{\sin X}{X}$  :

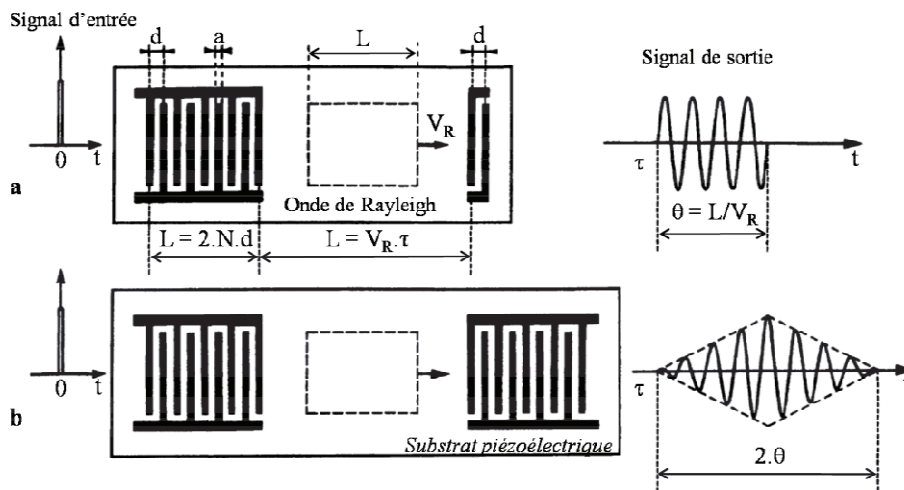
$$H(f) = \frac{\pi}{\sqrt{2}} N K_R \sqrt{C_S \cdot f_0} \cdot \left( \frac{\sin X_+}{X_+} e^{-jX_+} + \frac{\sin X_-}{X_-} e^{-jX_-} \right), \quad (\text{Eq 2.15})$$

avec  $X_{\pm} = \frac{N\pi(f \pm f_0)}{f_0}$ .

En prenant  $X = \frac{N\pi(f-f_0)}{f_0}$ , le module de la fonction de transfert d'un IDT autour de  $f_0$  s'exprime par :

$$|H(f)| \approx 2 \sqrt{K_R^2 \cdot C_S \cdot f_0} \cdot N \cdot \frac{\sin X}{X}. \quad (\text{Eq 2.16})$$

Afin de relever la réponse impulsionnelle d'un transducteur, il est possible de transformer le signal élastique émis en signal électrique à l'aide d'un transducteur récepteur. La forme de ce signal dépend du nombre de doigts du récepteur (Figure 2-9).



*Figure 2-9 : Réponse impulsionnelle d'une ligne à retard munie de deux IDT. a) Récepteur à deux doigts. b) Récepteur identique à l'émetteur*

[Royer 99]

Il est à noter que dans notre application, nous n'utilisons qu'un seul IDT comme émetteur et que la détection des déplacements engendrés par l'onde de surface sera réalisée par un interféromètre laser. Cette détection sera donc ponctuelle et sera à l'image du cas (a) où la détection est réalisée par un IDT à deux doigts.

### 2.3.5 Bande passante d'un IDT

La bande passante d'un transducteur interdigité dépend essentiellement de deux paramètres :

- Le nombre de doigts de l'IDT
- Le coefficient de couplage électromécanique du matériau  $K^2$ .

Lorsqu'une tension  $V$  est appliquée sur un IDT, celui-ci génère une onde de surface associée au potentiel électrique d'amplitude  $\varphi$ . La fonction de transfert  $H_1(f)$  de cet IDT est définie comme étant le rapport  $\varphi/V$ . Elle est donnée par la relation suivante [Dieulesaint 74] :

$$H_1(f) = H_{10} \frac{\sin(X)}{X}, \quad (\text{Eq 2.17})$$

avec

$$X = N\pi \left( \frac{f - f_0}{f_0} \right). \quad (\text{Eq 2.18})$$

$N$  : nombre de paires de doigts

$H_{10}$  : paramètre indépendant de la fréquence

Le potentiel de l'onde en fonction du paramètre  $X$  est représenté sur la figure 2-10. On note que lorsque  $X$  est un multiple de  $\pi$ , dû à l'annulation totale entre les contributions des doigts, ce potentiel vaut zéro. En conséquence, l'intervalle de fréquences  $B$  (valeur relative de la bande passante) entre les deux premiers potentiels nuls de chaque côté de  $f_0$  est  $B = 2/N$ . La bande passante ( $B$ ) est donc inversement proportionnelle au nombre de doigts de l'IDT.

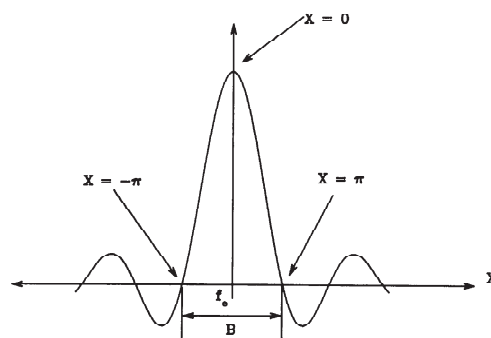


Figure 2-10 : Réponse du transducteur en  $\sin X/X$

La bande passante  $(\Delta f)_a$  à -3 dB déduite de l'équation 2.17 ( $X \cong \pm 0,885 \pi/2$ ) est inversement proportionnelle à  $N$ . Elle est donnée par la relation [Acolatse 97 ; Royer 99] :

$$(\Delta f)_a = \left( \frac{0,885}{N} \right) \cdot f_0. \quad (\text{Eq 2.19})$$



Dans le cas d'un IDT simple, la bande passante est maximale pour un nombre de paires de doigts  $N'$  optimal dépendant du coefficient de couplage électromécanique. Le coefficient de qualité du circuit électrique  $Q_e = f_0/(\Delta f)_e$  pour un IDT est donné par :

$$Q_e = \frac{C_T \cdot \omega_0}{G_0} = \frac{2}{\pi K^2 N'} \quad (\text{Eq 2.20})$$

$K^2$  : coefficient de couplage électromécanique du matériau

$C_T = NC_S W$  : Capacité statique de l'IDT

$G_0$  : conductance du rayonnement à la fréquence centrale

Le coefficient de qualité dû à l'effet cumulatif des doigts est donné par :

$$Q_a = \frac{f_0}{(\Delta f)_a} = \frac{N}{0,885} \quad (\text{Eq 2.21})$$

Lorsque  $N$  est grand le coefficient de qualité est lié essentiellement à  $Q_a$  tandis qu'il est lié à  $Q_e$  pour  $N$  petit. La bande passante maximum est obtenue pour  $Q_e = Q_a$ .

On en déduit le nombre de paires de doigts optimal  $N'$  :

$$N' = \frac{0,75}{K} \quad (\text{Eq 2.22})$$

Et la bande passante maximum  $(\Delta f)_{max}$  est déterminée par :

$$(\Delta f)_{max} = 1,18 \cdot K \cdot f_0 \quad (\text{Eq 2.23})$$

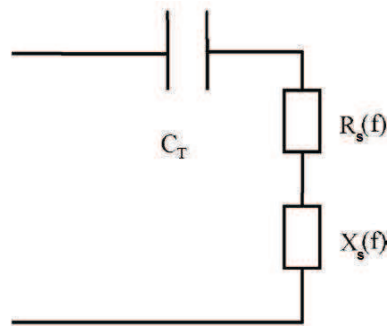
## 2.3.6 Schéma équivalent

Un IDT peut être représenté, du point de vue électrique, par un circuit en série ou un circuit en parallèle.

### 2.3.6.1 Schéma équivalent en série

La Figure 2-11 montre le schéma équivalent d'un IDT considéré comme idéal.

$C_T$  correspond à la capacité interdigitale indépendante de la génération de l'onde acoustique,  $R(f)$  est la résistance de rayonnement et  $X(f)$  est la réactance de rayonnement.



*Figure 2-11 : Schéma électrique équivalent en série d'un IDT.*

L'impédance acoustique du transducteur, traduisant l'émission d'ondes de surface, est donnée par la relation suivante [Renaudin 05] :

$$Z_S(f) = R_S(f) + j \left( X_S(f) - \frac{1}{2\pi f C_T} \right), \quad (\text{Eq 2.24})$$

avec

$$R_S(f) = R_0 \left( \frac{\sin(x)}{x} \right)^2, \quad (\text{Eq 2.25})$$

$$X_S(f) = R_0 \left( \frac{\sin(2x) - 2x}{2x^2} \right), \quad (\text{Eq 2.26})$$

$$x = \frac{D-1}{2} \cdot \pi \cdot \frac{f-f_0}{f_0}, \quad (\text{Eq 2.27})$$

$$R_0 = \frac{1,4 \cdot K^2}{2\pi \varepsilon \cdot w \cdot f_0}, \quad (\text{Eq 2.28})$$

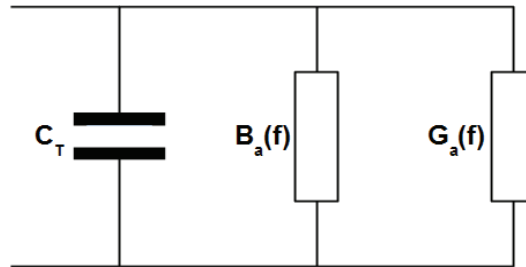
$$C_T = (D-1) \cdot C_0, \quad (\text{Eq 2.29})$$

$$C_0 = \frac{1}{2} \cdot \varepsilon \cdot w. \quad (\text{Eq 2.30})$$

$\varepsilon$  est la constante diélectrique équivalente,  $w$  est la largeur de recouvrement des doigts (ouverture de l'IDT),  $f$  est la fréquence de travail,  $f_0$  est la fréquence de résonance,  $R_0$  la résistance de rayonnement à  $f_0$  pour un taux de métallisation de 50%.  $D$  correspond au nombre de doigts,  $C_0$  est la capacité statique entre deux doigts adjacents et  $K^2$  le coefficient de couplage électromécanique.

### 2.3.6.2 Schéma équivalent en parallèle

Le schéma de la figure 2-12 montre que l'impédance d'un IDT est composée de la capacité interdigitale appelée aussi capacité statique, ainsi que d'une impédance de rayonnement traduisant l'émission d'ondes de surface.  $G_a(f)$  représente la conductance de rayonnement qui s'accompagne de la susceptance motionnelle  $B_a(f)$  correspondant à la partie imaginaire et s'obtient en effectuant la transformée de Hilbert de la partie réelle [Royer 99].



*Figure 2-12 : Schéma électrique équivalent en parallèle d'un IDT.*

La capacité interdigitale est indépendante de la génération de l'onde acoustique alors que les deux dipôles sont liés à la génération de l'onde acoustique. La relation qui relie les trois composantes du schéma s'écrit comme suit :

$$Y(f) = j2\pi f C_T + jB_a(f) + G_a(f), \quad (\text{Eq 2.31})$$

$$C_T = N C_S w, \quad (\text{Eq 2.32})$$

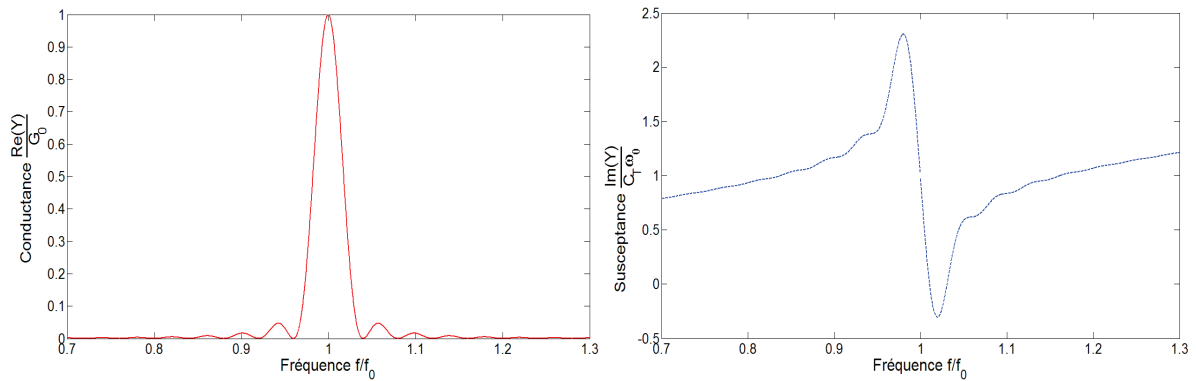
$$G_a(f) = G_0 \left( \frac{\sin X}{X} \right)^2, \quad (\text{Eq 2.33})$$

$$B_a(f) = G_0 \frac{\sin 2X - 2X}{2X^2}, \quad (\text{Eq 2.34})$$

avec  $G_0 = N^2 \pi^2 K^2 C_S w f_0$  et  $X = N\pi \left( \frac{f-f_0}{f_0} \right)$ .

L'équation (Eq 2.31) constitue l'admittance électrique équivalente à un IDT à ondes de Rayleigh.

A titre d'exemple, prenons un transducteur sur niobate de lithium (coupe 128Y-X), fonctionnant à 40 MHz et constitué de  $N = 25$  paires de doigts et d'une largeur de recouvrement  $w = 2,5$  mm. La capacité totale du transducteur est  $C_T = 24,8$  pF et sa conductance de rayonnement à la fréquence de résonance est donc  $G_0 = 0,013 \Omega^{-1}$ . La variation de l'admittance électrique équivalente  $Y(f)$  à cet IDT en fonction de la fréquence relative  $f/f_0$  est illustrée à la figure 2-13.

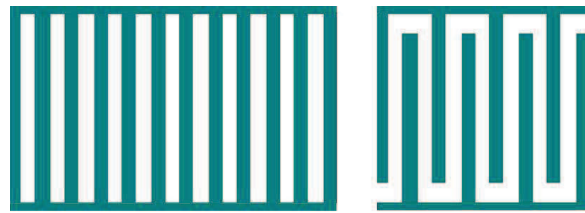


*Figure 2-13 : Variation en fonction de la fréquence relative  $ff_0$ , de la conductance relative et de la susceptance d'un IDT composé de  $N = 25$  paires de doigts et résonnant à 40 MHz.*

### 2.3.7 IDT unidirectionnels ou UDT<sup>4</sup>

Les doigts formant les transducteurs interdigités sont généralement espacés de la moitié ou du quart de la longueur d'onde correspondant à la fréquence centrale de fonctionnement. Les transducteurs générant les ondes acoustiques de surface sont généralement appelés transducteurs bidirectionnels. Et le fait qu'un transducteur ordinaire, à doigts simples ou divisés, émette des ondes dans les deux sens est, à priori, un inconvénient étant donné qu'une perte inhérente de 3 dB est liée à l'utilisation d'un seul des faisceaux. Afin de remédier à ce problème une des solutions trouvées a été de générer dans une seule direction de manière à récupérer le maximum de puissance acoustique pour une excitation électrique donnée. Pour réaliser ce type de transducteur que l'on qualifie d'unidirectionnel, il existe différentes méthodes. Il est possible soit de concevoir des structures en peignes particulières, soit d'associer un réflecteur à un transducteur bidirectionnel (Figure 2-14). Dans ce dernier cas, l'onde émise vers l'arrière du transducteur est réfléchiée par le réflecteur. La distance entre le réflecteur et le transducteur bidirectionnel est telle que l'onde réfléchiée se retrouve en phase avec l'onde émise vers l'avant. De façon à obtenir également l'égalité entre les fréquences centrales du transducteur et du réflecteur, la distance entre deux électrodes adjacentes du réflecteur est choisie égale à  $\lambda/2$ . La bande passante de l'UDT est égale à celle du réflecteur car cette dernière est plus petite que celle du transducteur [Defranould]. On notera que les inconvénients de l'UDT à réflecteur sont une bande passante réduite par rapport à l'IDT normal ainsi qu'une surface occupée par le système plus grande.

<sup>4</sup> UDT : *Unidirectional transducer* (Transducteur unidirectionnel)



*Figure 2-14 : Schéma d'un transducteur unidirectionnel associant à gauche un réflecteur et à droite un transducteur bidirectionnel*

## 2.4 Technologies de fabrication

Les procédés utilisés dans le cadre de la réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface font appel à différentes techniques développées en microtechnologies. Ces procédés de dépôt, de gravure et de lithographie ont été étudiés afin de déterminer ceux qui étaient les plus adéquats pour réaliser nos IDT.

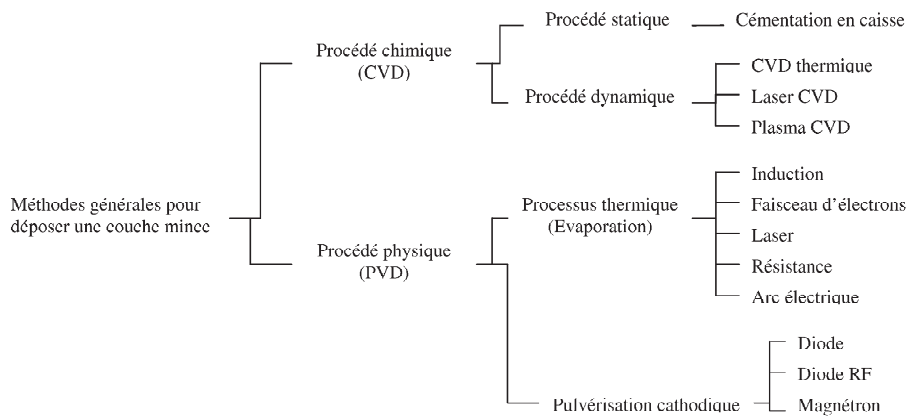
Les IDT sont composés d'un substrat piézoélectrique sur lequel sont déposées des électrodes interdigitées métalliques. La réalisation des IDT comporte donc deux étapes essentielles : la réalisation des électrodes et la connexion du capteur IDT à son environnement.

Dans cette partie, après avoir apporté quelques généralités sur les dépôts de couches minces, nous présenterons les différents procédés qui interviendront dans la réalisation des IDT, allant du dépôt des électrodes par les étapes de photolithographie à la connexion de celles-ci à l'environnement de l'IDT par techniques filaires. La majeure partie de ces procédés doit être réalisée en salle blanche.

### 2.4.1 Généralités sur les couches minces et leur dépôt

Plusieurs méthodes de dépôt existent afin d'obtenir des couches minces [Loir 04 ; Massénat ; Talbi 03]. Le choix de la méthode de dépôt est important car il doit permettre de faire rentrer le dépôt dans un cahier des charges précis défini au préalable. L'adhérence de la couche, les contraintes résiduelles, la porosité, la variation d'épaisseur, sont quelques exemples de critères à prendre en compte avant de faire ce choix. Les méthodes de dépôt physique (PVD pour *physical vapor deposition*) ou chimique (CVD pour *chemical vapor deposition*) en phase vapeur par exemple, permettent d'obtenir une couche mince d'une pureté et d'une régularité importante.

La classification de ces méthodes PVD et CVD utilisées pour déposer des couches minces est présentée sur le schéma de la figure 2-15. Certaines d'entre elles vont être décrites en détails par la suite. D'autres méthodes de dépôt, plus spécifiques et moins courantes, existent mais ne seront pas abordées ici.



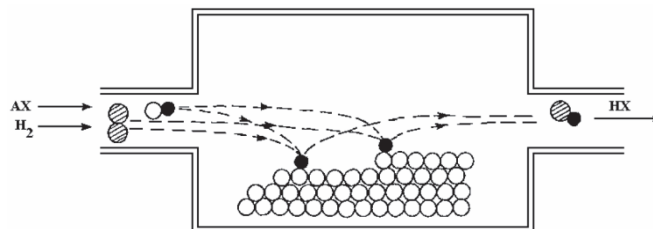
*Figure 2-15 : Méthodes PVD et CVD de dépôt de couches minces sur substrat.*

### 2.4.1.1 Procédé chimique, dépôt CVD

Mise au point vers 1968, la technique CVD est un procédé basé sur une série de réactions chimiques dans une enceinte placée à haute température (de l'ordre de 950 à 1000°C) [Handbook 94]. Le dispositif se compose de la façon suivante :

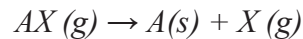
- Un générateur de gaz.
- Une enceinte de dépôt.
- Un dispositif de chauffage.
- Un ensemble de distribution des gaz.
- Un système de neutralisation des gaz corrosifs.

Ce procédé permet de réaliser une très grande variété de couches, ainsi que des couches à gradient de composition et des revêtements multicouches en faisant varier dans le temps la composition des gaz. La figure 2-16 montre le principe de la technique CVD.



*Figure 2-16 : Principe de la méthode CVD*

Le procédé est basé sur le principe des équations chimiques de décomposition thermique. Un gaz AX est thermiquement dissocié en A (le solide) et X (le produit gazeux de la réaction).



Différentes méthodes CVD existent telles que le dépôt à basse pression (LPCVD), assisté par plasma (PECVD) ou encore les dépôts par immersion dans un liquide (chimique ou électrolytiques). Les films déposés par CVD possèdent fréquemment un état de contraintes résiduelles en tension ce qui les rend sensibles à la fissuration.

### 2.4.1.2 Procédé physique, dépôt PVD

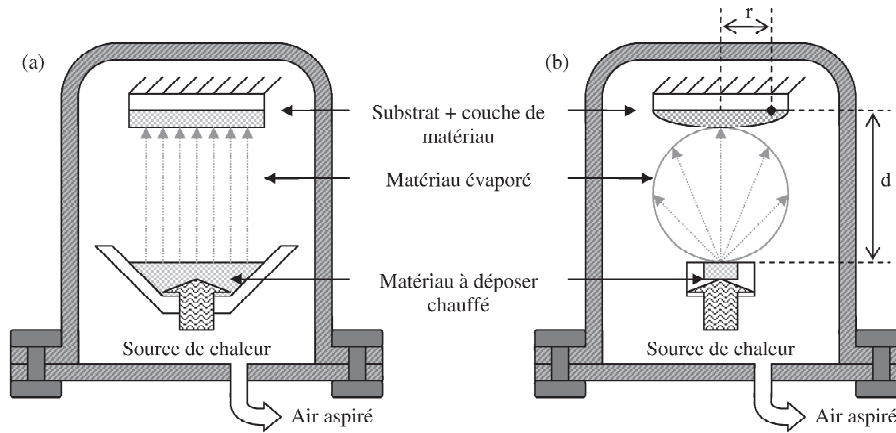
#### Ablation laser

L'ablation laser (*Pulsed Laser Deposition*, PLD) est une technique de dépôt qui utilise un faisceau laser impulsif. Le faisceau est focalisé sur une cible placée dans une enceinte sous ultra-vide. Les impulsions laser permettent la vaporisation de matériaux sous forme de plasma. Pour des densités de puissance suffisamment élevées ( $10^8$  à  $10^{10}$  W.cm<sup>-2</sup>), le matériau s'évapore puis vient se condenser sur le substrat de manière non uniforme puisque le maximum dans l'épaisseur des films est situé sur la normale à la cible. La longueur d'onde du laser à utiliser est déterminée par les caractéristiques d'absorption du matériau à évaporer. On utilise, en général, des faisceaux lasers pulsés pour obtenir la densité de puissance nécessaire. Les caractéristiques des impulsions (durée de la pulsation laser, fréquence de répétition, intensité) sont déterminées en fonction des applications spécifiques [Loir 04].

#### Evaporation sous vide

Ces techniques consistent à chauffer sous vide le matériau que l'on veut déposer : les atomes du matériau à évaporer reçoivent de l'énergie calorifique afin que leur énergie vibratoire dépasse leur énergie de liaison et provoque donc l'évaporation. Le matériau ainsi évaporé peut ensuite être recueilli par condensation sur le substrat à recouvrir. Les principales techniques par évaporation sous vide se différencient par le mode de chauffage du matériau :

- Evaporation par bombardement d'électrons
- Evaporation par effet joule
- Evaporation par arc électrique
- Evaporation par induction
- Evaporation par illumination laser



*Figure 2-17 : Principe de dépôt par évaporation pour (a) une source étendue et (b) une source ponctuelle.*

La figure 2-17 représente une configuration classique de dépôt par évaporation. L'enceinte étant placée sous vide, à une pression de l'ordre de  $10^{-7}$  Torr, le libre parcours moyen du métal sous forme de vapeur est de l'ordre d'une dizaine de centimètres. En plaçant le substrat à une distance inférieure à la dizaine de centimètres, on peut donc supposer lorsque la source est étendue que les particules de vapeur se dirigent en ligne droite vers la surface de l'échantillon. Par contre, dans le cas où la source d'évaporation est ponctuelle, la vitesse de dépôt des particules sur la surface du substrat dépend de la distance source-substrat. En un temps donné, une plus grande quantité de matière est déposée sur les zones les plus proches de la source d'évaporation. On se retrouve donc avec un dépôt légèrement plus épais en son centre que sur ses extrémités. La distribution d'épaisseur [Bessot 85] est souvent exprimée en unité relative  $e/e_0$ :

$$\frac{e}{e_0} = \left( \frac{1}{1 + \frac{r^2}{d^2}} \right)^{\frac{3}{2}}, \tag{Eq 2.35}$$

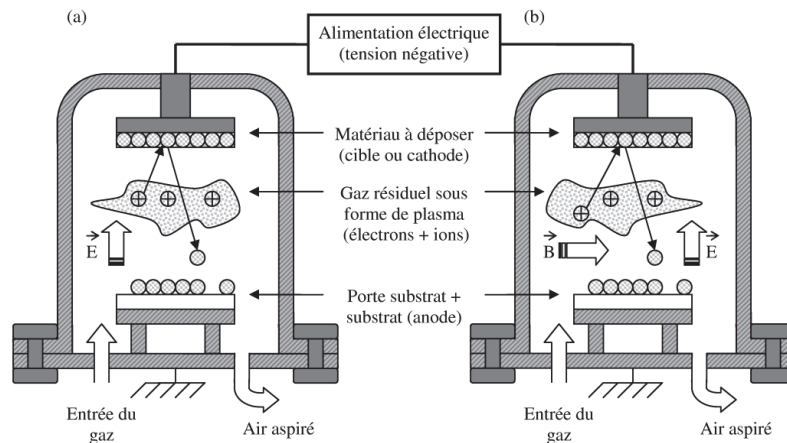
où  $e_0$  est la vitesse de dépôt maximale à la normale de la source, et où  $d$  et  $r$  sont des dimensions définies sur la figure 2-17. Avec un substrat de 3 cm de rayon placé à une distance de 20 cm de la source d'évaporation, on obtient par exemple un rapport  $e/e_0$  valant à peu près 0.97.

### Pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique [Jiang 92] (ou *sputtering* en anglais) est basée sur le phénomène d'éjection des particules à la surface d'un matériau bombardé par un flux de particules énergétiques. Le processus classique utilisé en pulvérisation cathodique est le procédé diode. Un schéma de principe de ce procédé est présenté à la figure 2-18. Avec ce processus, la cible de pulvérisation fait partie de la



cathode du système alors que le substrat sur lequel on souhaite déposer le film est fixé sur l'anode, située à quelques centimètres de la cathode. Ces deux électrodes, déposées dans une enceinte sous vide, baignent dans un ou plusieurs gaz, en général neutres (l'Argon par exemple). L'application d'un champ électrique entre anode et cathode permet d'ioniser le gaz présent dans l'enceinte et de le rendre conducteur. Ce sont alors les ions positifs présents dans le gaz résiduel, attirés par la cathode, qui pulvérisent les atomes de la cible. Le dépôt est alors dû à la condensation des atomes pulvérisés provenant de la cible.



*Figure 2-18 : Principe de dépôt par pulvérisation pour (a) le processus diode et (b) le processus magnétron.*

Etant donné que le matériau à déposer passe en phase vapeur à la suite d'un processus mécanique (transfert d'énergie de l'ion incident vers l'atome de surface au moment de la collision), on peut déposer pratiquement tous les matériaux inorganiques. Dans le cas des matériaux conducteurs, le champ électrique appliqué sur les deux électrodes n'est plus continu mais alternatif (on parle alors de procédé diode radiofréquence RF), afin de pulvériser alternativement électrons et ions sur la cible. Les charges portées par les ions expulsés de la cible sont alors neutralisées par les électrons pulvérisés. D'autres évolutions du procédé diode existent. Par exemple, afin d'améliorer le rendement de la méthode de dépôt, le flux d'ions généré est confiné à l'aide d'un champ magnétique. On parle alors de procédé magnétron (voir figure 2-18).

## 2.4.2 Technique de gravure

La gravure consiste à enlever de faibles épaisseurs d'un matériau dans des zones délimitées et de façon reproductible. Il s'agit d'un procédé indispensable dans la fabrication des dispositifs microscopiques. On distingue deux types de gravure : la gravure sèche et la gravure humide, chacune étant utilisée pour des réalisations bien spécifiques.

Le procédé de gravure est généralement défini selon quatre critères :

- La vitesse de gravure  $V_g$  est le rapport de la profondeur du motif gravé sur la durée de la gravure. Afin de limiter le coût de la production, il faut réduire les temps de gravure d'où l'intérêt des vitesses de gravures élevées. En pratique, la limite est fixée par procédé (notion d'anisotropie) et le matériau à graver (notion de sélectivité)

- La sélectivité : Elle exprime le rapport des vitesses de gravure entre deux matériaux. Pour le maintien des cotes, la gravure doit être sélective vis-à-vis du masque de résine. L'objectif est de réduire ou d'annuler la vitesse de gravure du masque (ou de la sous-couche) par rapport à celle du matériau sous-jacent et donc avoir une gravure sélective de ce dernier. Plus la sélectivité est grande, plus le masque pourra être fin et préservé.

$$S = \frac{V_g \text{ du matériau}}{V_g \text{ du substrat (ou de la sous-couche)}}$$

- L'uniformité : Une gravure uniforme permet de contrôler la dimension du motif sur le substrat. Ce paramètre est d'autant plus critique que la dimension des plaques traitées augmente. Si le plasma ou l'agent (gravure humide) n'est pas uniforme, la vitesse de gravure ne l'est pas.

- L'anisotropie : elle représente la tendance du procédé de gravure à graver selon la direction verticale. Un procédé de gravure est anisotrope lorsque la vitesse de gravure d'un matériau dépend de la direction de la gravure dans le matériau. On définit le degré d'anisotropie en fonction des vitesses de gravure latérale et perpendiculaire par le facteur A.

$$A = 1 - \frac{\text{vitesse de gravure latérale}}{\text{vitesse de gravure perpendiculaire}}$$

Une gravure totalement anisotrope donne un facteur égal à 1, étant donné que la vitesse de gravure latérale devient négligeable devant celle de la gravure perpendiculaire. La figure 2-19 montre un profil de gravure totalement anisotrope.

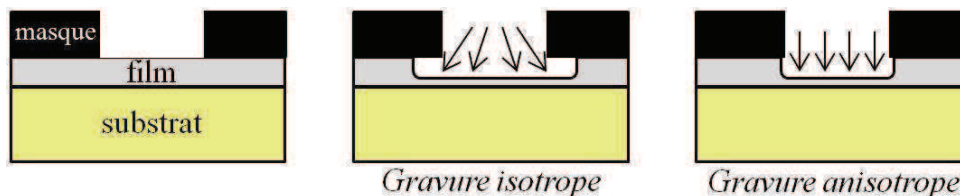


Figure 2-19 : profil de gravure isotrope et anisotrope

### 2.4.2.1 Gravure sèche (gravure plasma)

La gravure sèche est en réalité une technique de gravure plasma dans laquelle interviennent à la fois les effets de bombardement par des ions et la réaction chimique. On la dénomme R.I.E. (Reactive Ion Etching). Ce type de gravure permet de réaliser des motifs submicroniques et d'avoir un grand degré d'anisotropie. Ces principaux inconvénients résident dans une vitesse de gravure faible et dans la difficulté de contrôler ce procédé complexe.

Sans polarisation particulière des électrodes, l'attaque est en général isotrope, c'est-à-dire identique suivant toutes les directions. Cependant, lorsque les matériaux à graver ont des orientations préférentielles, c'est le cas des cristaux semiconducteurs, la gravure peut se faire préférentiellement suivant des plans réticulaires ou axes cristallographiques.

Le réacteur est en général équipé d'un système de contrôle de gravure ou plus exactement de fin de gravure. Il s'agit d'un interféromètre laser dont la période du signal détecté change lors d'un changement d'espèces gravées.

Le principe du procédé est résumé comme suit :

- 1- génération dans le plasma des espèces pouvant attaquer chimiquement la couche,
- 2- transfert des espèces réactives depuis le plasma vers la surface de la couche à graver,
- 3- adsorption de l'espèce attaquante à la surface,
- 4- réaction avec le matériau de surface. Le matériau produit par la réaction doit être volatil pour pouvoir quitter la surface,
- 5- désorption du produit de réaction,
- 6- diffusion dans l'environnement gazeux.

Si toutes ces conditions sont remplies, on peut alors avoir une bonne gravure plasma. Notons que pour la mise au point de cette étape technologique, la difficulté est de générer des espèces volatiles après réaction en surface.

### 2.4.2.2 Gravure humide

La gravure par voie humide se fait par attaque chimique en solution aqueuse (bain contenant de l'eau). Par exemple, l'oxyde de silicium est gravé par une solution partiellement diluée d'acide fluorhydrique (HF) tamponnée par du fluorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{F}$ ). Suivant les concentrations de l'espèce réactante, on étalonne les vitesses de gravure pour un type de couche. En général, par voie humide, la couche est attaquée de façon équivalente suivant toutes les directions de l'espace notamment dans les zones

protégées par la résine. On dit que la gravure est isotrope. Par conséquent, le coefficient d'anisotropie  $A$  est égal à 0 puisque les vitesses de gravure latérale et perpendiculaire sont égales.

La gravure humide présente certains autres inconvénients, à savoir :

- la vitesse de gravure dépend de la concentration et du type d'impureté que contient le film à graver. Cette vitesse de gravure dépend de la quantité des substrats traités, l'efficacité d'attaque diminuant après plusieurs lots,
- le point de fin de gravure est difficilement contrôlé. Cela peut entraîner une surgravure latérale ou verticale dans le cas d'une faible sélectivité.
- la manipulation est délicate. En effet la plupart des agents sont des acides, même si dans la majorité des cas ils sont dilués. L'acide fluorhydrique (HF), l'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) et l'acide phosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) sont des acides très utilisés en gravure humide.

Les mécanismes d'attaque en gravure humide se présentent sous plusieurs formes, et peuvent être résumés comme suit :

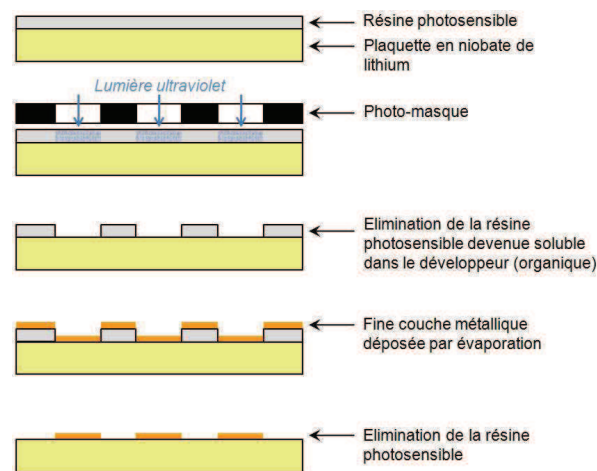
- diffusion de l'agent vers la surface,
- adsorption de l'agent sur la surface,
- réaction et formation d'un complexe en surface : en général oxydoréduction,
- dissociation du complexe en produits,
- désorption des produits (dissolution),
- diffusion des produits dans la solution.

### **2.4.3 La photolithographie et la technique *lift-off***

La photolithographie est la technique de base permettant la fabrication de microstructures. Ethymologiquement, la microlithographie est un moyen de reproduction de dessins à l'échelle microscopique avec des motifs de l'ordre du micron.

La réalisation de tels motifs passe par l'utilisation de résines sensibles aux rayonnements. Cette opération consiste à déposer une résine photosensible en film mince (quelques fractions de micromètre à plusieurs micromètres), uniforme, de grande qualité et fortement adhérent. Ces résines sont des composés organiques (généralement des polymères thermoplastiques) dont la solubilité est affectée par le rayonnement UV. L'interaction des rayonnements avec la résine à travers un masque intercalé entre

la source lumineuse et le substrat, induit une insolation, une polymérisation ou une élimination de cette résine selon le type de rayonnement et de résine utilisé. Ce masque est une plaque de quartz sur laquelle a été gravé un dépôt de chrome suivant les motifs que l'on souhaite reproduire. Selon la position du masque par rapport au système optique et le substrat, trois types de photolithographie peuvent se distinguer : par projection, par proximité, ou par contact. C'est cette dernière que nous avons utilisée. En effet, le masque est en contact direct avec le substrat. Cette méthode possède l'avantage d'être simple et peu coûteuse par rapport aux autres mais génère parfois, de par leur contact, des défauts sur le masque ou le substrat. Ces défauts augmentent naturellement avec le temps d'utilisation. La résolution obtenue avec cette technique dépend fortement du plaquage entre le masque et la résine du substrat. Il est possible d'atteindre, dans des conditions optimales, des résolutions de l'ordre de 1 à 2  $\mu\text{m}$  avec une longueur d'onde de la source de 400 nm. Le processus complet de photolithographie est illustré sur la figure 2-20.



*Figure 2-20 : Schéma des différentes étapes de la photolithographie*

### 2.4.3.1 Résines pour la photolithographie

Une résine photosensible est une solution organique sensible aux photons de longueur d'onde allant de 200 à 500nm.

Avant le dépôt, lorsque l'on fait de la photolithographie, il est nécessaire de vérifier la propreté de l'échantillon et de le nettoyer au besoin. En effet, un échantillon couvert de poussières lorsqu'on l'enduit de résine, entraînera des défauts de celle-ci et induira un mauvais plaquage ou créera un trou ou un court-circuit dans les électrodes. C'est l'étape primordiale de la photolithographie.

L'enduction du substrat par la résine photosensible se fait par *spin coating* grâce à une tournette. L'échantillon est plaqué par le vide sur un porte-substrat positionné sur un plateau. On dépose quelques gouttes de résine au centre de l'échantillon, on ferme le capot de la tournette et on lance la rotation du plateau. L'étalement de la résine se fait donc par forces centrifuges. Les paramètres tels que la vitesse, l'accélération de la rotation et le temps sont contrôlés. L'épaisseur de résine dépend essentiellement de la vitesse de rotation, de la viscosité de la résine et de la taille de l'échantillon. L'accélération et le temps, quant à eux, influent d'avantage sur l'homogénéité et la planéité du dépôt. Les paramètres que nous utilisons classiquement sont une vitesse de rotation de 3500 tr/min, une accélération de 4000 tr/min/s pendant 12s.

Il existe deux types de résines photosensibles. Selon sa composition, elle a deux comportements possibles quand on l'expose sous un rayonnement de photons émettant dans la gamme des ultraviolets :

- les résines négatives pour lesquelles le rayonnement ultraviolet entraîne une polymérisation des zones exposées, conférant ainsi à ces zones une tenue particulière au solvant de révélation alors que les parties non insolées disparaissent sélectivement dans ce solvant,

- les résines positives pour lesquelles le rayonnement UV entraîne une rupture des macromolécules, d'où une solubilité accrue des zones exposées dans le révélateur.

### **2.4.3.2 Le recuit**

Juste après l'étalement de la résine, l'échantillon est placé sur une plaque chauffante. La température est réglée à 110°C pendant une durée d'une minute. Ceci permet d'évaporer le solvant et de durcir la résine en permettant sa polymérisation. On refroidit ensuite l'échantillon grâce à la soufflette d'azote. L'échantillon est maintenant prêt pour l'insolation.

### **2.4.3.3 Le photomasque**

L'alignement et l'insolation de motifs d'un masque sur la plaque s'effectue grâce à un aligneur à UV permettant le masquage par contact (Figure 2-21). L'échantillon est positionné avec précision par rapport au masque grâce à un microscope. Une fois le positionnement correct, l'échantillon est plaqué contre le masque et l'insolation peut alors commencer. La durée de l'insolation est d'environ 3 secondes et dépend de l'épaisseur de résine, de l'émissivité du substrat et du motif à réaliser. Les masques utilisés en photolithographie sont généralement réalisés sur une plaquette quartz recouverte d'une couche mince de chrome ou d'oxyde de fer.



Figure 2-21 : Aligneurs de Masques et de Substrat, IEMN - Antenne Lille 1

La plaquette de verre employée doit être de très haute qualité, homogène, et doit présenter une transparence adéquate aux rayonnements utilisés. Après le dépôt de la couche métallique, la plaquette est insolée aux endroits désirés puis révélée. Une telle méthode permet d'atteindre des motifs de l'ordre d'un micron. Pour des dimensions plus fines, le masqueur électronique est nécessaire.

Une fois l'étape d'insolation terminée, un deuxième recuit est effectué à  $\approx 100^{\circ}\text{C}$  pendant environ 1 minute, après quoi intervient l'étape du développement. Cette opération a pour objectif de stabiliser et de durcir la résine insolée.

#### 2.4.3.4 Le développement

Le développement de la résine insolée se fait en utilisant un développeur adapté. Le temps du développement dépend de l'épaisseur de résine ainsi que du temps d'insolation. Généralement, une révélation normale se fait en quelques dizaines de secondes. On peut augmenter ce temps en diluant davantage le développeur si l'on préfère développer de façon plus « contrôlée ». Au cours du développement, on agite l'échantillon de manière à obtenir un développement relativement homogène. On stoppe le développement par un rinçage abondant à l'eau déionisée suivi d'un séchage de l'échantillon grâce à la soufflette d'azote sec. L'échantillon est prêt pour la métallisation effectuée par évaporation suivie d'un bain d'acétone qui va permettre la dissolution complète de la résine restante, ne laissant ainsi apparaître que les motifs souhaités : c'est le *lift off*.

Il faut retenir sur cette technique que l'on nomme à juste titre technique *lift-off* qu'il s'agit de l'opération inverse à la gravure, c'est un procédé utilisé pour réaliser un motif de façon additive par dépôt sur le masque de résine. L'intérêt de cette technique est de contourner l'étape de gravure qui intervient pendant la fabrication d'un dispositif. En effet, cette approche s'adapte bien aux dépôts d'or et de platine qui sont difficiles à attaquer par les moyens conventionnels et donc à photograver par les moyens classiques. Elle s'adapte aussi dans le cas où le contrôle de la fin de l'attaque deviendrait délicat.

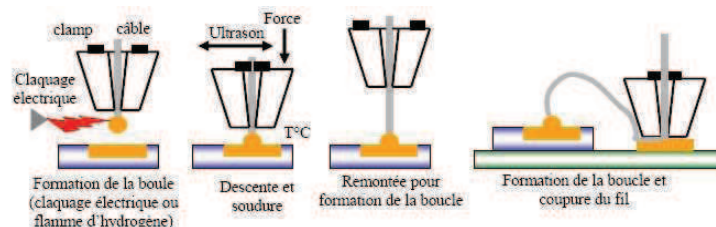


## 2.4.4 Interconnexion : la technique filaire

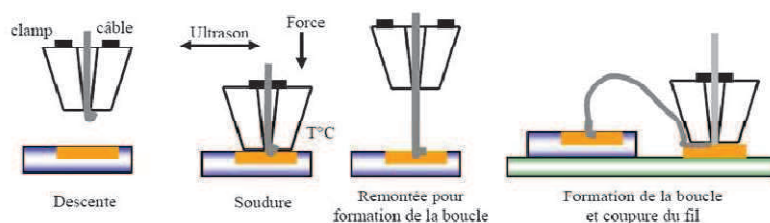
Pour connecter le capteur à son environnement il existe différentes techniques. Etant donnée la mauvaise résistance aux chocs thermiques du niobate de lithium et la taille des capteurs, les soudures à l'étain donnant des soudures grossières ont été proscrites au profit d'une technique plus propre : la technique filaire (wire bonding). C'est, avec la technique utilisant des plots métalliques (bumps) dite de "flip-chip", l'une des plus répandues au niveau industriel. Selon le type de composant, la nature du fil (Au, Al, Cu), son diamètre (de quelques centaines de micromètres à  $17\mu\text{m}$ ) et le pas d'interconnexions (quelques centaines de micromètres à  $50\mu\text{m}$ ) peuvent varier largement.

Le câblage filaire est une méthode qui permet d'obtenir de bons rendements mais limités par le temps nécessaire pour déposer les fils un à un. Il existe deux techniques pour ce type de connexions : le "ball bonding" (Figure 2-22) et le "wedge bonding" (Figure 2-23) [Georgel 08].

Durant le ball bonding, un fil d'or passe à travers un capillaire chauffé ( $100$  à  $200^\circ\text{C}$ ). La boule formée à la sortie du capillaire (par la décharge d'un condensateur ou par une flamme d'hydrogène) est soudée sur un plot de sortie du circuit. Le capillaire est ensuite déplacé pour effectuer la deuxième soudure. Le fil est arraché par le capillaire, une nouvelle boule est reformée et une nouvelle connexion peut être effectuée.



*Figure 2-22 : Procédé de "ball bonding"*

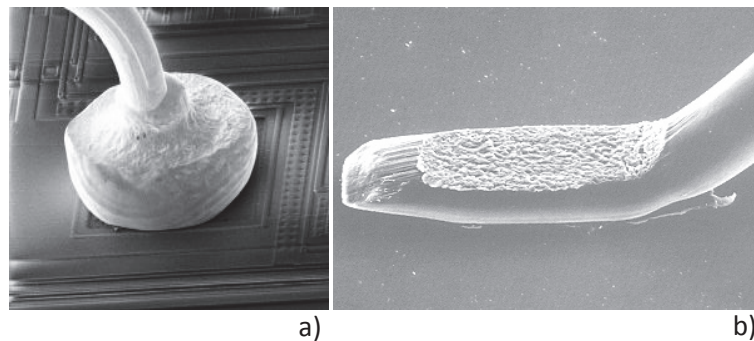


*Figure 2-23 : Procédé de "wedge bonding"*

Pour le "wedge bonding", le fil est le plus souvent constitué d'aluminium allié à 1% de Silicium, ou en Or. Un outil applique ce fil sur la zone à souder ; la liaison métallurgique entre le fil et le plot à

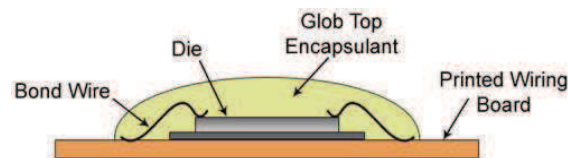


connecter est réalisée alors à froid par la combinaison pression et vibrations ultrasonores. L'aspect final de la soudure est très différent suivant les techniques utilisées (Figure 2-24).



*Figure 2-24 : Aspect final des connexions : a) par "ball bonding" et b) par "wedge bonding".*

Une fois la connectique effectuée, les fils peuvent être, par mesure de protection, recouverts d'un glob-top ou résine de moulage (figure 2-25). Cet enrobage est effectué à la fois pour éviter tout décollement accidentel des fils mais aussi pour jouer le rôle d'absorbant acoustique afin d'éviter, ou du moins, réduire les réflexions dues au côté bidirectionnel des capteurs.



*Figure 2-25 : Protection des fils d'Or par enrobage dans une colle.*

## 2.5 Réalisation et caractérisation des transducteurs IDT

Afin de caractériser différentes structures sur une large gamme de fréquences 5-60 MHz, différents IDT ont été réalisés. Les motifs des capteurs ont été élaborés suivant plusieurs critères. En effet, chaque IDT devait générer une onde de surface quasi-monochromatique de sorte que nous puissions, après transmission de l'onde sur l'échantillon étudié, mesurer avec précision la vitesse de phase pour chaque fréquence. A ce titre, il a été nécessaire d'avoir un nombre de doigts important afin d'obtenir des IDT à bande étroite. Nous désirions également pouvoir effectuer facilement une caractérisation électrique sous pointes. Pour cela un doigt situé à l'arrière des capteurs de largeur différente des autres doigts a été ajouté. Ensuite, pour obtenir une connectique simple, les pattes de connexion ont été placées soit à l'arrière soit sur les côtés des électrodes. Enfin la largeur des doigts et leur périodicité ont été choisies de manière à obtenir des IDT résonnant aux fréquences suivantes : 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 50, 60 MHz.

### 2.5.1 Optimisation de la bande passante

La bande passante du signal tient compte premièrement de celle du signal électrique d'excitation et deuxièmement de celle des capteurs IDT. Concernant le signal électrique, un train d'onde (burst) est envoyé sur les IDT à la fréquence  $f_0$  et avec une durée  $\tau_1 = M/f_0$  où  $M$  est le nombre de sinusoïdes qui composent le signal. La bande passante est :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{0,885}{M}. \quad (\text{Eq 2.36})$$

La bande passante d'un IDT peut se déduire de sa réponse fréquentielle. En effet, le signal émis par un IDT de  $D$  doigts, a une période spatiale  $2.d$  et sa durée  $\tau_2$  est égale à la longueur active du transducteur  $L = (D - 1).d$  divisée par la vitesse  $V_R$  de l'onde de Rayleigh.

$$\tau_2 = \frac{(D - 1)d}{V_R} = \frac{D - 1}{2f_0}. \quad (\text{Eq 2.37})$$

La bande passante à trois décibels est ainsi inversement proportionnelle au nombre de doigts [Royer 99].

$$\Delta f = \left(0,885 \cdot \frac{\pi}{2}\right) \frac{2}{\pi \tau_2} \Rightarrow \frac{\Delta f}{f_0} = 2 \cdot \frac{0,885}{D - 1}. \quad (\text{Eq 2.38})$$

Remarque : en approximant  $(D - 1)/2$  par  $N$  (nombre de paires de doigts), l'équation (Eq 2.38) correspond à l'équation (Eq 2.19).

Dans notre étude, la détection est réalisée avec une sonde interférométrique. Elle est donc localisée et le signal, correspondant au déplacement normal de la surface, reproduit fidèlement le signal élastique au fur et à mesure qu'il défile sous le spot laser.

Globalement, il s'agit de trouver le meilleur compromis entre un nombre de paires de doigts suffisamment important pour limiter la bande passante et un nombre de doigts qui n'augmente pas de trop la longueur totale  $L$  des électrodes de l'IDT.

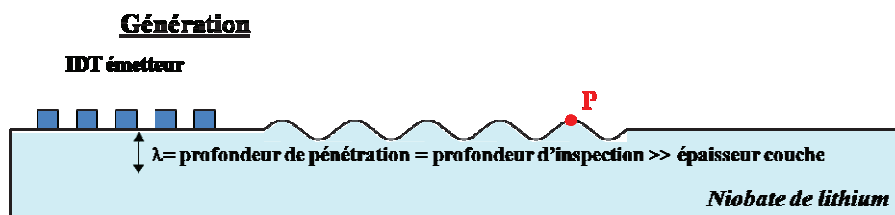
Le compromis trouvé, en nous aidant de la modélisation, est de 25 paires de doigts ( $N= 25$  ;  $D=50$ ) ce qui donne :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = 2 \cdot \frac{0,885}{D - 1} = 2 \cdot \frac{0,885}{50 - 1} \approx 3,6\%. \quad (\text{Eq 2.39})$$

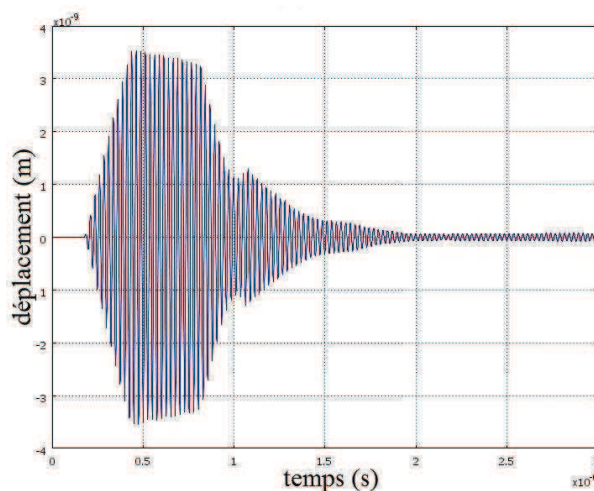
## 2.5.2 Modélisation des capteurs IDT par éléments finis

Dans notre étude, nous avons étudié la possibilité de travailler avec des capteurs IDT en bande étroite dans le but de générer des ondes de surface quasi-monochromatique. Ainsi, il a été possible de mettre en œuvre des techniques d'estimation des vitesses de phase des ondes de surface rapides et précises (voir chapitres 3 et 4). Afin d'optimiser le comportement des capteurs IDT et des ondes de surface générées, nous avons donc modélisé ces derniers par éléments finis. Ces études ont permis en particulier d'optimiser le choix des différents paramètres pour assurer à la fois des bandes passantes et des niveaux d'énergie compatibles avec nos mesures.

Le maillage utilisé est un maillage statistique n'évoluant pas avec les solutions obtenues à chaque instant. Les éléments de ce maillage sont linéaires et de forme triangulaire. Pour la résolution par éléments finis, l'échantillonnage spatial du maillage de la structure est choisi de sorte à vérifier le critère  $\lambda/20$ . A titre d'exemple illustré sur les figures 2-26 et 2-27, nous avons modélisé un IDT de 40 MHz comportant 25 paires de doigts dans lequel nous avons envoyé un train d'onde de 10 sinusoïdes d'amplitude 40 V crête à crête. Le déplacement normal est observé en un point P de la lame piézoélectrique.



*Figure 2-26 : Représentation schématique de simulation de la génération des ondes acoustique de surface par IDT*

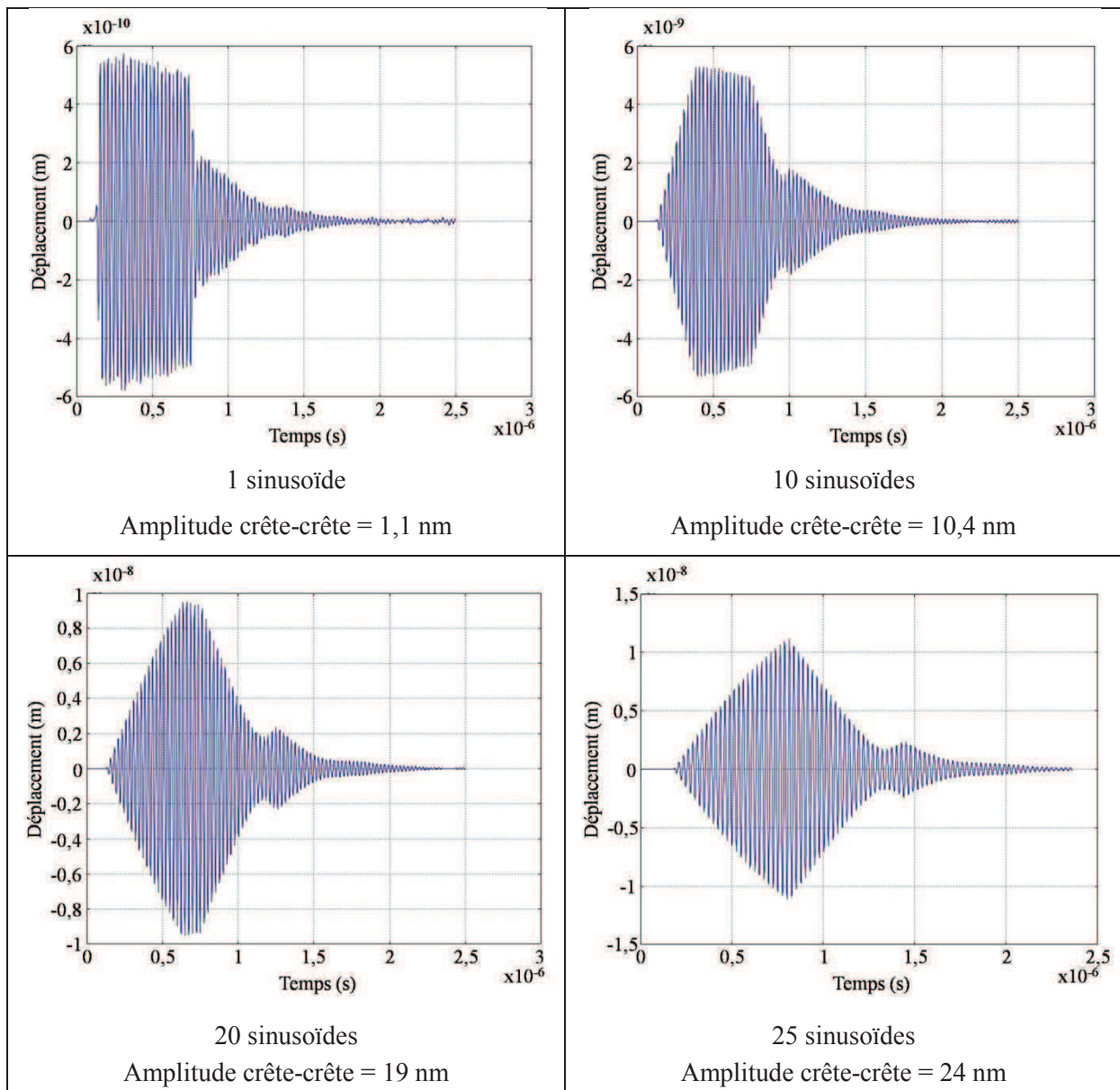


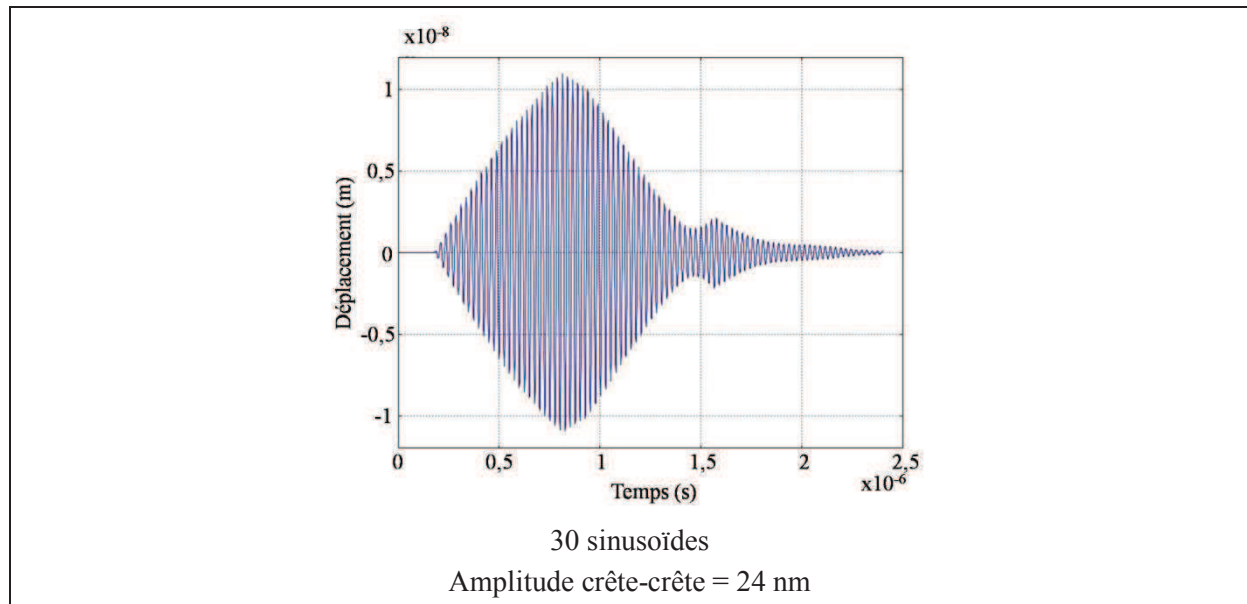
*Figure 2-27 : Modélisation du déplacement normal de l'onde de surface générée par un IDT de 40 MHz*

Optimisation de l'amplitude de déplacement de l'onde de surface :

Une fois le nombre de paires de doigts fixé ( $N=25$ ), nous avons cherché à optimiser l'excitation électrique à imposer sur les électrodes des IDT. Evidemment le nombre de sinusoïdes joue sur la bande passante mais impose surtout l'amplitude des déplacements engendré par l'onde de surface.

Ci-dessous, nous avons reporté les déplacements normaux des ondes générées par un capteur IDT de 25 paires de doigts pour différentes durées d'excitation. Ces modélisations montrent clairement que la forme de l'enveloppe des déplacements ainsi que les amplitudes sont modifiées par le nombre de sinusoïdes et qu'il faut au minimum imposer une impulsion dont le nombre de sinusoïdes est au moins égal au nombre de paires de doigts pour obtenir le maximum d'amplitudes. Une fois le maximum atteint il n'y a plus vraiment d'intérêt à augmenter la durée du burst d'émission.





*Figure 2-28 : Modélisation du déplacement normal de l'onde de surface générée par des capteurs IDT (40 MHz) en fonction de la durée du burst d'émission (60Vcc)*

D'autre part, lorsque le "burst" électrique est composé de 25 sinusoïdes, la bande passante imposée par le signal est de :

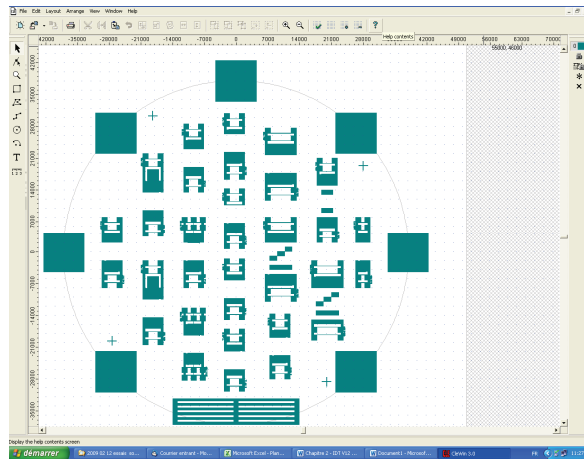
$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{0,885}{M} = \frac{0,885}{25} \approx 3,5\%. \quad (\text{Eq 2.40})$$

Ce qui confirme le caractère quasi-monochromatique du signal détecté avec l'interféromètre.

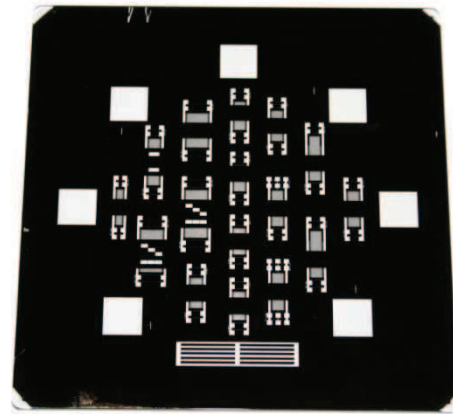
### 2.5.3 Réalisation des capteurs IDT

La toute première étape dans la réalisation des IDT consiste à représenter l'ensemble des motifs qui serviront ensuite à créer le masque photolithographique. Pour cela nous avons utilisé le logiciel CleWin<sup>®</sup>, qui permet de schématiser, aux dimensions exactes souhaitées, les différents motifs qui seront plus tard reportés sur nos plaquettes de niobate de lithium. Dans le cas où plusieurs dépôts doivent être effectués, CleWin<sup>®</sup> permet la gestion des différentes couches à déposer en un seul fichier. Pour chaque dépôt un masque spécifique doit être créé. La figure 2-29 illustre l'interface du logiciel CleWin<sup>®</sup> avec lequel nous avons représenté nos IDT.

A partir de ce schéma, le masque photolithographique a été réalisé. Ce masque doit d'être d'une grande transparence optique au niveau des motifs d'électrodes interdigitées à déposer et opaque en dehors. Ce masque, dont un cliché est présenté à la figure 2-30, sert lors de l'étape photolithographique d'insolation présentée au paragraphe §2.2.3.3.



*Figure 2-29 : Schéma du masque obtenu à partir du logiciel Clewin®*

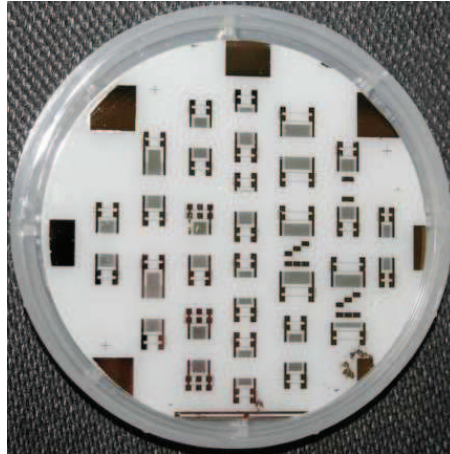


*Figure 2-30 : Photo d'un masque photolithographique*

Les électrodes ont été déposées sur un substrat en niobate de lithium en raison de son bon coefficient de couplage électromécanique ( $K^2 = 5,3\%$ ) et de son parfait état de surface (polissage optique) et qu'il est possible d'obtenir en plaquette de 2 ou 3 pouces (50,8 mm ou 76,2 mm). Ces électrodes en or ont été obtenues par pulvérisation cathodique avec une épaisseur de 400 nm. Il est à noter qu'une couche d'accroche entre la couche d'or et la plaquette de niobate de lithium a été nécessaire (couche de chrome de quelques dizaines de nanomètres).

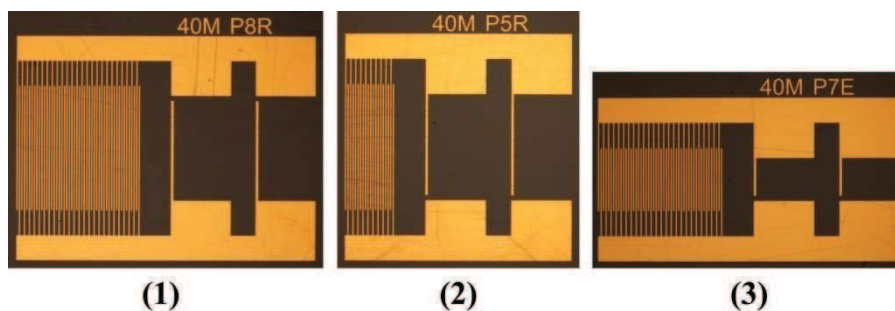
La figure 2-31 montre l'une des plaquettes de niobate de lithium sur laquelle a été déposée une première série d'électrodes. Cette série comportait essentiellement des IDT fonctionnant à 40 MHz et avait pour but de réaliser différents types de motifs en faisant varier notamment le nombre de doigts et la largeur de recouvrement. Les différentes réponses de ces IDT ont été analysées à l'analyseur de réseaux. Ainsi, nous avons pu vérifier expérimentalement les correspondances entre d'une part le nombre de doigts et la bande passante, et d'autre part, entre la largeur de recouvrement et l'impédance. La largeur de recouvrement a également été étudiée afin d'optimiser les niveaux d'émission des ondes de surface. Ainsi, le meilleur compromis a été obtenu pour des IDT possédant un nombre important de doigts (25 paires) de manière à avoir un transducteur quasi-monochromatique pour la raison évoquée précédemment et une largeur de recouvrement de doigts de quelques millimètres pour avoir des amplitudes de déplacement des ondes acoustiques suffisamment importants tout en conservant des impédances raisonnables (quelques centaines d'Ohms).





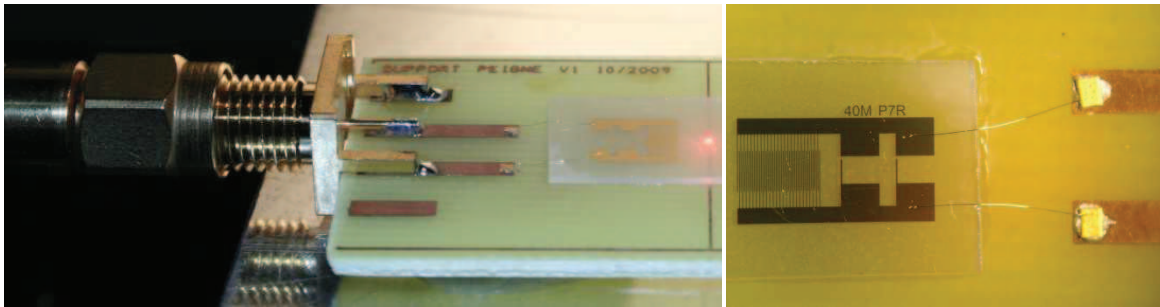
*Figure 2-31 : plaquette de  $\text{LiNbO}_3$  sur laquelle a été déposée une 1<sup>ère</sup> série d'électrodes interdigitées.*

La figure 2-32 présente trois exemples d'IDT de 40 MHz avec différentes configurations ; le transducteur ayant la configuration la plus intéressante est le premier.  $N$  représente le nombre de paires de doigts et  $w$  la largeur de recouvrement.



*Figure 2-32 : Exemples de peignes de 40 MHz, (1) :  $N = 25$ ,  $w = 2.5$  mm ; (2) :  $N = 10$ ,  $w = 2.5$  mm ; (3) :  $N = 25$ ,  $w = 1.25$  mm*

Afin optimiser l'alimentation de nos transducteurs tout en gardant la possibilité de les manipuler aisément, chacun des IDT réalisés a été découpé à la scie à fil diamanté puis collé sur un support en époxy sur lequel ont été fixés des bords de carte de type SMA (Figure 2-33). Le niobate de lithium étant très sensible aux chocs thermiques et étant donné la taille des électrodes, nous avons choisi d'effectuer la connectique à l'aide de la technique filaire dite "wedge bonding" (§ 2.2.4) par fils d'or (figure 2-33).

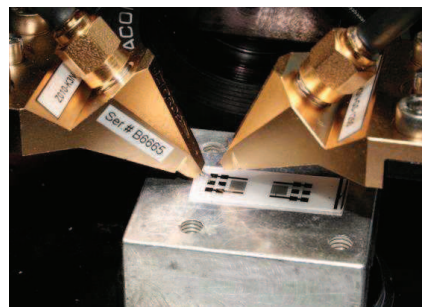


*Figure 2-33 : A gauche, cliché d'un IDT collé sur un support époxy ; à droite, cliché mettant en évidence la connectique par fils d'or*

## 2.5.4 Caractérisation électrique

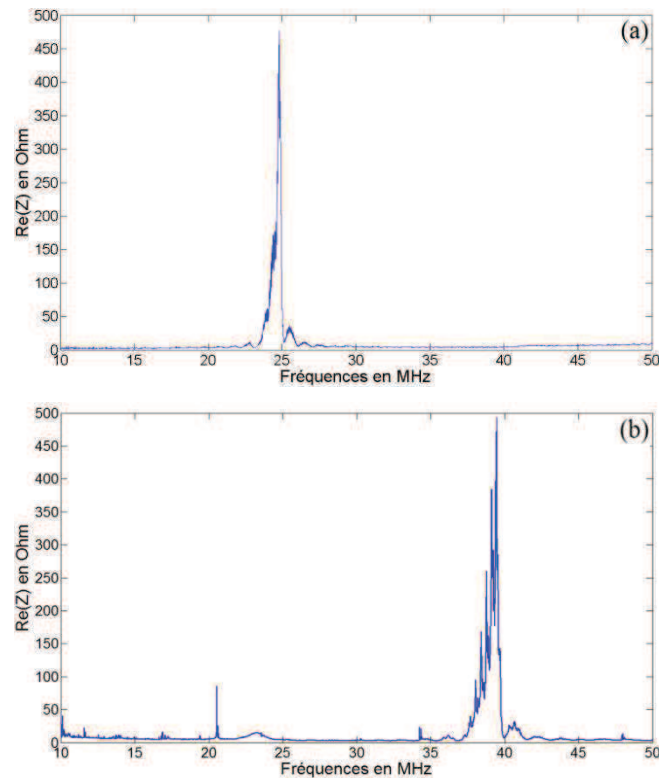
Afin d'obtenir les valeurs d'impédance de nos transducteurs et vérifier leur fréquence de résonance, une caractérisation électrique a été effectuée par tests sous pointes à l'aide d'un analyseur de réseaux que nous avons préalablement étalonné (figure 2-34 et 2-35). Chaque IDT a été testé afin de sélectionner les meilleurs candidats pour caractériser nos structures.

Il s'est avéré que certains capteurs réalisés étaient court-circuités, ce qui n'est pas toujours visible à l'œil nu. En effet la technique de dépôt des électrodes via le procédé *lift-off* demande une certaine rigueur lors des différentes étapes notamment dans la gestion du temps d'insolation de la résine aux ultraviolets. Les conséquences d'un mauvais temps d'insolation sont souvent un court-circuit au niveau des doigts ou à l'opposé, une élimination de doigts non désirée qui peut survenir lorsque l'insolation aux UV n'a pas été assez longue. La résine n'a donc pas été suffisamment fragilisée pour être ôtée au niveau des motifs lors du développement ; le dépôt d'or ne se fait pas sur le niobate de lithium mais sur de la résine persistante et lors de l'étape du *lift-off*, l'or qui possède encore de la résine sous-jacente est éliminé et laisse des "trous" dans les motifs. Même avec de la rigueur dans le procédé, la présence d'une poussière sur la plaquette, ou une résine tenace après le *lift-off* peut rendre un capteur inutilisable. Par exemple, tous les IDT devant fonctionner à la fréquence de 30 MHz ont été court-circuités et n'ont pu intervenir lors de la caractérisation des échantillons de type couche sur substrat.



*Figure 2-34 : Cliché d'un IDT testé électriquement sous pointes*





*Figure 2-35 : Mesures sous pointes de l'impédance d'un IDT conçu pour fonctionner à (a) 25 MHz et un autre à (b) 40 MHz*

Le tableau 2-2 récapitule les principales caractéristiques de chacun des IDT :  $f_R$  est la fréquence de résonance obtenue lors de la caractérisation électrique sous pointe,  $a$  est la largeur d'un doigt,  $\lambda$  est la longueur d'onde ( $\lambda = 4a$ ),  $w$  correspond à la largeur de recouvrement des doigts de chaque électrode,  $N$  représente le nombre de paires de doigts de l'IDT,  $BP_{th}$  sont les bandes passantes théorique à -3dB. Quant à  $Re(Z)_{th}$  et  $Re(Z)$  il s'agit respectivement des parties réelles théorique et expérimentale de l'impédance.

$f_R$ (MHz)	$a$ ( $\mu\text{m}$ )	$\lambda$ ( $\mu\text{m}$ )	$w$ (mm)	$N$	$BP_{th}$ (MHz)	$Re(Z)_{th}$ ( $\Omega$ )	$Re(Z)$ ( $\Omega$ )
9,7	100	400	12	20	0,429	318	452
14,8	66	267	8	20	0,655	313	313
19,6	50	200	6	25	0,694	315	685
24,2	40	160	4,8	25	0,857	319	477
30,06	33	133	4	25	1,064	307	/
34,7	28	114	3,4	25	1,228	314	571
38,34	25	100	2,5	25	1,357	386	490

*Tableau 2-2 : Principales caractéristiques des IDT sélectionnés pour les caractérisations de nos échantillons*

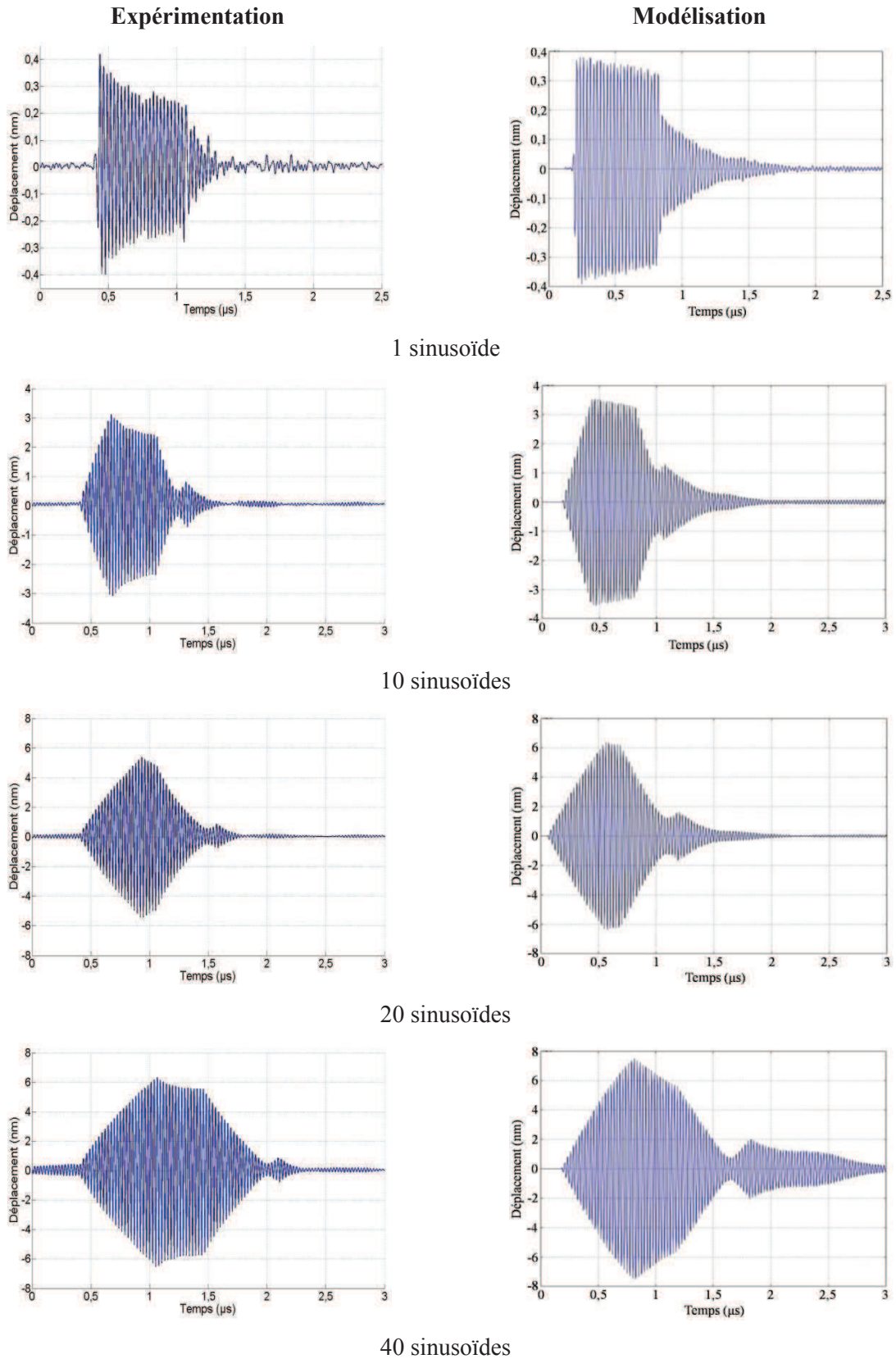
### 2.5.5 Caractérisation acoustique

Après la caractérisation électrique de nos capteurs, nous les avons testés acoustiquement. Afin de vérifier que les résultats de simulation par éléments-finis sont en bon accord avec l'expérience, nous avons mesuré les déplacements normaux des ondes de surface directement sur le niobate de lithium.

Il existe plusieurs méthodes de détection optique afin de mesurer les déplacements mécaniques normaux à la surface inspectée d'un l'échantillon. Nous retrouvons notamment la méthode dite à lame de couteau qui est une des méthodes non interférométriques les plus connues, exploitant la diffraction du faisceau laser incident au passage de l'onde de surface [Aharoni 85]. D'autres méthodes sont interférométriques et exploitent les interférences intervenant entre plusieurs ondes cohérentes entre-elles. En interférométrie laser nous mesurons le déphasage du faisceau laser réfléchi introduit par le déplacement normal à la surface de l'échantillon ; cela implique forcément de connaître avec précision la fréquence du faisceau focalisé à la surface de la structure étudiée. Pour nos expériences nous avons travaillé avec un interféromètre laser hétérodyne (SH-140) car il présente l'avantage d'être moins sensible aux perturbations basses fréquences.

La qualité des IDT sur niobate de lithium a permis d'obtenir des niveaux de détection tout à fait intéressants avec de bons rapports signal sur bruit. Sur la figure 2-36, nous donnons plusieurs exemples de signaux détectés avec l'interféromètre pour un IDT fonctionnant à 40 MHz et avec des impulsions électriques de 40 volts crête-crête pour différentes durée de burst.

Si nous comparons ces mesures avec les résultats de la modélisation, nous remarquons de bonnes concordances entre les signaux expérimentaux et ceux issus de la modélisation tant sur la forme des signaux que sur l'amplitude des déplacements normaux (tableau 2-3). D'autre part, les niveaux de déplacements des ondes de surface sont assez importants pour toute la gamme de fréquences couverte par les capteurs IDT. A titre d'exemple, nous avons observé avec l'interféromètre des tensions de 0.7, 0.8 et 0.45 V pour les IDT fonctionnant à 15, 25 et 40 MHz, ce qui correspond à des déplacements (crête) détectés sur la surface de 7, 8 et 4.5 nm compte tenu de la conversion tension/déplacement de l'interféromètre (10mV/Å).



*Figure 2-36 : Mesures interférométriques des déplacements normaux de l'onde de surface générée par un IDT de 40 MHz et comparaison à la modélisation*

Nombre de sinusoïdes dans le burst d'émission	Amplitude du déplacement modélisation (nm)	Amplitude du déplacement expérimentale (nm)
1	0,7	0,8
10	7	6
20	12,8	9
40	15	12

*Tableau 2-3 : Comparaison expérimentation/modélisation des déplacements normaux (crête-crête) pour des capteurs IDT fonctionnant à 40 MHz, en fonction du nombre de sinusoïdes du burst d'émission.*

## Conclusion

Dans ce deuxième chapitre, nous avons premièrement retracé succinctement l'historique des capteurs à ondes acoustiques de surface et effectué un état de l'art sur leur utilisation pour le CND. Une deuxième partie de ce chapitre a été consacrée à la technologie de réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface. Nous avons détaillé la manière dont sont généralement conçus les transducteurs interdigités au travers des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces, mais également comment s'effectue la génération des ondes acoustiques de surface sur un substrat piézoélectrique tel que le niobate de lithium. Ensuite, en nous aidant des résultats de modélisation, nous avons réalisé plusieurs séries de capteurs IDT que nous avons caractérisés électriquement et acoustiquement. De bons accords ont été constatés entre les résultats de la modélisation et ceux observés expérimentalement. Enfin, nous avons pu aboutir à la réalisation d'un ensemble d'IDT fonctionnels dans la gamme de fréquences 10-60MHz, ce qui nous a permis de les mettre en œuvre pour la caractérisation de structures à couche mince et à gradient de contrainte. Ces différentes caractérisations font l'objet des chapitres suivants.



# Chapitre 3

## Caractérisation ultrasonore de structures à couche

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>97</b>
<b>3.1 RAPPEL GENERAL SUR LES COUCHES MINCES .....</b>	<b>97</b>
3.1.1 INTRODUCTION.....	97
3.1.2 EXEMPLES D'APPLICATIONS DES COUCHES MINCES.....	98
3.1.2.1 Dans les composants et les dispositifs électroniques.....	98
3.1.2.2 Couches minces pour l'optique.....	100
<b>3.2 PROPAGATION DES ONDES DE RAYLEIGH DANS LES STRUCTURES A COUCHE.....</b>	<b>100</b>
3.2.1 EQUATION DE PROPAGATION ET CONDITIONS AUX LIMITES.....	101
3.2.1.1 Solutions de l'équation de propagation.....	101
3.2.1.2 Conditions aux limites.....	103
3.2.2 RELATIONS DE DISPERSION POUR LES MODES DE RAYLEIGH.....	104
3.2.3 LES DIFFERENTS MODES DE RAYLEIGH.....	106
3.2.3.1 Cas "stiffening".....	106
3.2.3.2 Cas "loading".....	108
3.2.3.3 Cas intermédiaire.....	109
<b>3.3 CARACTERISATION DE COUCHES MINCES DEPOSEES SUR UN SUBSTRAT .....</b>	<b>111</b>
3.3.1 METHODES DE CARACTERISATION CLASSIQUEMENT EMPLOYEES.....	111
3.3.1.1 La nano-indentation.....	112
3.3.1.2 Le profilomètre.....	113
3.3.1.3 Les méthodes ultrasonores.....	114
3.3.2 CARACTERISATION DE COUCHES DEPOSEES SUR SUBSTRAT DE VERRE PAR ONDES DE SURFACE HF GENEREES PAR IDT .....	119
3.3.2.1 Protocole expérimental.....	119
3.3.2.2 Modélisation de la transmission de l'onde surface par éléments finis.....	122
3.3.2.3 Dispersion du mode de Rayleigh sur les structures or/verre.....	123
3.3.2.4 Résultats expérimentaux.....	125
3.3.2.5 Méthode d'inversion.....	127
3.3.2.6 Détermination des propriétés de la couche et du substrat.....	128
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>132</b>



# Introduction

Ce chapitre sera consacré à la résolution du problème inverse dans le but de caractériser des structures de type couche sur substrat à partir de courbes de dispersions expérimentales des ondes acoustiques de surface se propageant dans ces structures. Dans le cadre de la résolution de ce problème inverse, nous allons faire correspondre les vitesses calculées théoriquement à celles mesurées expérimentalement en ajustant les paramètres élastiques de la structure analysée. Les caractéristiques de cette dernière seront ainsi déduites à partir du modèle théorique et des mesures expérimentales. Nous nous proposons dans ce chapitre de résoudre le problème inverse sur deux échantillons de verre sur lesquels nous avons déposé une couche d'or de 500 nm et 1  $\mu\text{m}$  respectivement. Ces échantillons seront caractérisés par des ondes acoustiques de surface hautes fréquences générées par des transducteurs interdigités et détectées par interférométrie laser. Nous effectuerons dans une première partie un bref rappel sur les couches minces ainsi que sur la propagation des ondes de Rayleigh dans ces structures de type couche sur substrat. Enfin, nous détaillerons le protocole expérimental qui nous a permis de mesurer avec précision les vitesses de phase des ondes de surface et la résolution du problème inverse qui nous a permis d'estimer leurs paramètres élastiques.

## 3.1 Rappel général sur les couches minces

### 3.1.1 Introduction

Une couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposée sur un autre matériau, appelé "substrat". Le but de la couche mince est de donner des propriétés particulières à la surface de la pièce tout en bénéficiant des propriétés massives du substrat (en général : tenue mécanique).

Par principe, la couche n'a pas nécessairement de limites physiques bien déterminées. Une couche d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'épaisseur a été fortement réduite. Cette faible distance entre ses deux surfaces limites entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques. La différence entre le matériau à l'état massif et à l'état de couche est principalement due au fait que l'on néglige le rôle des limites dans les propriétés. Ces effets liés aux surfaces limites sont prépondérants dans les couches dites minces. Plus l'épaisseur sera faible plus les effets perturbateurs dus à l'épaisseur seront importants et inversement jusqu'à ce que le matériau retrouve les propriétés du matériau massif. L'épaisseur de la couche mince est donc une donnée importante à connaître lors de l'utilisation de ce genre de structure.



Toutefois il est assez difficile de définir une couche mince par cette seule notion. En effet, la limite de l'épaisseur qui sépare couche mince/épaisse est néanmoins floue. De plus, il est nécessaire de caractériser ces couches minces afin de garantir leur qualité et leur tenue dans le temps. Afin d'estimer l'épaisseur d'une couche, des méthodes de caractérisation sont généralement utilisées mettant en œuvre soit un indenteur, des rayons X ou encore des ultrasons. Ces techniques présentent chacune des avantages et inconvénients différents, qui font l'objet du §3.3.1. Nous détaillerons ensuite notre méthode de caractérisation et montrerons son originalité et l'intérêt qu'elle apporte par rapport aux autres méthodes.

### 3.1.2 Exemples d'applications des couches minces

Les couches minces se distinguent plus par leurs applications et leurs modes de dépôt que par leurs épaisseurs. Grâce aux différentes technologies de fabrication actuelle, les couches minces trouvent leur place dans des domaines très variés. Parmi les principaux domaines que comportent les applications de couches minces, nous pouvons entre autres distinguer les éléments d'interconnexion, les composants actifs et passifs, les composants optiques, magnétiques, chimiques et biologiques, les capteurs, les revêtements de protection des surfaces, mais encore les éléments décoratifs. Selon le type d'application, les techniques de dépôt sont plus ou moins complexes mais relèvent toutes de procédés décrits au §2.2.1.

#### 3.1.2.1 Dans les composants et les dispositifs électroniques

##### - L'interconnexion :

Les technologies des couches minces ont joué un rôle important dans le développement des composants électroniques et notamment celui des semi-conducteurs afin d'assurer les interconnexions entre les éléments d'une même puce [Georgel 08 ; Massénat]. Leur rôle est de distribuer les signaux électriques et de connecter les différents composants actifs. Trois matériaux sont couramment utilisés. Le premier, l'aluminium, reste le plus utilisé dans les techniques de semi-conducteur. C'est un matériau qui possède une très bonne conductivité électrique ( $37,7 \times 10^6$  S/m) et qui se dépose facilement par évaporation thermique, méthode de dépôt lui procurant une excellente adhérence aux substrats. Le deuxième, l'or, est un métal noble et présente donc l'avantage de ne pas s'oxyder. Il présente également une meilleure conductibilité ( $45,2 \times 10^6$  S/m) et se dépose aisément par pulvérisation cathodique ou évaporation. Le troisième, le cuivre, possède les mêmes facilités de dépôt que l'or. Sa conductivité électrique ( $59,6 \times 10^6$  S/m) est excellente et se révèle être un atout important dans les dispositifs fonctionnant à des fréquences élevées du fait des pertes d'énergie.

*- Les composants et les dispositifs électroniques :*

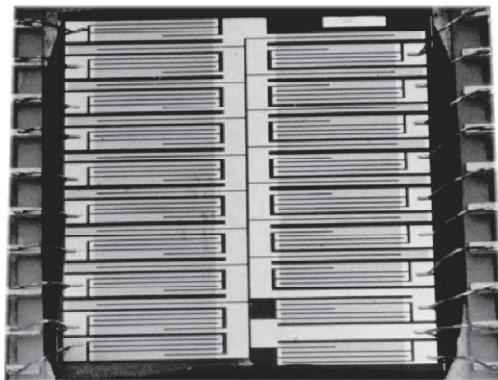
La technologie des couches minces se retrouve principalement dans le domaine de l'électronique, de la microélectronique et de la nanotechnologie. Plusieurs domaines d'applications peuvent être distingués : le domaine des circuits analogiques, codeurs, le domaine des applications hyperfréquences et optoélectroniques. Cela couvre un panel assez large d'applications qui va du simple composant électronique à des dispositifs plus complexes.

➤ Composants actifs.

Il est possible de réaliser des transistors en couches minces qui sont assez proches des MOSFET<sup>1</sup>. On les retrouve par exemple dans le cas des panneaux LCD pour lesquels un transistor de commutation est associé à chaque pixel du panneau. D'autres applications possibles demeurent dans les panneaux solaires ou les diodes hétérojonction réalisées à partir d'un dépôt de film mince [Massénat].

➤ Composants passifs.

Les éléments passifs réalisés en couches minces sont habituellement les résistances et condensateurs. Les couches minces permettent de concevoir des résistances et des condensateurs de grande précision et de haute stabilité dans le temps et en température. La figure 3-1 montre un réseau couches minces de 19 résistances identiques montées sur un substrat en verre avec un point commun.



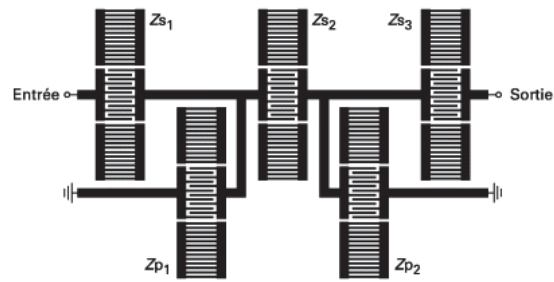
*Figure 3-1 : Réseaux couches minces [Massénat].*

---

<sup>1</sup> MOSFET : *Metal oxide semiconductor field effect transistor*

- Exemple d'application de couches minces dans un dispositif électronique.

Le filtre à ondes acoustiques de surface est l'exemple typique de l'usage des couches minces dans une fonction électronique radiofréquence. Ces filtres permettent suivant le dessin des peignes interdigités de réaliser une fonction de transfert appliquée au signal RF (ligne à retard, filtre, résonateur, ...).



*Figure 3-2 : Architecture d'un filtre à résonateurs type "échelle" [Defranould].*

### 3.1.2.2 Couches minces pour l'optique

Les applications de couches minces pour l'optique sont entre autres les revêtements antireflets réflecteurs, les filtres de toute sorte, les polariseurs, etc. Dans le cas des réflecteurs, nous allons trouver notamment les applications de type miroir plan ou non tels que les miroirs astronomiques et surtout les réflecteurs complexes tels les optiques de phare de voiture qui sont des dispositifs métallisés sous vide et comportant une couche d'aluminium. En ce qui concerne les couches antireflets, les revêtements optiques sont basés sur le phénomène d'interférence. Des couches minces de matériaux diélectriques sont déposées avec des épaisseurs très faibles, et assemblées de manière à provoquer des interférences d'ondes lumineuses de différentes longueurs d'onde. L'interférence de ces ondes qui se réfléchissent dans la structure va entraîner la réflexion ou la transmission de certaines longueurs d'ondes.

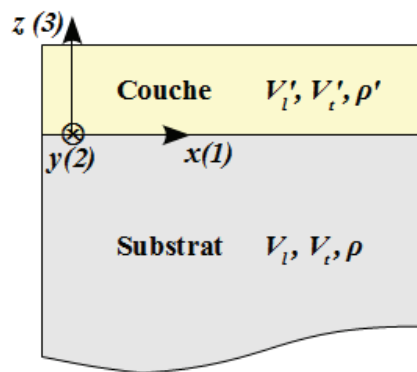
## 3.2 Propagation des ondes de Rayleigh dans les structures à couche

Au premier chapitre, nous avons rappelé les caractéristiques de l'onde de Rayleigh et avons vu que c'est un mode de propagation d'énergie élastique à la surface libre d'un solide. Nous avons également vu que dans le cas d'un matériau isotrope, les composantes longitudinale et transversale du déplacement engendré par ce type d'onde sont contenues dans le plan sagittal (défini par la normale à la surface et le vecteur d'onde) et sont déphasées de  $\pi/2$ , expliquant ainsi la polarisation elliptique présentée par l'onde de Rayleigh. Le déplacement engendré par cette onde décroît de façon exponentielle en fonction de la profondeur pour atteindre une valeur négligeable à partir d'une longueur d'onde en dessous de la surface. Nous allons voir dans cette partie, les effets mécaniques sur la propagation des ondes de surface dus à la présence d'une couche déposée sur un substrat. En effet,

le dépôt d'une telle couche sur la surface d'un substrat semi infini conduit à l'inhomogénéité du milieu de propagation qui rend dispersive la propagation des ondes de surface dans une telle structure.

### 3.2.1 Equation de propagation et conditions aux limites

Le système de coordonnées utilisé est illustré à la figure 3-3. L'interface entre la couche et le substrat se trouve en  $z = 0$  et la surface libre en  $z = h$ . Dans cette partie, la couche et le substrat sont considérés isotropes et homogènes, ce qui correspond aux structures qui seront analysées dans le cadre de cette étude.



*Figure 3-3 : Système de coordonnées dans le cas de la propagation des ondes de surface dans les couches minces.*

#### 3.2.1.1 Solutions de l'équation de propagation

En reprenant l'équation de propagation (Eq 1.22), les solutions pour les ondes acoustiques de surface peuvent se mettre sous la forme [Farnell 71] :

$$u_I = \alpha_I \cdot e^{i k b z} \cdot e^{i k(x-vt)}. \quad (\text{Eq 3.1})$$

La propagation de l'onde s'effectue suivant  $x$  avec une vitesse de phase  $v$  et un vecteur d'onde  $\vec{k}$  parallèle à  $x$ .  $b$  représente la variation de l'amplitude de l'onde suivant la profondeur de pénétration, il est en général complexe. Les coefficients  $\alpha_I$  quant à eux donnent les amplitudes relatives aux différentes composantes de l'onde de surface. Chaque composante de l'équation (Eq 3.1) doit satisfaire les équations du mouvement (Eq. 1.22) et en injectant l'équation (Eq 3.1) dans (Eq 1.22), on trouve la relation entre les différentes inconnues dans le milieu considéré :

$$\begin{pmatrix} \Gamma_{11} - \rho v^2 & 0 & \Gamma_{13} \\ 0 & \Gamma_{22} - \rho v^2 & 0 \\ \Gamma_{13} & 0 & \Gamma_{33} - \rho v^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ \alpha_3 \end{pmatrix} = 0, \quad (\text{Eq 3.2})$$

$$\Gamma_{11} = c_{44}b^2 + c_{11}, \quad \Gamma_{13} = (c_{11} - c_{44})b,$$

où

$$\Gamma_{22} = c_{44}(1 + b^2), \quad \Gamma_{33} = c_{11}b^2 + c_{44}.$$

La première remarque que l'on peut faire est que dans le plan sagittal, les déplacements  $u_1$  et  $u_3$  sont totalement découplés du déplacement  $u_2$  dans l'équation de mouvement (Eq. 1.22). De manière à obtenir des solutions non-triviales, le déterminant de la matrice doit être égal à zéro, nous donnant l'équation séculaire suivante pour chaque milieu :

$$|\Gamma_{rs} - \delta_{rs}\rho v^2| = 0, \quad r, s=1, 2, 3 \quad (\text{Eq 3.3})$$

$\delta$  le symbole de Kronecker

Nous trouvons dès lors deux équations séparées :

$$\begin{aligned} (c_{44}b^2 + c_{44} - \rho v^2)(c_{11}b^2 + c_{11} - \rho v^2) &= 0, \\ c_{44}b^2 + c_{44} - \rho v^2 &= 0. \end{aligned} \quad (\text{Eq 3.4})$$

Cela peut être considéré comme des équations algébriques dont l'inconnue est  $b$  pour une valeur donnée de  $v$ . Les racines de ces équations et les polarisations correspondantes pour les deux milieux sont [Farnell 71] :

- Pour le déplacement transverse dans le substrat :

$$b_{(a)} = -i[1 - (v/v_t)^2]^{1/2}.$$

- Pour le déplacement transverse dans la couche :

$$b_{(1)} = i[1 - (v/v'_t)^2]^{1/2}.$$

- Pour le déplacement dans le plan sagittal dans le substrat :

$$b_{(c)} = -i[1 - (v/v_T)^2]^{1/2}, \quad b_{(d)} = -i[1 - (v/v_L)^2]^{1/2}.$$

- Pour le déplacement dans le plan sagittal dans la couche :

$$b_{(2)} = i[1 - (v/v'_T)^2]^{1/2}, \quad b_{(3)} = i[1 - (v/v'_L)^2]^{1/2}.$$

$b_{(1)}$ ,  $b_{(2)}$ ,  $b_{(3)}$  sont relatifs à la couche et  $b_{(a)}$ ,  $b_{(c)}$ ,  $b_{(d)}$  sont relatifs au substrat.  $v_L = \sqrt{c_{11}/\rho}$  et  $v'_L = \sqrt{c'_{11}/\rho'}$  sont les vitesses longitudinales respectivement dans le substrat et dans la couche tandis que  $v_T = \sqrt{c_{44}/\rho}$  et  $v'_T = \sqrt{c'_{44}/\rho'}$  correspondent aux vitesses des ondes transversales respectivement dans le substrat et dans la couche.

### 3.2.1.2 Conditions aux limites

Le déplacement des particules et les contraintes doivent être continus au niveau de l'interface entre les deux matériaux car le contact entre la couche déposée et le substrat est supposé parfait. La surface de la structure est, de plus, supposée libre de toute contrainte mécanique.

Les conditions aux limites s'écrivent :

- Dans le plan transverse (suivant  $y$ ) :

- continuité du déplacement transverse à l'interface :

$$u_2 = u'_2 \quad \text{pour} \quad z = 0,$$

- continuité de la contrainte transverse à l'interface :

$$T_{32} = T'_{32} \quad \text{pour} \quad z = 0,$$

- suppression de la contrainte transverse à la surface libre de la couche :

$$T'_{32} = 0 \quad \text{pour} \quad z = h,$$

- Dans le plan sagittal ( $x, z$ ) :

- continuité du déplacement longitudinal à l'interface :

$$u_1 = u'_1 \quad \text{pour} \quad z = 0,$$

- continuité du déplacement normal à l'interface :

$$u_3 = u'_3 \quad \text{pour} \quad z = 0,$$

- continuité des contraintes à l'interface :

$$\begin{aligned} T_{31} &= T'_{31} \\ T_{33} &= T'_{33} \end{aligned} \quad \text{pour} \quad z = 0,$$

- annulation des contraintes à la surface libre de la couche :

$$\begin{aligned} T'_{31} &= 0 \\ T'_{33} &= 0 \end{aligned} \quad \text{pour} \quad z = h.$$

Pour les ondes polarisées uniquement dans le plan sagittal, une fois que les différentes solutions trouvées précédemment sont injectées dans ces conditions aux limites, et après simplification des facteurs  $\exp [ik(x - vt)]$ , nous obtenons six équations qui permettent de calculer dans le plan  $(x, z)$ , le déplacement associé pour les milieux isotropes. Les solutions ainsi calculées correspondent aux ondes de surface appelées modes de type Rayleigh. L'ensemble des conditions aux limites dans la direction transverse (suivant  $y$ ) et dans le plan sagittal conduisent à deux types de solutions indépendantes ; l'une ne contenant que les déplacements transverses correspond aux ondes de Love et celle comportant les déplacements dans le plan sagittal correspond aux modes de type Rayleigh. Par la suite, seules ces dernières ondes seront considérées.

### 3.2.2 Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh

Pour modes de type Rayleigh, toujours dans le cas isotrope, seuls les déplacements mécaniques dans le plan sagittal sont concernés. Les solutions calculées dans ce plan ainsi que les équations basées sur les conditions aux limites conduisent à un ensemble de six équations dont les solutions non triviales sont obtenues en annulant le déterminant suivant [Farnell 71] :

$$\begin{vmatrix} b_{(2)} & -1 & -b_{(2)} & -1 & -b_{(c)} & 1 \\ -1 & -b_{(3)} & -1 & b_{(3)} & 1 & b_{(d)} \\ 1 - b_{(2)}^2 & 2b_{(3)} & 1 - b_{(2)}^2 & -2b_{(3)} & -r(1 - b_{(c)}^2) & -2rb_{(d)} \\ 2b_{(2)} & -(1 - b_{(2)}^2) & -2b_{(2)} & -(1 - b_{(2)}^2) & -2rb_{(c)} & r(1 - b_{(c)}^2) \\ (1 - b_{(2)}^2)ikb_{(2)}h & 2ikb_{(3)}^2h & -(1 - b_{(2)}^2)ikb_{(2)}h & 2ikb_{(3)}^2h & r(1 - b_{(c)}^2) & 2rb_{(d)} \\ 2ikb_{(2)}^2h & -(1 - b_{(2)}^2)ikb_{(3)}h & 2ikb_{(2)}^2h & (1 - b_{(2)}^2)ikb_{(3)}h & 2rb_{(c)} & -r(1 - b_{(c)}^2) \end{vmatrix} = 0,$$

avec  $r = c_{44}/c'_{44}$ . (Eq 3.5)

Si  $k$  tend vers zéro (basse fréquence), les termes en  $k$  des deux dernières lignes disparaissent et le déterminant devient nul lorsque le sous-déterminant  $2 \times 2$  dans le coin inférieur droit devient nul également, c'est-à-dire :

$$(1 - b_{(c)}^2)^2 + 4b_{(c)}b_{(d)} = 0. \quad (\text{Eq 3.6})$$

Nous reconnaissons ici l'équation donnant la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh, non dispersives, dans un milieu semi-infini (sans couche) [Viktorov 67]. Ce résultat s'explique par le fait que lorsque la fréquence est très basse, la longueur d'onde devient très grande par rapport à l'épaisseur de la couche, ce qui rend négligeable l'influence de la couche sur la propagation de l'onde de surface puisque l'énergie élastique véhiculée par l'onde se trouve alors confinée essentiellement dans le substrat.

Il a été montré que l'équation résultant du déterminant peut s'écrire comme suit [Tiersten 69] :

$$F_0(v) + khF_1(v) + (kh)^2F_2(v) = 0, \quad (\text{Eq 3.7})$$

avec

$$F_0(v) = -4\alpha\beta + (2 - q^2)^2, \quad F_1(v) = rq^2[(r_v^2q^2 - c'^2)\beta + r_v^2q^2\alpha],$$

$$F_2(v) = r^2r_v^2q^2(c'^2 - r_v^2q^2)(1 - \alpha\beta), \quad q = v/v_t, \quad r_v = v_t/v'_t,$$

$$\alpha = \sqrt{1 - (v/v_l)^2}, \quad \beta = \sqrt{1 - (v/v_t)^2}, \quad c' = 2 \left[ \frac{\lambda' + \mu'}{\lambda' + 2\mu'} \right]^{\frac{1}{2}}.$$

Tiersten a également démontré que la pente de la courbe de dispersion relative à la vitesse de phase du premier mode de type Rayleigh est positive si [Tiersten 69] :

$$4 \left[ 1 - \left( \frac{v'_t}{v'_l} \right)^2 \right] v'_t > v_r^2 \left[ 1 + \left( \frac{1 - (v_r/v_l)^2}{1 - (v_r/v_t)^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right]. \quad (\text{Eq 3.8})$$

où  $v_r$  correspond à la vitesse de propagation du mode de type Rayleigh.

Après simplification il advient :

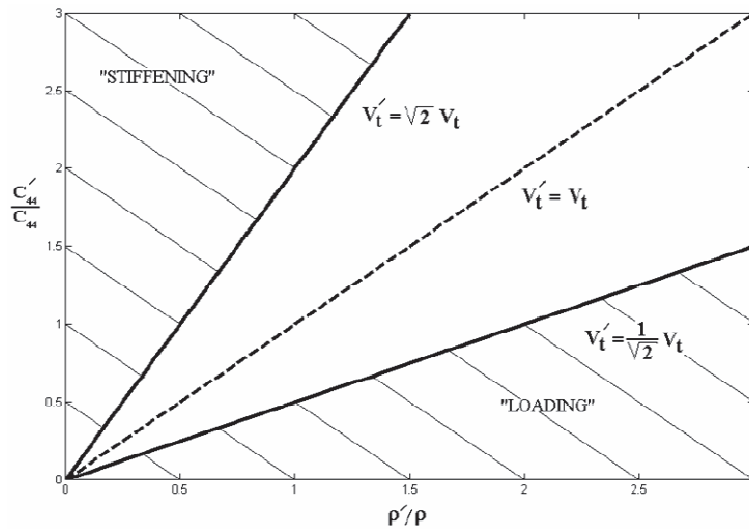
$$\left( \frac{v'_t}{v_t} \right) > \left( \frac{1 - V^2}{1 - V'^2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (\text{Eq 3.9})$$

avec  $V = v_t/v_l$  et  $V' = v'_t/v'_l$ .



Nous remarquons que les limites extrêmes de l'élément de droite de l'équation 3.9 sont  $\sqrt{2}$  et  $1/\sqrt{2}$ .

Sur la figure 3-4 est représentée une manière utile de classer des associations de matériaux en affichant les limites extrêmes de l'équation 3.9 en fonction des vitesses transversales. Le rapport des modules de cisaillement des deux matériaux est reporté sur l'axe des ordonnées et le rapport de leurs densités est placé sur l'axe des abscisses. Ainsi les limites extrêmes sont représentées par les droites  $v'_t = \sqrt{2} \cdot v_t$  et  $v'_t = v_t/\sqrt{2}$ .



*Figure 3-4 : conditions suffisantes pour les cas "stiffening" et "loading" pour les combinaisons de matériaux isotropes [Farnell 71].*

Pour une association couche/substrat se trouvant au-dessus de la première limite ( $v'_t = \sqrt{2} \cdot v_t$ ), la couche est dite "stiffening" car elle "raidit" le substrat. En effet, la présence de la couche augmente la vitesse de l'onde de surface au-delà de celle du substrat alors que dans le cas d'une association couche/substrat se trouvant en dessous de la limite ( $v'_t = v_t/\sqrt{2}$ ), la couche est dite "loading" puisqu'elle "charge" le substrat. Dans ce cas, la vitesse de l'onde de surface sur le substrat seul est diminuée par la présence de la couche.

Enfin, si nous nous trouvons entre les deux limites, il est difficile de prévoir comment sera la pente de la courbe car celle-ci n'est pas strictement monotone.

### 3.2.3 Les différents modes de Rayleigh

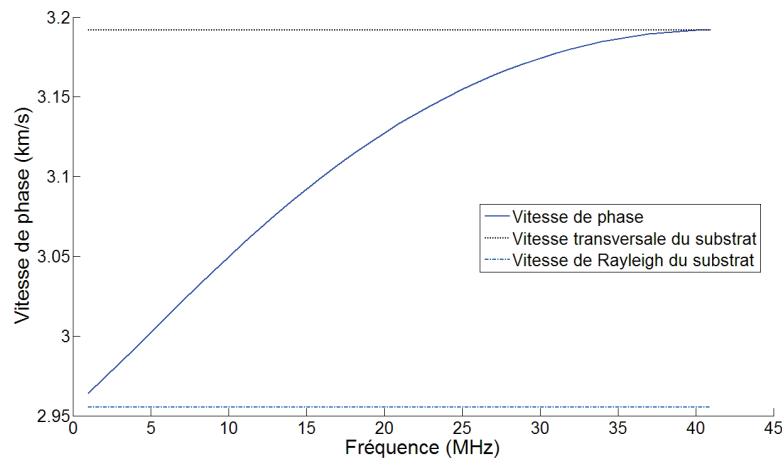
#### 3.2.3.1 Cas "stiffening" : $v'_t > \sqrt{2} v_t$

Pour illustrer ce cas pour lequel on se trouve au dessus de la limite  $v'_t = \sqrt{2} \cdot v_t$ , cas "stiffening", nous avons pris comme combinaison de matériau une couche de silicium d'épaisseur 20  $\mu\text{m}$  déposée sur un substrat d'acier. Les paramètres élastiques des matériaux utilisés sont les suivants :

		Silicium	Acier
Vitesses longitudinale et transversale (m/s)	$V_L$	8382	5859
	$V_T$	4705	3192
Coefficient de Poisson		$\nu = 0,27$	$\nu = 0,29$
Densité (kg/m <sup>3</sup> )		$\rho = 2300$	$\rho = 7800$

*Tableau 3.1 : Paramètres élastiques du silicium et de l'acier*

La combinaison silicium/acier satisfait l'inégalité précédente car le rapport des vitesses transversales est de  $v'_t/v_t = 1,47 > \sqrt{2}$ . Nous pouvons alors prédire la pente de la courbe de dispersion qui est, dans le cas étudié, positive. La courbe des vitesses de phase croît de façon monotone.



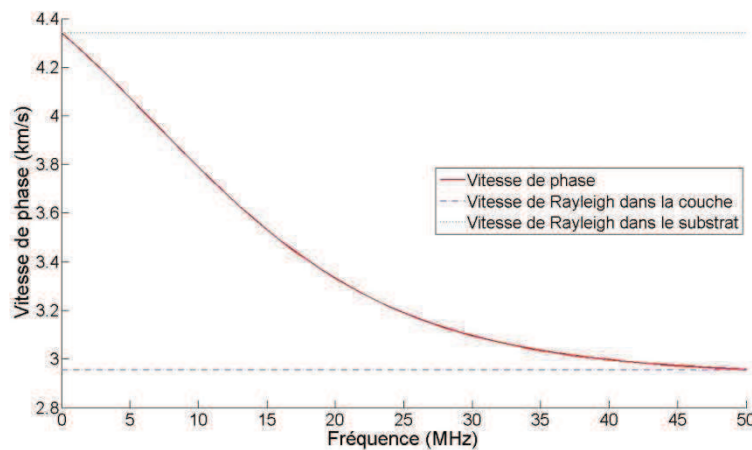
*Figure 3-5 : Vitesse de phase pour une couche de silicium (20 µm) sur un substrat d'acier.*

La figure 3-5 montre l'évolution de la vitesse de phase en fonction de la fréquence. Elle est caractéristique des combinaisons de matériaux respectant le cas « stiffening ». La courbe de dispersion commence à la vitesse de l'onde de Rayleigh du substrat et croît jusqu'à atteindre la vitesse transversale du substrat jusqu'à une certaine fréquence. Pour des fréquences plus grandes, ce mode de propagation n'existe plus. Il faut aussi noter que dans ce cas, un seul mode de Rayleigh peut se propager jusqu'à une certaine fréquence. De plus, la vitesse de phase étant comprise entre la vitesse de l'onde de Rayleigh et la vitesse de l'onde transversale du substrat, la variation de cette vitesse n'est pas très importante. Pour la vitesse de groupe, son évolution suit dans un premier temps celle de la vitesse de phase. A partir d'une certaine fréquence, elle atteint son maximum puis décroît avec la fréquence jusqu'à se confondre avec la vitesse de phase.

### 3.2.3.2 Cas "loading" : $v'_t < v_t/\sqrt{2}$

Lorsque la combinaison couche/substrat se trouve en dessous de la limite  $v'_t = v_t/\sqrt{2}$  la couche "charge" le substrat et la vitesse de phase des modes de type Rayleigh décroît lorsque la fréquence augmente. Nous allons prendre comme exemple le cas d'une couche isotrope d'acier de 20  $\mu\text{m}$  déposée sur un substrat de silicium isotrope. Dans le cas isotrope, la vitesse transversale dans l'acier est de 3192  $\text{m.s}^{-1}$  et celle du silicium est de 4705  $\text{m.s}^{-1}$ , nous respectons ainsi les conditions et limites établies à la figure 3-4.

Pour le premier mode de type Rayleigh dit tout simplement mode de Rayleigh (figure 3-6), la courbe de dispersion possède une pente négative. Pour une fréquence nulle, la vitesse de ce mode est celle de l'onde de Rayleigh du silicium. La courbe représentant les vitesses décroît jusqu'à atteindre asymptotiquement la vitesse de l'onde de Rayleigh relative à l'acier. Ceci s'explique par le fait que plus la fréquence augmente, plus la longueur d'onde devient petite et la propagation de l'énergie élastique de l'onde de surface se concentre essentiellement dans la couche. A fréquence élevée, il n'y a aucune perturbation due à la présence du substrat.

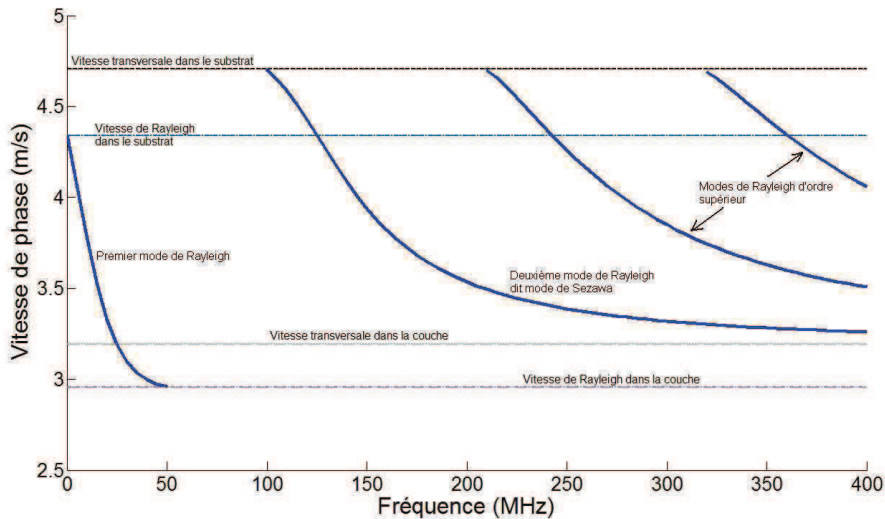


*Figure 3-6 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh dans une couche d'acier (20  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat de silicium.*

Il est assez facile de démontrer que lorsque  $kh \rightarrow \infty$ , les termes contenant  $kh$  deviennent prépondérants et qu'il suffit pour annuler le déterminant d'obtenir des sous déterminants 2x2 composés de ces termes égaux à zéro. On obtient donc [Farnell 71] :

$$(1 - b_{(2)}^2)^2 + 4b_{(2)}b_{(3)} = 0. \quad (\text{Eq 3.10})$$

Cette équation est celle de l'onde de Rayleigh dans la couche.



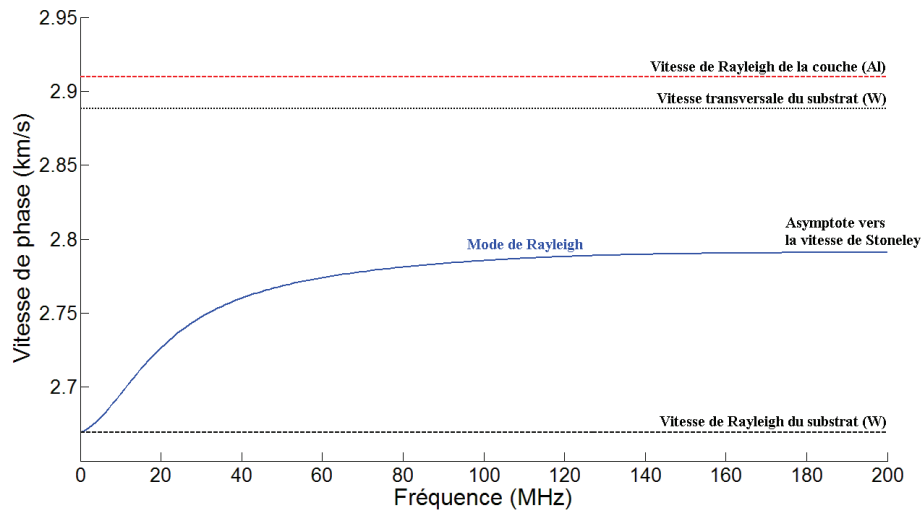
*Figure 3-7 : Vitesse de phase des différents modes de Rayleigh dans une couche d'acier (20  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat de silicium.*

Une autre spécificité du cas  $v_t' < v_t/\sqrt{2}$  est l'existence d'un nombre illimité de modes de type Rayleigh d'ordres supérieurs en plus du premier mode. Lorsque la fréquence augmente, nous voyons apparaître des modes dont le second est appelé mode de Sezawa (figure 3-7) et dont la décroissance suit celle du premier mode de Rayleigh. A la fréquence d'apparition de ces modes, la vitesse de phase est égale à la vitesse de l'onde transversale dans le substrat. D'après les suggestions de Satô [Satô 51] et plus tard de Tolstoy et Usdin [Tolstoy 53], les modes décrits par Sezawa [Sezawa 35] correspondent aux modes symétriques et antisymétriques des modes de plaques dont un côté est chargé par un substrat. Pour le cas étudié où la vitesse de l'onde transversale de la couche est sensiblement inférieure à celle du substrat, tous les modes supérieurs ont une asymptote en haute fréquence égale à la vitesse de l'onde transversale dans la couche contrairement au premier mode dont la courbe de dispersion possède une asymptote égale à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans la couche.

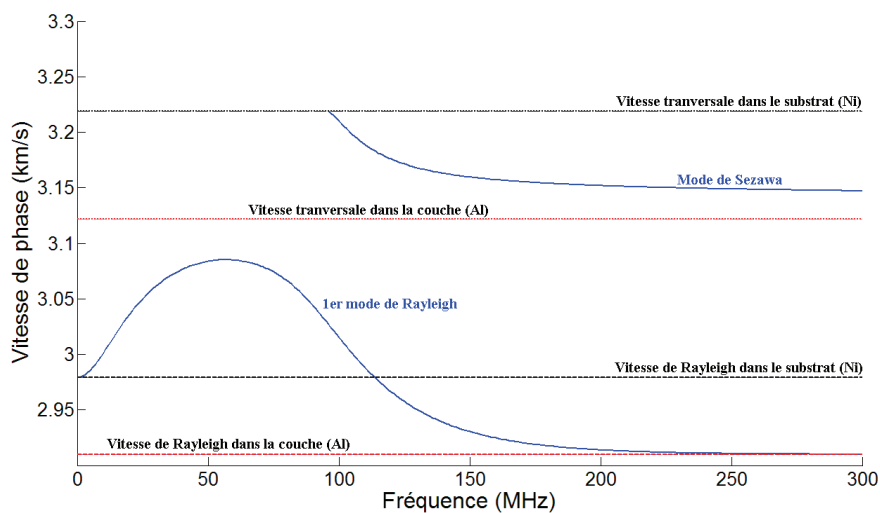
### 3.2.3.3 Cas intermédiaire $v_t' \approx v_t$

Lorsque les conditions précédentes ne sont pas remplies c.à.d. lorsque la vitesse des ondes transversales dans la couche est comprise entre  $1/\sqrt{2}$  et  $\sqrt{2}$  fois celle dans le substrat, nous ne pouvons pas prédire à l'avance la monotonie des courbes de dispersion. Dans le cas particulier où une onde de Stoneley peut se propager, pour les valeurs élevées de la fréquence, au niveau de l'interface séparant les deux solides, les modes de Rayleigh relatifs au cas  $v_t' < v_t$  à l'exception du premier ainsi que l'unique mode de Rayleigh dans le cas  $v_t' > v_t$  présentent tous la même valeur asymptotique en haute fréquence égale à la vitesse de Stoneley. C'est le cas par exemple du couple de matériaux aluminium – tungstène (Figure 3-8). Pour les autres couples de matériaux interdisant l'existence de

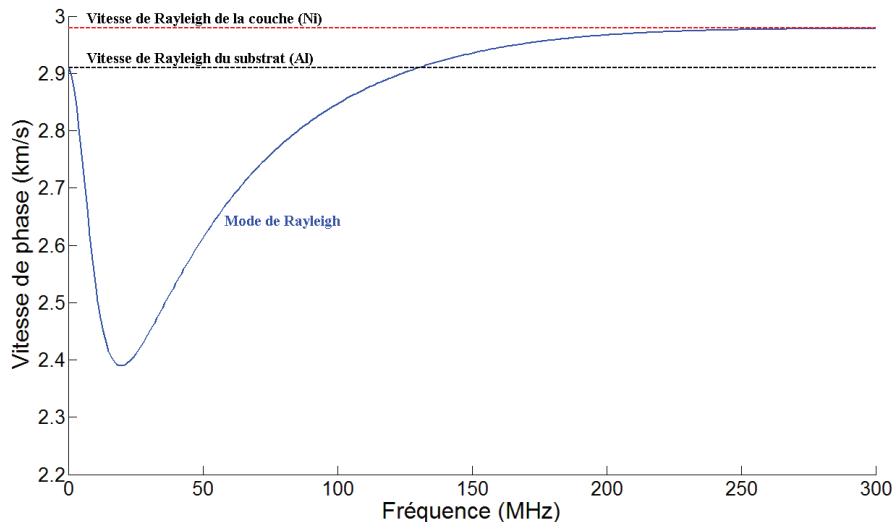
l'onde de Stoneley en hautes fréquences, la vitesse de propagation du premier mode de Rayleigh (dans le cas  $v_t' < v_t$ ) ainsi que celle de l'unique mode de Rayleigh dans le cas  $v_t' > v_t$  ne présentent pas de variation monotone avec la fréquence. Pour une fréquence proche de zéro, la vitesse se rapproche de celle de l'onde de Rayleigh du substrat et tend vers celle de la couche en hautes fréquences. C'est le cas par exemple du couple de matériaux aluminium – nickel (Figure 3-9 et 3-10) [Farnell 71 ; Lemaire 08].



*Figure 3-8 : Vitesse de phase du mode de Rayleigh dans une couche d'aluminium (20  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat de tungstène.*



*Figure 3-9 : Courbes de dispersion relatives à une couche d'aluminium (20  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat de nickel.*



*Figure 3-10 : Courbe de dispersion relative à une couche de nickel (20  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat d'aluminium.*

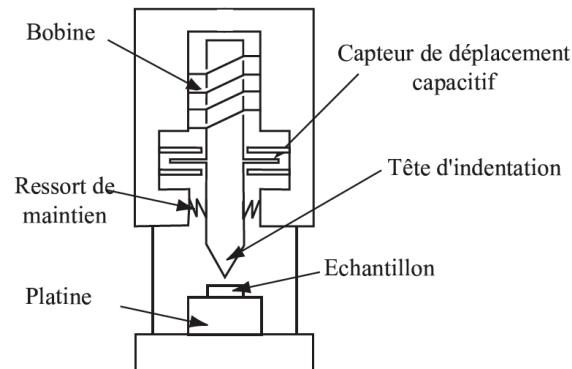
### 3.3 Caractérisation de couches minces déposées sur un substrat

#### 3.3.1 Méthodes de caractérisation classiquement employées

Nous avons vu précédemment que les domaines d'application des couches minces sont nombreux. Dans certains d'entre eux, en microélectronique par exemple, il est souvent nécessaire de connaître les caractéristiques de la couche déposée. L'épaisseur de la couche, ses caractéristiques élastiques, sa masse volumique sont autant de paramètres qu'il est intéressant de déterminer mais que ne peut pas forcément fournir la méthode de fabrication. Le recours à des méthodes de caractérisation des couches minces est alors indispensable. Certaines de ces méthodes, de nature assez différentes, sont présentées par la suite et permettent de remonter à un certain nombre de caractéristiques mais ont également plusieurs limitations. Nous présenterons ici une méthode ultrasonore non destructive alternative qui permet d'avoir des informations précises sur les caractéristiques de la couche et du substrat (épaisseur, constantes élastiques) en tout point d'une surface quelle que soit sa taille. En effet, cette étude a pour objectif de caractériser des couches minces et des matériaux à gradient de contrainte. Pour cela l'utilisation des ondes de surface de type Rayleigh est un choix tout à fait approprié compte-tenu du fait que l'énergie de ces ondes est localisée à la surface. Les épaisseurs des couches des échantillons présentés plus loin dans ce chapitre étant de l'ordre du micron, il est nécessaire de monter en fréquence (quelques dizaines de mégahertz). Afin de couvrir une large gamme de fréquences, l'emploi de différents IDT monochromatiques sera privilégié afin d'obtenir directement et précisément des vitesses de phase de l'onde de Rayleigh. Nous montrerons alors tout l'intérêt de l'utilisation des IDT pour caractériser nos structures.

### 3.3.1.1 La nano-indentation

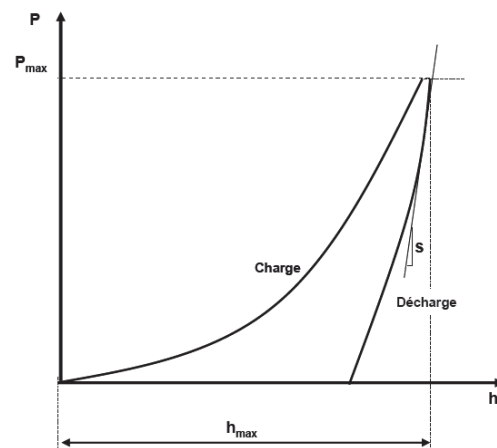
La nano-indentation est une technique d'indentation instrumentée couramment utilisée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux. Elle peut aussi bien être appliquée aux matériaux massifs qu'aux revêtements ou couches minces déposées sur un substrat [Bellan 04 ; Suresh 99]. Le principe de cette méthode est assez simple, comme peut l'illustrer le dispositif de nano-indentation représenté sur la figure 3-11



*Figure 3-11 : Représentation schématique du dispositif expérimental de nanoindentation [Perriot 05]*

Une force est appliquée par induction sur un indenteur, un capteur capacitif permettant de mesurer le déplacement absolu de la tête d'indentation, au bout de laquelle se trouve la pointe d'indentation. Les grandeurs expérimentales utilisées lors des tests de nano-indentation sont la force  $P$  appliquée sur l'indenteur, la pénétration  $\delta$  de la pointe et la raideur du contact  $S$  (dérivée de la force  $P$  par rapport à la pénétration  $\delta$ ). Afin d'obtenir la pénétration  $\delta$  à partir des données de déplacement, la position initiale de la surface de l'échantillon doit être déterminée. Pour ce faire, un seuil en raideur est fixé, qui lorsqu'il est dépassé, indique que la pointe a atteint la surface de l'échantillon. Durant un test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont continuellement mesurés lors d'une phase de charge et d'une phase de décharge. Le résultat est une courbe charge-déplacement telle que celle présentée à la figure 3-12, représentant la force appliquée en fonction de la pénétration de la pointe d'indentation dans la surface de l'échantillon. A la décharge, la force s'annule pour une valeur de pénétration  $h_f$  comprise entre 0 et  $\delta$  : c'est la profondeur de l'indentation laissée dans l'échantillon. Une fois les données expérimentales  $P$ ,  $\delta$  et  $S$  déterminées, les caractéristiques mécaniques de la couche, dont le module de Young dans le cas d'une couche de matériau isotrope, peuvent être déterminées par le biais du module élastique réduit. Il est aussi possible de déterminer la dureté, le fluage d'un matériau, le travail élastique et le travail plastique, ou encore la tenacité. Les méthodes de calculs

utilisées sont nombreuses et plus ou moins empiriques [Oliver 92 ; Roop 02 ; Schwarzer 06] et la pertinence des résultats dépend de nombreux facteurs: type d'indenteur utilisé, type de matériaux, méthodes de calcul, etc. D'autre part, la caractérisation de structures à couche mince n'est pas toujours facile à traiter car les profondeurs de pénétration de l'indenteur peuvent être du même ordre de grandeur que de l'épaisseur de la couche. Enfin, cette technique est malgré tout une technique de caractérisation semi destructive.



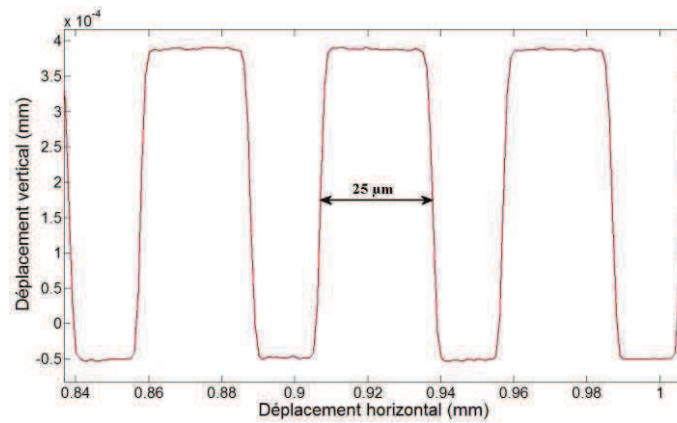
*Figure 3-12 : Courbe force-pénétration d'un essai de nanoindentation sur un cycle complet charge-décharge [Roy 08].*

### 3.3.1.2 Le profilomètre

Le profilomètre permet de mesurer des épaisseurs très simplement et cette technique est assez rapide à mettre en œuvre, c'est pourquoi elle est très souvent utilisée en micro-électronique. Un profilomètre est constitué d'une pointe (diamant) qui se déplace sur la surface de l'échantillon. On mesure le déplacement vertical de la pointe (jusqu'à 1 nm) en fonction de la position de la pointe sur la surface. Ce dispositif permet de mesurer l'épaisseur de couches minces et la rugosité de surface d'un échantillon avec de très bonnes précisions. Toutefois, les estimations d'épaisseurs sont obtenues par des mesures de hauteurs de marche et il n'est donc pas possible de mesurer l'épaisseur d'une couche au centre d'un échantillon à plus d'un centimètre du bord contrairement aux méthodes acoustiques. D'autre part, cette technique ne permet pas d'apporter d'informations sur d'autres propriétés comme le module d'élasticité.

L'appareillage utilisé lors de nos travaux est un profilomètre Alpha-Step IQ. Un exemple de mesure est présenté sur la Figure 3-13.



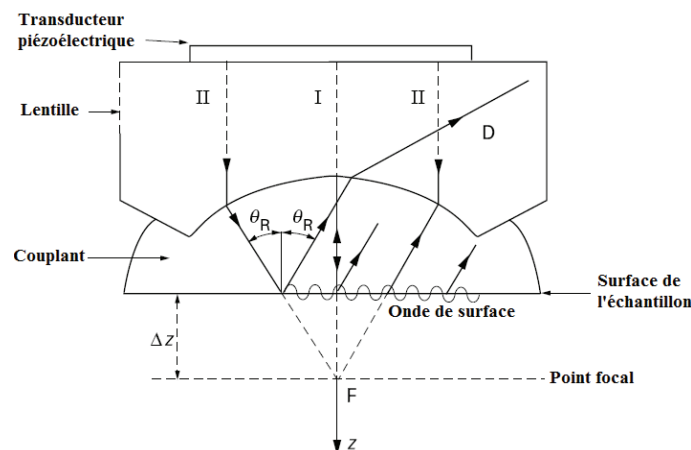


*Figure 3-13 : mesure d'épaisseur des électrodes d'un transducteur interdigité de 40 MHz effectuée par profilométrie*

### 3.3.1.3 Les méthodes ultrasonores

#### - La signature acoustique ou technique $V(z)$ :

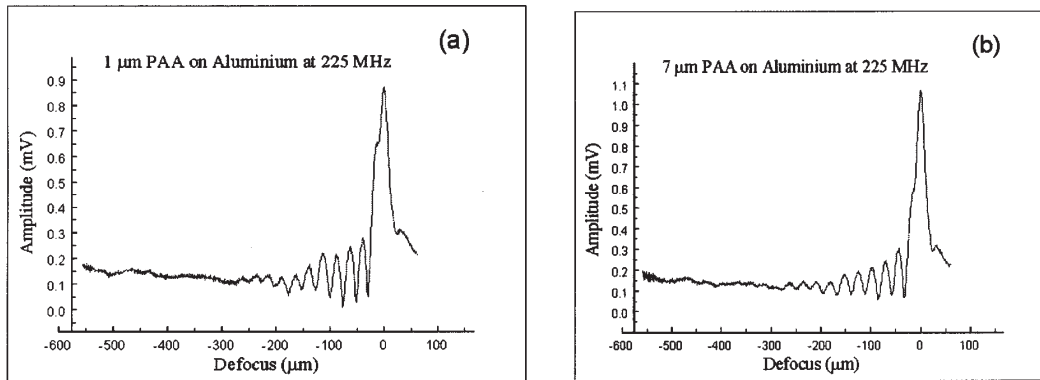
La signature acoustique permet deux approches complémentaires, soit un balayage en  $xy$  de l'échantillon qui constitue le mode imagerie [Clair 99], soit des mesures locales qui donnent des informations quantitatives sur les propriétés mécaniques au moyen d'une méthode acoustique appelée  $V(z)$  [Lematre 02]. C'est cette dernière que nous présentons ci-après.



*Figure 3-14 : Schéma de principe de la méthode  $V(z)$ .*

Comme le montre la figure 3-14, un microscope acoustique, dans son principe de base, est constitué d'un transducteur piézoélectrique et d'une lentille acoustique. Le transducteur permet la génération des ondes acoustiques et la lentille permet leur focalisation en un point de l'échantillon. Un milieu de couplage (en général de l'eau) est nécessaire pour réaliser la transmission des ondes acoustiques entre

la lentille et l'échantillon testé. La méthode  $V(z)$  consiste à enregistrer la tension électrique  $V$  aux bornes du transducteur en fonction de la profondeur de défocalisation  $z$  du faisceau acoustique dans l'échantillon. Le signal  $V(z)$  obtenu, tension de sortie du capteur piézoélectrique dont l'évolution dépend des propriétés élastiques du matériau sondé, s'appelle aussi "signature acoustique du matériau", et rend possible la caractérisation du matériau. Un exemple de courbe  $V(z)$  est donné à la figure 3-15 pour une structure couche sur substrat.



*Figure 3-15 : Exemple de courbes  $V(z)$  pour différentes épaisseur de couche de PAA<sup>2</sup> sur un substrat d'aluminium pour  $f = 225$  MHz (a)  $1\mu\text{m}$  (b)  $7\mu\text{m}$  [Zinin 99]*

La signature acoustique est le résultat de l'interférence due à la différence de marche entre le faisceau réfléchi suivant l'axe de la lentille à la surface de l'échantillon (marqué I sur la figure 3-14) et le faisceau provenant de la réémission de l'onde de surface et réfracté parallèlement à ce même axe (marqué II sur la figure 3-14). Ce signal est composé d'une succession de maxima et de minima lorsque l'échantillon est déplacé suivant l'axe  $z$ . La périodicité de ces oscillations  $\Delta z$  de la courbe donne une information sur la vitesse de l'onde de Rayleigh à partir des équations suivantes :

$$\Delta z = \frac{\lambda_C}{2(1 - \cos \theta_R)}, \tag{Eq 3.11}$$

$$v_R = \frac{v_0}{\sin \theta_R} = \frac{v_0}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{v_0}{2 \cdot f \cdot \Delta z}\right)^2}} \tag{Eq 3.12}$$

où  $\lambda_C$  est la longueur d'onde dans le liquide de couplage,  $\theta_R$  est l'angle de Rayleigh,  $v_0$  est la vitesse de l'onde acoustique dans le couplant  $f$  la fréquence de l'onde et  $v_R$  la vitesse de l'onde de Rayleigh.

<sup>2</sup> PAA : phosphoric acid-anodized (anodisé par l'acide phosphorique)

Connaissant la vitesse de Rayleigh  $v_R$  et la vitesse longitudinale  $v_L$ , nous pouvons déterminer la vitesse transversale  $v_T$  en inversant la relation approximative suivante :

$$v_R = v_T \cdot \frac{0,715 - \left(\frac{v_T}{v_L}\right)^2}{\sqrt{0,75 - \left(\frac{v_T}{v_L}\right)^2}} \quad (\text{Eq 3.13})$$

Sous certaines conditions, nous pouvons obtenir les constantes d'élasticité caractéristiques telles que le module d'Young, le coefficient de Poisson ainsi que les modules de cisaillement et de compressibilité à partir du calcul des vitesses de propagation dans le matériau. Leurs expressions respectives sont les suivantes [Attal] :

Module d'Young :

$$E = \rho v_T^2 \cdot \frac{3v_L^2 - 4v_T^2}{v_L^2 - v_T^2}, \quad (\text{Eq 3.14})$$

Module de cisaillement :

$$G = \rho v_T^2, \quad (\text{Eq 3.15})$$

Module de compressibilité :

$$K = \frac{\rho}{3} \cdot (3v_L^2 - 4v_T^2), \quad (\text{Eq 3.16})$$

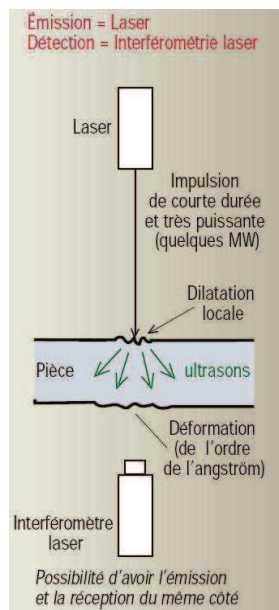
Coefficient de Poisson :

$$\sigma = \frac{v_L^2 - 2v_T^2}{2(v_L^2 - v_T^2)}. \quad (\text{Eq 3.17})$$

L'avantage de la signature acoustique réside dans la possibilité de cartographier les coefficients élastiques là où la nano-indentation ne délivre les mesures qu'en un nombre limité de points. Toutefois, cette méthode nécessite de travailler dans l'eau.

#### - Méthode Ultrasons-laser :

Les méthodes usuelles de contrôle non destructif par ultrasons nécessitent soit un contact mécanique avec un ou plusieurs capteurs piézoélectriques soit l'immersion de la pièce à inspecter. La pièce est donc recouverte de gel, immergée dans une cuve remplie d'eau ou encore aspergée par un jet d'eau jouant le rôle de couplant. L'intérêt de la méthode Ultrasons-laser pour engendrer les ondes élastiques à la surface du matériau et un interféromètre pour les détecter réside dans le fait de travailler sans contact direct avec la structure analysée et sans utilisation de milieu de couplage (Figure 3-16). Cette possibilité est particulièrement attractive dans le cas où il s'agit d'inspecter des pièces à haute température et/ou à géométrie complexe. Par ailleurs, cette technique est une technique large bande qui permet la génération d'ondes de différentes natures aussi bien les ondes de volume que les ondes de surface et guidées. La caractérisation de structures de type couche sur substrat, mais également la détection de défauts de surface ou situés sous la surface, peuvent être effectuées grâce à cette méthode.



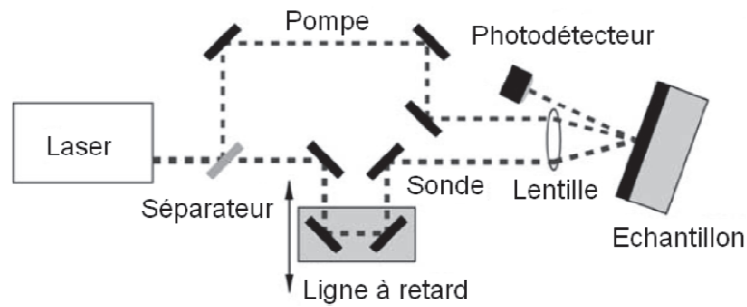
Afin de générer les ultrasons, l'impulsion laser doit être de courte durée et d'énergie assez élevée. Le choix de la longueur d'onde du laser dépend de l'absorption du matériau à la fréquence considérée, c'est-à-dire qu'il est nécessaire d'adapter la longueur d'onde optique afin d'avoir une absorption du matériau propice à la génération des ondes. Ces dernières années, plusieurs travaux ont démontré la pertinence de cette méthode pour la caractérisation de films minces [Lemaire 08 ; Lefèvre 10]. Cependant en fonction de la nature des matériaux, l'aptitude de cette technique de génération varie en fonction de la profondeur de pénétration des radiations lumineuses et/ou de la fragilité des couches analysées. En particulier, il est possible de rencontrer certaines difficultés avec cette méthode pour l'étude de matériaux transparents tels que le verre.

◀ *Figure 3-16 : Méthode de contrôle sans contact par Ultrasons-laser [Zani 01]*

#### - Méthode Pompe-sonde :

Parmi les premières méthodes habituellement mises en œuvre pour caractériser les couches minces, nous avons la méthode dite pompe-sonde [Abramczyk 05, Bonello 97, Profunser 04]. Avec cette technique, l'excitation des ondes acoustiques de volume se fait par le biais d'une impulsion laser de très courte durée appelée "pompe". Les ondes acoustiques sont générées directement dans la couche mince, avec des longueurs d'onde très inférieures à l'épaisseur de couche. Une partie de ces ondes est réfléchiée à l'interface couche-substrat pour ensuite être détectée à la surface de l'échantillon par une seconde impulsion laser, appelée "sonde", moins énergétique que la première. Le retard induit entre le faisceau pompe et le faisceau sonde permet de déterminer le temps de vol des ondes de volume à travers l'épaisseur de la couche, et donc de remonter à certaines caractéristiques de cette dernière.

Le schéma de principe de cette méthode est présenté à la figure 3-17. En pratique, les faisceaux pompe et sonde proviennent d'une même impulsion laser. Un cube séparateur est utilisé afin de séparer en deux parties le faisceau d'origine. Afin d'obtenir des impulsions de très courte durée, l'utilisation de lasers femtosecondes est souvent privilégiée. Le faisceau pompe est rapidement focalisé sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une lentille, alors que le faisceau sonde passe par une ligne à retard, en général composée de tables de déplacement. De cette manière, le retard appliqué au faisceau sonde est totalement maîtrisé. L'intensité du faisceau sonde réfléchi est finalement mesurée par un photodétecteur, pour différentes valeurs de retard entre les faisceaux pompe et sonde.

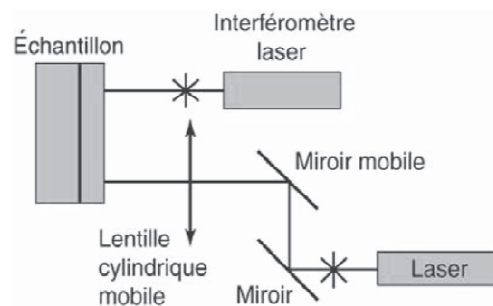


*Figure 3-17 : Schéma du principe de la méthode Pompe-Sonde  
[Profunser 04]*

Cette méthode est très efficace pour des durées de mesure courtes, mais les durées d'acquisition et la complexité de la mesure augmentent considérablement pour des temps plus longs. Elle a l'avantage d'être sans contact et non destructrice, mais nécessite la connaissance préalable de certaines caractéristiques de la structure étudiée, comme la vitesse des ondes longitudinales dans le matériau de la couche par exemple. De plus, la mise en œuvre d'un laser impulsionnel femtoseconde n'est pas toujours aisée dans certains cas, en termes de coût et d'encombrement notamment.

- Méthode pulse-echo :

Cette méthode nécessite l'utilisation de deux lasers [Lefèvre 10]. Le premier est un laser impulsionnel qui, une fois focalisé sur la surface de l'échantillon, permet, suite à l'irradiation de ce dernier, d'exciter les ondes acoustiques. Le second laser est en général un laser continu intégré dans un système d'interférométrie. Il permet la détection du passage d'ondes acoustiques au point de la surface de l'échantillon où il est focalisé. Le principe de cette détection repose le plus souvent sur la mesure du déplacement normal de la surface de l'échantillon au passage de l'onde. La figure 3-18, donne le schéma de principe de cette méthode.



*Figure 3-18 : Schéma de principe de la méthode Pulse-Echo [Lefèvre 10]*

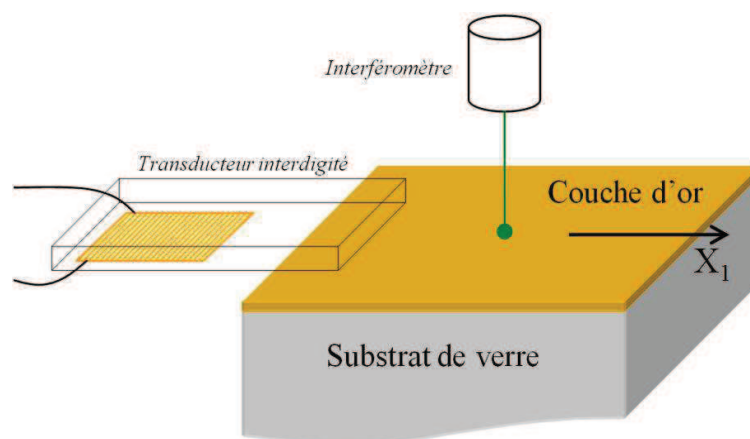
### 3.3.2 Caractérisation de couches déposées sur substrat de verre par ondes de surface HF générées par IDT

Nous présentons dans ce paragraphe le dispositif expérimental qui nous a permis de mesurer les vitesses de propagation des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh sur les structures de type couche sur substrat ainsi que la méthode d'inversion grâce à laquelle nous avons pu déterminer leurs paramètres élastiques.

Deux échantillons ont été étudiés. Ce sont deux substrats de verre sur lesquelles nous avons déposé par évaporation une couche mince d'or de 500 nm pour le premier et 1  $\mu\text{m}$  pour le deuxième.

#### 3.3.2.1 Protocole expérimental

Les ondes acoustiques de surface de type Rayleigh sont générées à l'aide d'un transducteur interdigité placé et maintenu sur l'échantillon étudié. La surface en contact avec l'échantillon est celle sur laquelle ont été déposées les électrodes du transducteur. Le schéma du montage est présenté à la figure 3-19. La réception des ondes est effectuée à l'aide d'un interféromètre laser constitué de la sonde interférométrique hétérodyne SH-140. Un laser Nd:YAG continu, doublé en fréquence (longueur d'onde de 532 nm) et de puissance 100 mW y est intégré. Cette sonde qui n'est sensible qu'au déplacement normal à la surface de l'échantillon, présente une bande passante de 200 kHz à 45 MHz, et une sensibilité 10 mV/Å.



*Figure 3.19 : Génération des ondes acoustiques de surface avec un transducteur interdigité et détection à l'aide d'un interféromètre laser.*

L'acquisition des signaux s'effectue à l'aide d'un oscilloscope Lecroy 6050A dont la fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz. Le dispositif de réception est fixe. Seul l'ensemble IDT/échantillon

est rendu mobile grâce à des tables de déplacement (3 translations possibles) ; de cette manière, il n'y a pas de variation d'épaisseur de couplant durant les mesures.

Un ordinateur permet d'automatiser le déplacement des tables ainsi que l'acquisition des signaux. La distance entre l'IDT et la réception interférométrique est incrémentée de 500  $\mu\text{m}$  sur une distance totale de 5 mm, ce qui donne 10 mesures possibles de temps de vol.

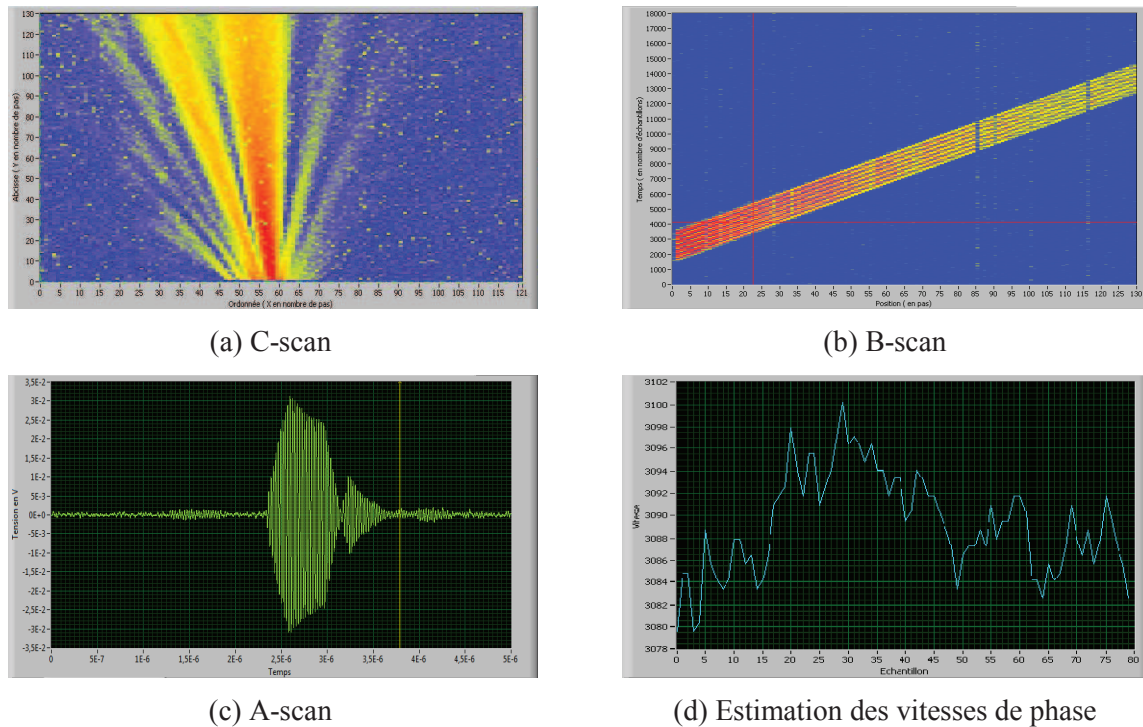
Afin de générer l'onde de surface par l'IDT, nous envoyons aux bornes du transducteur un train d'onde de fréquence égale à la fréquence de synchronisme de l'IDT. Ce signal comporte un nombre suffisant de sinusoïdes de sorte que l'IDT génère une onde de surface quasi-monochromatique.

L'onde de surface générée par l'IDT se propage à la surface de la plaque piézoélectrique en niobate de lithium perpendiculairement aux doigts des électrodes. Au niveau de la zone où la lame piézoélectrique et l'échantillon sont en contact, l'onde de surface est transmise dans la couche d'or et se propage ensuite dans l'échantillon. Afin de transmettre le maximum d'énergie acoustique dans l'échantillon, le couplage mécanique est réalisé avec un pétrole désaromatisé au niveau de la surface de contact entre l'IDT et l'échantillon. Sa bonne mouillabilité permet d'obtenir une couche relativement fine. De plus, c'est un liquide qui s'évapore lentement, ce qui nous a permis d'effectuer plusieurs séries de mesures à différents points de détection sur l'échantillon tout en gardant le même couplant. Grâce à la qualité du couplage, les signaux réceptionnés à l'oscilloscope présentent un bon rapport signal sur bruit.

L'automatisation des déplacements ainsi que l'acquisition des signaux ont été permises grâce à l'utilisation d'un programme développé sous LabVIEW<sup>®</sup>. A chaque déplacement, l'oscilloscope réceptionne le signal qui est ensuite enregistré dans l'ordinateur. Il est possible d'effectuer un C-scan c'est-à-dire de faire une cartographie bidimensionnelle d'un paramètre affiché selon un code couleur comme le montre la figure 3-20(a). Chaque carré de couleur représente un paramètre choisi sur un A-scan telle que l'amplitude maximale. Il est possible ensuite de choisir une ligne sur le C-scan c'est-à-dire une ligne de déplacements suivant  $X_I$  (direction perpendiculaire aux doigts de l'IDT) et ainsi visualiser le B-scan (figure 3-20(b)). A chaque point d'un C-scan et B-scan, il est également possible d'extraire les signaux A-scan de façon individuelle (figure 3-20(c)) ainsi que leurs contenus spectraux.

Un des avantages de notre système de mesures est que, pour un même IDT, le couplage étant le même à chaque série de mesures, celles-ci sont reproductibles. Nous obtenons dès lors plusieurs B-scan et pouvons en tirer une estimation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique de surface par intercorrélation (figure 3-20(d)).





*Figure 3-20 : Système de cartographie utilisant l'interférométrie laser*

Chaque B-scan est composé de plusieurs A-scans, et en mesurant la différence de temps de vol  $\Delta d$  entre deux échos causée par le déplacement  $\Delta t$  de l'échantillon vis-à-vis de l'interféromètre, nous pouvons calculer la vitesse  $V_\varphi$  de l'onde de surface ( $V_\varphi = \Delta d / \Delta t$ ).

Afin de quantifier la précision sur les mesures de la vitesse de phase, deux sources d'erreur peuvent-être prises en considération :

- la précision sur le déplacement lié aux tables de déplacement micrométriques ainsi qu'au pas du déplacement,
- la précision sur les mesures de vitesse en elles-mêmes liée à la méthode d'intercorrélacion qui dépend de l'échantillonnage de l'oscilloscope et du temps de vol entre deux échos mais encore de la qualité du signal reçu, c'est-à-dire du rapport signal sur bruit, de la similarité de forme entre chaque A-scan et, pour l'interféromètre laser, de la qualité de réflexion à chaque point de mesure.

La répétabilité des mesures est principalement liée à la qualité du couplage entre l'IDT et l'échantillon. Nous avons donc cherché à modéliser par éléments finis notre système "IDT/Echantillon" afin d'observer le comportement de l'onde acoustique lors de transmission l'énergie acoustique vers l'échantillon.



### 3.3.2.2 Modélisation de la transmission de l'onde surface par éléments finis

Après avoir modélisé la génération de l'onde de surface par l'IDT au § 2.3.1, nous avons modélisé la transmission d'énergie acoustique sur l'échantillon à caractériser. L'échantillon est composé d'une couche d'or sur un substrat de verre. Bien évidemment, pour limiter le maillage et le temps de calcul les dimensions de la lame piézoélectrique et de l'échantillon de verre sont limitées. Afin d'éviter toutes les perturbations liées aux réflexions multiples sur les frontières qui limitent les éléments, des milieux absorbants ont été ajoutés. D'autre part, afin de réduire les temps de calcul, le maillage a été plus particulièrement affiné dans les zones où l'onde de surface se propage, c'est-à-dire sur une longueur correspondant à deux longueurs d'onde de l'onde de surface. Nous avons bien évidemment vérifié que cela ne perturbait pas la propagation de l'onde (Figure 3-21).

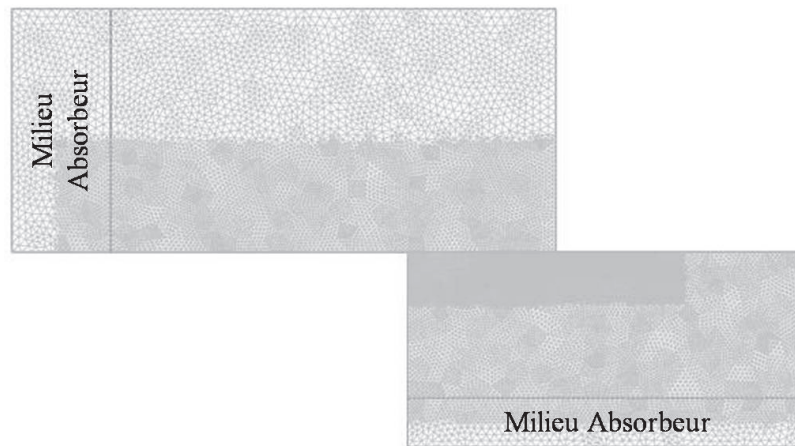


Figure 3-21 : Représentation du maillage utilisé pour notre modélisation

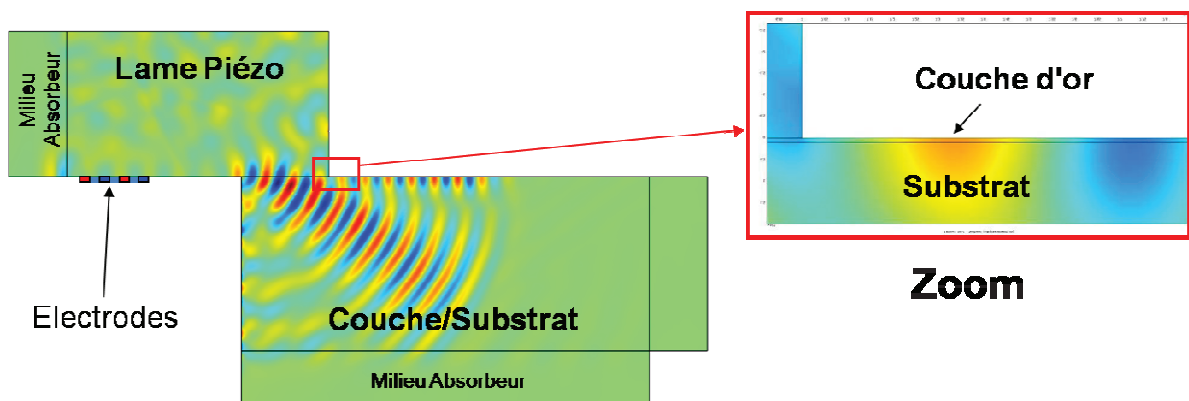
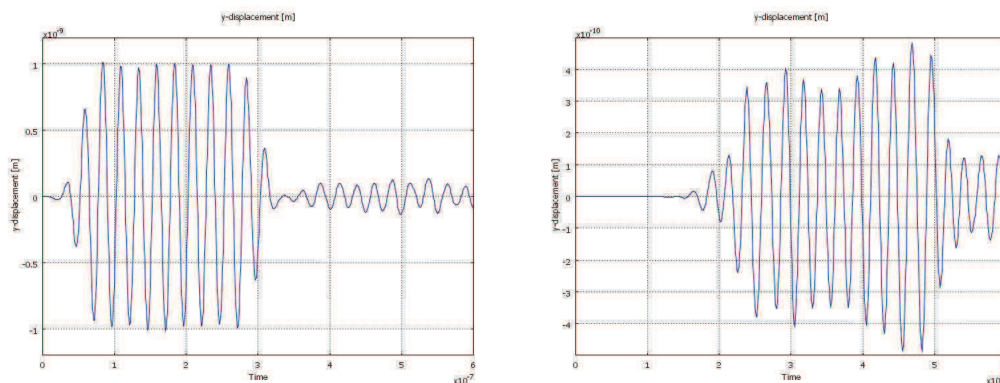


Figure 3-22 : Modélisation de la Transmission de l'énergie acoustique sur l'échantillon par conversion

Sur la figure 3-22, nous pouvons observer que l'absorbeur placé à l'extrémité gauche de la plaque piézoélectrique absorbe complètement l'onde de surface se propageant vers l'arrière du capteur. L'onde de surface qui se propage devant les électrodes se divise principalement en deux parties distinctes au contact de l'échantillon. Une partie de l'énergie est convertie en onde de volume (onde transversale) qui se propage dans le substrat de verre avec un angle d'environ  $25^\circ$  par rapport à la surface de l'échantillon. Le reste de l'énergie est convertie en une onde de surface. Bien évidemment, compte-tenu des fréquences des ondes (ici 40 MHz dans l'exemple présenté sur la figure 3-22) la longueur d'onde de l'onde de surface est de l'ordre de  $100\ \mu\text{m}$  et nous pouvons clairement constater que les déplacements engendrés par l'onde de surface sont à la fois présents dans la couche d'or d' $1\ \mu\text{m}$  d'épaisseur et dans le verre à proximité de la surface. Sur la figure 3-23, nous avons reporté les déplacements normaux des ondes de surface se propageant respectivement à la surface de la lame piézoélectrique de l'IDT et de la structure couche sur substrat.

L'allure générale des déplacements sur l'échantillon est très proche de celle observée sur la lame piézoélectrique. D'autre part, la fréquence de l'onde de surface imposée par les électrodes de l'IDT est conservée au passage de la lame vers le substrat. Par contre, l'amplitude des déplacements de l'onde se propageant sur la structure est moins importante et l'atténuation est de l'ordre de 50%. L'amplitude des déplacements sur la structure or/verre reste donc tout à fait suffisante et compatible avec la détection interférométrique.



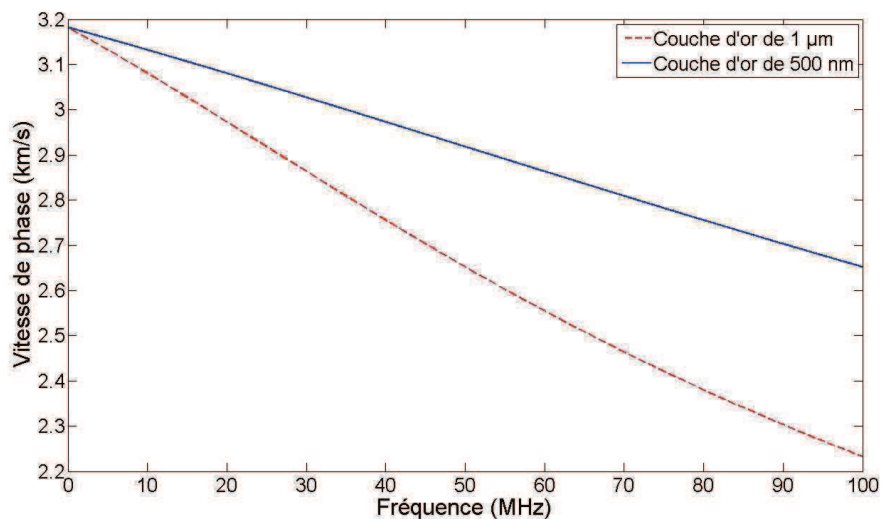
*Figure 3-23 : Visualisation du déplacement normal de l'onde de surface  
(a) sur la plaque piézoélectrique et (b) sur l'échantillon*

### 3.3.2.3 Dispersion du mode de Rayleigh sur les structures or/verre

Dans le cadre de cette étude, deux échantillons de type couche sur substrat ont été réalisés. Nous avons pris pour substrat une plaque de verre de 5,8 mm sur lequel nous avons déposé par évaporation une couche d'or de  $1\ \mu\text{m}$  pour le premier échantillon et  $500\ \text{nm}$  pour le second. Compte tenu de la gamme

de fréquences des ondes de surface que nous avons employée, les substrats de verre ont pu être considérés comme semi-infini.

Les courbes de dispersions théoriques ont été tracées pour nos deux échantillons en considérant l'or et le verre comme isotropes (figure 3-24) ; les paramètres élastiques de chacun d'eux ont été reportés dans le tableau 3-2.



*Figure 3-24 : Vitesses de phase du premier mode de Rayleigh pour une couche d'or de 1 μm et de 0,5 nm sur substrat de verre.*

	Couche d'or	Substrat de verre
Masse volumique $\rho$ (g.cm-3)	19,3	2,498
Vitesse longitudinale (m.s-1)	3212	5852
Vitesse transversale (m.s-1)	1193	3475
Vitesse de l'onde de Rayleigh (m.s-1)	1127	3182

*Tableau 3-2 : Caractéristiques de la couche d'or et du substrat considérés comme isotropes*

Compte tenu des caractéristiques de l'or, nous sommes dans le cas d'une combinaison couche/substrat se trouvant en dessous de la limite  $v_t' = v_t/\sqrt{2}$  (§3.2.3.2) c'est-à-dire dans le cas où la vitesse transversale du verre est supérieure à celle de la couche d'or. La couche est alors dite "loading" car elle charge le substrat. Dans ce cas la vitesse de l'onde de surface se propageant dans le substrat seul

est diminuée par la présence de la couche. En d'autres termes, plus la fréquence augmente, plus la longueur d'onde diminue et plus l'énergie de l'onde de surface est confinée essentiellement dans la couche.

Un des points essentiels dans notre analyse est, compte-tenu de la dispersion, d'avoir une variation de vitesse de plusieurs centaines de mètres par seconde sur la plage de fréquences que nous avons envisagée allant de 5 à 40 MHz. C'est précisément en exploitant cette variation importante de vitesse que nous allons obtenir, par inversion, des précisions importantes sur les caractéristiques de la couche et du substrat. En contrepartie, nous devons réaliser des mesures de vitesses sur une grande plage de fréquences, d'où le recours à plusieurs capteurs interdigités.

### 3.3.2.4 Résultats expérimentaux

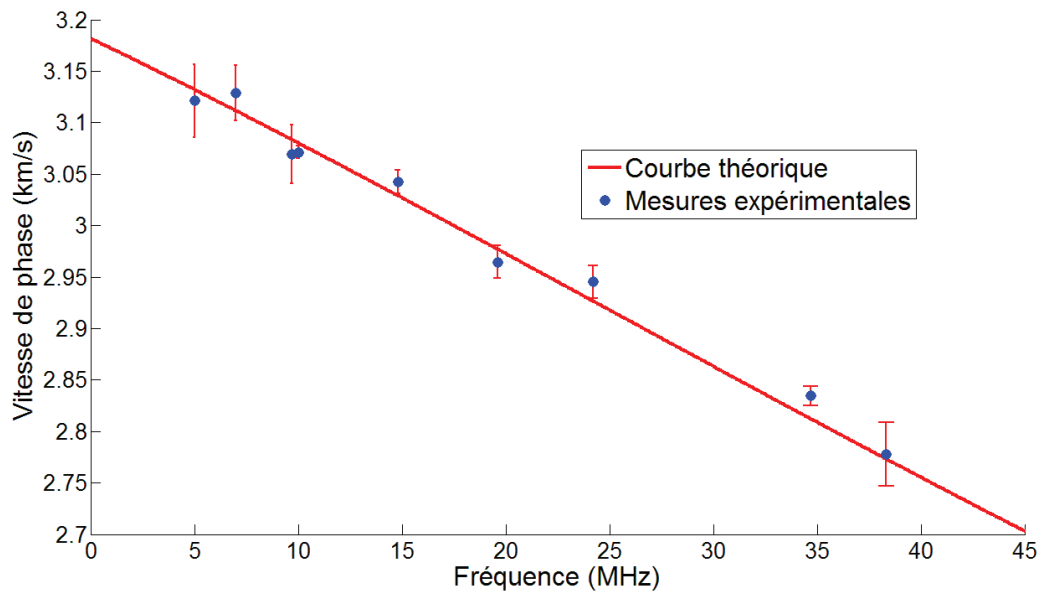
Afin d'obtenir une caractérisation des couches, il a donc fallu développer toute une série de transducteurs interdigités afin de générer des ondes acoustiques de surface sur une large bande de fréquences et en second lieu employer une méthode de traitement du signal adéquate afin d'obtenir des estimations précises des vitesses de propagation des ondes de surface. Car c'est à partir de cette estimation des vitesses de phase que nous remonterons aux différentes caractéristiques recherchées. En général, lorsque l'on est en présence d'une dispersion du premier mode Rayleigh, la détermination des vitesses de phase est obtenue expérimentalement à partir des vitesses de groupe. Ces dernières sont obtenues directement à partir des signaux temporels ou, de façon indirecte, en passant par exemple par une transformée en ondelettes appliquée sur des signaux correspondant à différentes distances de propagation. Ces vitesses de groupe peuvent également être obtenues en passant par la transformée de Fourier rapide à deux dimensions appliquée sur les signaux temporels enregistrés à des distances uniformément espacées. Une des difficultés dans l'utilisation de ces méthodes est d'obtenir ensuite des estimations précises des vitesses de phase car cela implique un nombre important de mesures et une utilisation très rigoureuse de la méthode de traitement du signal employée, demandant indubitablement beaucoup de temps en termes de mesures et de calculs.

Afin de s'affranchir de toutes ces difficultés, nous avons choisi de travailler avec des IDT à bande étroite, ce qui nous a permis de générer des ondes de surfaces quasi-monochromatiques et de cette manière, d'avoir la possibilité de mesurer directement les vitesses de phase et avec précision en utilisant des techniques telles que la méthode d'intercorrélation.

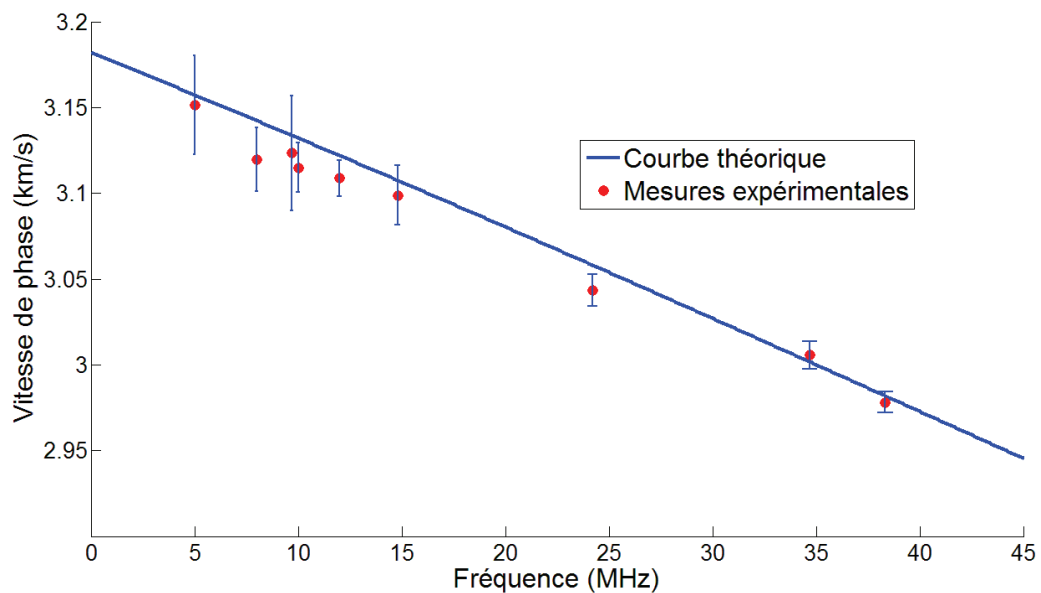
Les figures 3-25 et 3-26 représentent les mesures de vitesses expérimentales obtenues sur les deux échantillons respectivement constitués d'un substrat de verre sur lequel est déposé une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  et de 500 nm. Pour chaque fréquence utilisée, 20 vitesses ont été mesurées puis la moyenne et

l'écart-type calculés. Sur ces figures sont donc reportées les moyennes de vitesses de phase avec une dispersion sur les valeurs de plus ou moins l'écart-type représentée par des barres d'erreur.

Une fois les valeurs expérimentales acquises, il s'agit en appliquant une méthode d'inversion de remonter jusqu'aux paramètres élastiques de nos échantillons.



*Figure 3-25 : Courbe de dispersion théorique et mesures expérimentales de la vitesse de phase sur le premier échantillon (1  $\mu\text{m}$  d'or)*



*Figure 3-26 : Courbe de dispersion théorique et mesures expérimentales de la vitesse de phase sur le deuxième échantillon (500 nm d'or)*

### 3.3.2.5 Méthode d'inversion

Comme nous l'avons vu, dans le cas de structure de type couche sur substrat, les vitesses de phase sont directement liées aux propriétés élastiques et à la densité des deux matériaux (couche et substrat) ainsi qu'à l'épaisseur de la couche. Ces vitesses peuvent être calculées théoriquement (Figure 3-24). Dans notre cas, les densités sont connues avec précision (Tableau 3-2) mais l'estimation des propriétés élastiques ainsi que l'épaisseur de la couche à partir des mesures expérimentales de vitesses consiste en la résolution du problème inverse. La méthode d'inversion est utilisée afin de rechercher la combinaison de coefficients élastiques (couche et substrat) et d'épaisseur qui permettent d'obtenir les vitesses de propagation théoriques les plus proches possibles de celles mesurées expérimentalement. En définitive, cette méthode d'optimisation sélectionne la meilleure combinaison (coefficients élastiques et épaisseur) qui nous donne les vitesses théoriques les plus proches de celles mesurées.

En premier lieu, le calcul théorique à partir des valeurs des coefficients élastiques tirés de la littérature (Tableau 3-2), nous apporte une première approximation des vitesses de phase. Une première série de valeurs théoriques des vitesses de phases  $V_{th}$  a été calculée aux différentes fréquences de mesures. Ensuite, une routine de minimisation au sens des moindres carrés a été effectuée pour ajuster l'ensemble des paramètres recherchés de manière à ce que les vitesses théoriques soient les plus proches possibles des vitesses mesurées. L'algorithme de minimisation utilisé cherche à maximiser le coefficient de détermination défini par :

$$R^2 = 1 - \frac{SS_{err}}{SS_{tot}} \quad (\text{Eq 3.18})$$

Où  $SS_{tot}$  est la somme totale des carrés des écarts qui est proportionnelle à la variance de l'échantillon ( $SS_{tot} = \sum_i (V_{exp} - \overline{V_{exp}})^2$ ),  $SS_{err}$  est la somme des carrés des résidus appelée somme résiduelle des carrés ( $SS_{err} = \sum_i (V_{exp} - V_{th})^2$ ),  $\overline{V_{exp}}$  représente la valeur moyenne des vitesses mesurées. Les valeurs  $V_{exp}$  correspondent aux valeurs de vitesses mesurées et  $V_{th}$  aux valeurs de vitesses prédites.

Pour la résolution des problèmes des moindres carrés non linéaires, plusieurs algorithmes de minimisation peuvent être utilisés tels que la méthode du gradient [Arfken 85 ; Rayden 97], l'algorithme Gauss-Newton [Deuflhard 04 ; Burke 95], l'algorithme Livenberg-Marquardt [Levenberg 44 ; Marquardt 63 ; More 77 ; Deneuille 09], et l'algorithme du simplexe [Nelder 65]. Dans notre cas, cette minimisation est basée sur la dichotomie. De manière itérative, plusieurs épaisseurs et paires de coefficients élastiques ont été testées avec une boucle de minimisation développée sous MATLAB®. A partir d'un intervalle initial borné, dans lequel il est certain d'y trouver un minimum, le balayage de l'intervalle par différents petits pas constants permet de réduire progressivement la largeur

de l'intervalle borné jusqu'à ce que le seuil de convergence souhaitée soit atteint ; c'est-à-dire que la largeur de l'intervalle soit suffisamment petit avec une tolérance voulue. Pour résoudre ce problème inverse, une vingtaine de vitesses ont été mesurées entre 5 et 45 MHz. Comme le nombre de vitesses sélectionnées était plus élevé que le nombre d'inconnues à déterminer, le problème à résoudre était surdéterminé augmentant ainsi la fiabilité de la procédure.

### 3.3.2.6 Détermination des propriétés de la couche et du substrat

Notre inversion a été testée sur les deux échantillons : deux substrats de verre, le premier recouvert d'une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  et le second d'une couche d'or de 500 nm. Nous rappelons ici que ces deux matériaux sont considérés comme isotropes et que leur densité est connue. Toutefois, cinq paramètres à déterminer influencent les courbes de dispersion. L'épaisseur de couche possède l'impact le plus fort sur ces courbes, puis intervient le module d'élasticité du substrat de verre, le coefficient de Poisson du verre et enfin le module d'Young de la couche d'or et son coefficient de Poisson. Sous ces conditions, l'algorithme de minimisation a été testé au départ sur l'épaisseur de la couche.

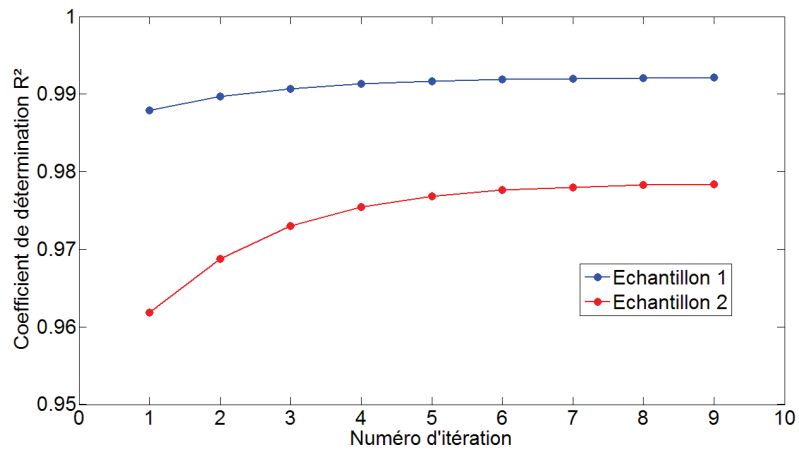
Les épaisseurs de couche initiales ont été fixées à  $e_1 = 1 \mu\text{m}$  pour l'échantillon 1 et  $e_2 = 500 \text{ nm}$  pour l'échantillon 2. Ce sont des valeurs initiales données au départ pour la réalisation de dépôts mais dans la pratique elles sont obtenues avec une certaine incertitude selon la technique de dépôt utilisée (par évaporation sous vide dans notre cas). Après plusieurs itérations, les coefficients de détermination  $R^2$  relatifs aux échantillons 1 et 2 convergent respectivement vers les valeurs maximales suivantes : 0,988 et 0,962, respectivement. Ces premiers résultats sont cohérents avec des estimations d'épaisseur de couche d'or de 985 nm pour le premier échantillon et de 515 nm pour le second.

A partir de ces nouvelles valeurs d'épaisseurs, une deuxième étape de minimisation a été effectuée sur le second paramètre influençant le plus la vitesse de propagation de l'onde de surface, c'est-à-dire le module d'élasticité du verre. Après cette deuxième étape, les résultats relatifs aux deux échantillons convergent vers la même valeur :  $E = 73,85 \text{ GPa}$ , ce qui conforte la pertinence de la méthode (mesures et inversion) puisque les substrats des deux échantillons sont issus de la même plaque de verre. Cette étape a de plus amélioré le  $R^2$ , respectivement à 0,990 et 0,969.

Ces routines de minimisation ont été de nouveau réalisées successivement sur l'épaisseur et sur le module d'élasticité du verre puis sur les autres paramètres (module d'élasticité de l'or et les coefficients de Poisson) jusqu'à convergence du  $R^2$  vers une valeur maximale. Finalement, ces valeurs de  $R^2$  sont tout à fait satisfaisantes avec 0,992 pour l'échantillon 1 et 0,978 pour l'échantillon 2 (Figure 3-27). Les valeurs d'épaisseurs obtenues au final sont respectivement 944 nm et 476 nm. Quant aux autres paramètres, les optimisations conduisent aux mêmes valeurs pour les deux échantillons. Le

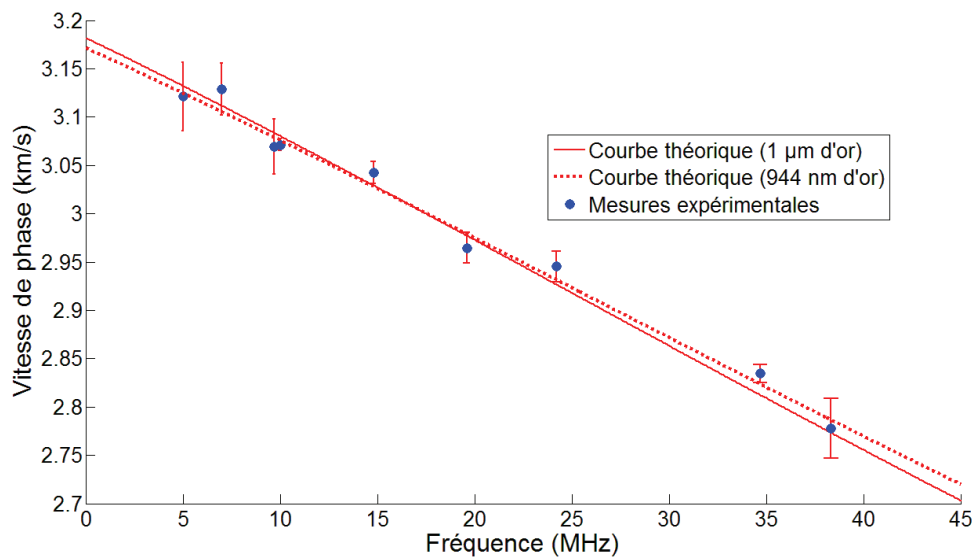


module d'élasticité du verre a été estimé à 73,6 GPa et celui de l'or à 78 GPa. Les coefficients de Poisson obtenus sont 0,227 pour le verre et 0,42 pour l'or.



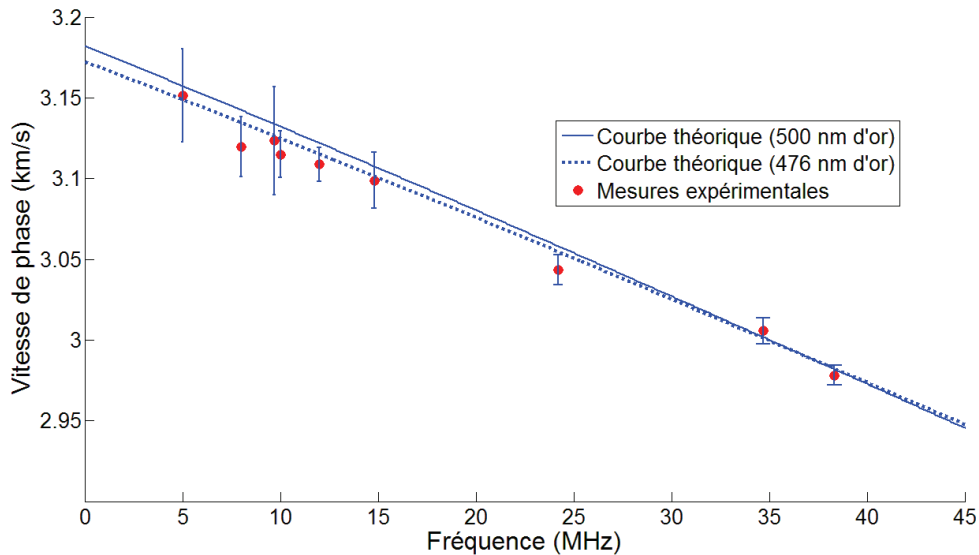
*Figure 3-27 : Résultats obtenus sur le  $R^2$  avec une algorithm de minimisation sur les épaisseurs de couche d'or.*

Les courbes de dispersion des figures 3-28 et 3-29 montrent les mesures de vitesses expérimentales obtenues sur les deux échantillons avec, en plus, le tracé théorique des courbes de dispersion effectué à partir des épaisseurs et des paramètres élastiques initiaux et ceux déterminés précédemment par résolution du problème inverse.



*Figure 3-28 : Courbes de dispersion théoriques et mesures expérimentales de la vitesse de phase sur le premier échantillon après inversion.*





*Figure 3-29 : Courbes de dispersion théoriques et mesures expérimentales de la vitesse de phase sur le deuxième échantillon après inversion.*

Les résultats obtenus sur les épaisseurs ont ensuite été comparés aux mesures effectuées par profilométrie. Ces dernières ont fourni une épaisseur moyenne de 920 nm pour l'échantillon 1 et de 480 nm pour le deuxième ; ce qui fait respectivement un écart de 2,5% et 0,8% par rapport aux résultats d'inversion. Il est important de préciser que ces mesures par profilométrie sont très précises localement c'est-à-dire pour mesurer la hauteur de ce que l'on appelle une marche. Cependant, lorsqu'il s'agit de mesurer sur une longue distance, en particulier pour des échantillons longs de plusieurs dizaines de millimètres, les mesures perdent de leur précision. En conséquence, nous avons effectué la moyenne des épaisseurs de couche d'or aux deux extrémités des échantillons.

Les valeurs obtenues par notre inversion sur le module d'Young et le coefficient de Poisson du verre ont été comparées avec celles acquises à l'aide de capteurs à ondes de volume (longitudinales et transversales) [Duquennoy 06]. Le module d'élasticité et le coefficient de Poisson obtenus correspondent respectivement à 73,01 GPa et 0,231, ce qui conduit à des écarts relativement faibles entre ces valeurs et celles de l'inversion (respectivement 0,8% et 1,7%). Ces résultats montrent que l'ensemble de nos estimations est tout à fait correct (Tableaux 3-4 à 6). De plus, l'inversion effectuée sur chacun des deux échantillons a mené vers les mêmes valeurs sachant que les deux substrats de verre sont issus de la même plaque, confirmant également la pertinence des résultats [Deboucq 11].

Estimation de l'épaisseur			
Valeurs initiales	Valeur estimée expérimentalement	Valeur estimée par profilométrie	Ecart
1000 nm	944 nm	920 nm	2,5 %
500 nm	476 nm	480 nm	0,8 %

*Tableau 3-4 : Estimation de l'épaisseur des couches d'or déposées sur substrat de verre obtenue par la méthode d'inversion*

Paramètres élastiques du verre (substrat)		
Valeurs initiale par ondes de volumes	Valeur estimée expérimentalement	Ecart
E = 74,06 GPa	E = 73,6 GPa	0,8 %
$\nu = 0,231$	$\nu = 0,227$	1,7 %

*Tableau 3-5 : Estimation des paramètres élastique du substrat de verre obtenue par la méthode d'inversion*

Paramètres élastiques de l'or (couche)	
Valeurs initiales littérature	Valeur estimée expérimentalement
E = 78,01 GPa	E = 78,01 GPa
$\nu = 0,42$	$\nu = 0,42$

*Tableau 3-6 : Estimation des paramètres élastique de l'or obtenue par la méthode d'inversion*

Enfin, concernant les paramètres élastiques de l'or, nous avons constaté lors de l'inversion, qu'une variation de ces paramètres, n'affectait pas de façon significative le coefficient de détermination  $R^2$ . En effet, nos mesures ont été faites dans la gamme de fréquences 5-45 MHz, et d'après les courbes de dispersion nous avons pu observer que dans cette gamme de fréquences, ce sont les caractéristiques du substrat qui ont une plus grande influence sur les vitesses de phase. Afin d'accroître la sensibilité de caractérisation de la couche, en dehors de son épaisseur, des mesures complémentaires doivent être faites à plus hautes fréquences (50-100 MHz). Cependant, le souci majeur, dans notre cas, pour monter en fréquence réside dans la détection optique avec la SH140 qui est limitée à 45 MHz. Il s'agira donc pour de futures études de trouver un moyen pour détecter l'onde de surface jusqu'à 100 MHz.

## Conclusion

Les paramètres élastiques des échantillons composés d'une couche d'or déposée sur substrat de verre ont pu être déterminés en même temps que l'épaisseur des couches.

L'intérêt ici a été de montrer les potentialités des ondes acoustiques de surface hautes fréquences générées par IDT pour caractériser ces structures. Différents capteurs ont été réalisés, caractérisés et utilisés pour couvrir une large gamme de fréquences (5 à 45 MHz). L'avantage de travailler avec ce type de capteur est de réduire fortement les problèmes de pertes rencontrés habituellement en haute fréquence ( $> 10$  MHz) avec les transducteurs traditionnels tels que les capteurs à coin. Ensuite la propriété quasi-monochromatique des transducteurs réalisés nous a permis d'effectuer des mesures précises et rapides de vitesses de phase sur les échantillons analysés et d'en tirer par résolution du problème inverse leurs caractéristiques élastiques. Les mesures d'épaisseur ont pu être confirmées en les comparant à des mesures réalisées à l'aide d'un profilomètre de haute précision.

Les résultats ont permis de mettre en évidence les potentialités de la méthode proposée pour la caractérisation non destructive de structures de type couche sur substrat. Dans le chapitre suivant, nous mettrons cette méthode à profit pour caractériser des plaques de verre trempées chimiquement afin d'en tirer des estimations de contraintes et d'épaisseurs de couche contrainte.

# Chapitre 4

## Caractérisation de structures à gradient de contrainte

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>135</b>
<b>4.1 RAPPEL SUR LE VERRE ET SUR SON ELABORATION .....</b>	<b>135</b>
4.1.1 LE VERRE .....	135
4.1.2 LA TRANSITION VITREUSE .....	136
4.1.3 ELABORATION DU VERRE .....	139
4.1.3.1 Les oxydes formateurs, modificateurs et intermédiaires.....	139
4.1.3.2 Les différentes étapes de production du verre .....	140
4.1.3.3 Différentes catégories de verre industriel.....	141
4.1.3.4 Températures de référence .....	142
4.1.3.5 Le renforcement du verre.....	143
4.1.4 LES PROPRIETES ELASTIQUES .....	145
<b>4.2 DETERMINATION DES CONSTANTES ELASTIQUES.....</b>	<b>148</b>
4.2.1 CONSTANTES ELASTIQUES DU DEUXIEME ORDRE .....	151
4.2.2 CONSTANTES ELASTIQUES DU TROISIEME ORDRE .....	152
<b>4.3 CARACTERISATION D'UN VERRE TREMPE CHIMIQUEMENT .....</b>	<b>154</b>
4.3.1 PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....	155
4.3.2 DISPERSION DU MODE DE RAYLEIGH SUR LES PLAQUES DE VERRE TREMPEE CHIMIQUEMENT .....	157
4.3.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	160
4.3.4 METHODE D'INVERSION .....	161
4.3.5 ESTIMATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR ONDE DE RAYLEIGH .....	162
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>167</b>



# Introduction

Nous proposons dans ce dernier chapitre, consacré à l'estimation de contrainte de surface dans le verre, de commencer par une présentation de ce matériau et de ses propriétés. Après une description de l'état vitreux, nous décrirons les étapes successives de production du verre. Nous passerons également en revue les multiples familles de verres existantes et leurs applications respectives. Nous exposerons ensuite les deux principales méthodes de renforcement du verre : la trempe thermique et la trempe chimique.

Dans une deuxième partie sera abordée la caractérisation de structures à gradient de contrainte par ondes acoustiques de surface générées par capteurs IDT. Nous présenterons au même titre que dans le précédent chapitre, le dispositif mis en place qui a permis d'effectuer les mesures de vitesses de propagation des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh dans des plaques de verre trempées chimiquement. Ce type de trempe génère des contraintes en surface. Aussi, l'établissement des courbes de dispersion relatives aux ondes acoustiques de surface dans ces structures a été effectué en considérant qu'une plaque de verre trempée chimiquement se présente comme une couche de verre d'épaisseur  $e_\sigma$  uniformément contrainte, déposée sur un substrat de verre non contraint d'épaisseur très grande devant les longueurs d'ondes des ondes de surface utilisées. La caractérisation d'une couche contrainte représente un défi d'autant plus important que l'influence de la contrainte sur les vitesses de propagation est faible et que cet effet est atténué par le fait que les épaisseurs contraintes sont faibles (quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ). Nous présenterons la méthode d'inversion qui nous a permis de remonter jusqu'à l'estimation de la valeur de la contrainte dans chacune des plaques de verre analysées ainsi que l'épaisseur contrainte correspondante. Des commentaires relatifs aux résultats obtenus seront également apportés

## 4.1 Rappel sur le verre et sur son élaboration

### 4.1.1 Le verre

La caractérisation des solides est définie à la fois par une incapacité à prendre la forme du contenant dans lequel ils prennent place mais également par une forte résistance aux forces de cisaillement. Les solides sont classés en deux catégories : les solides cristallisés et les solides non-cristallisés que l'on nomme désordonnés ou plus couramment solides amorphes.

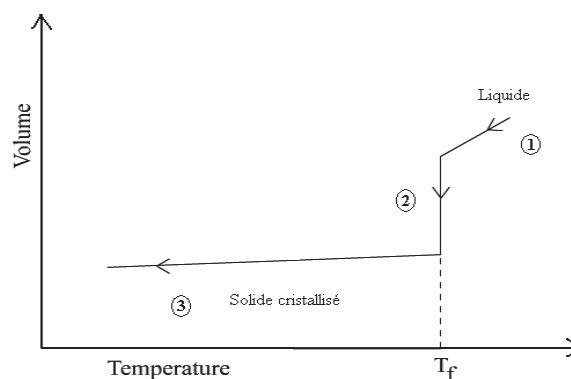
Dans un solide cristallisé, les cristaux sont constitués d'atomes arrangés périodiquement dans l'espace. Cet agencement répond à des règles précises. Dans un solide amorphe par contre, cet agencement

atomique est désordonné, de la même manière que dans un liquide. Il n'y a plus de structure ordonnée à longue distance telle que celle trouvée dans les cristaux, il ne reste qu'un ordre à l'échelle interatomique : c'est le cas du verre.

Le mot "verre" désigne donc, dans le langage courant, un matériau fragile et transparent obtenu par fusion du sable siliceux. Cet abus de langage est fortement restrictif étant donné qu'il existe pour les verres une gamme de composition chimique très vaste. Par contre, il prend une signification beaucoup plus large dans le langage scientifique, à savoir des solides non cristallins c'est-à-dire ne présentant pas de structure ordonnée. Dans la catégorie des verres, la cristallisation est toujours précédée de la transition vitreuse, correspondant au passage de l'état solide à l'état de liquide visqueux. Si on les chauffe, il s'en suit naturellement une transformation apparaissant avant que la température de fusion ne soit atteinte.

### 4.1.2 La transition vitreuse

Nous pouvons expliquer l'obtention de l'état vitreux qui est un état amorphe de la matière à l'aide du graphique présentant l'évolution d'une variable thermodynamique (par exemple le volume) en fonction de la température. Dans le cas d'une cristallisation classique (figure 4-1), à la température de fusion  $T_f$  (encore appelé température de Liquidus), nous observons une diminution brutale du volume qui caractérise le passage d'un état liquide désordonné ① à un réseau cristallin ordonné ② et par conséquent moins volumineux. Le volume continue de diminuer légèrement après la formation du réseau cristallin puisque les constituants de ce réseau, sensibles à l'agitation thermique qui règne à la température  $T$ , vibrent autour de leurs positions d'équilibre avant de se figer totalement au zéro absolu (température où il n'existe aucune agitation thermique).



*Figure 4-1 : Variation de volume en fonction de la température dans une cristallisation*

La cristallisation des liquides n'est pas un phénomène inéluctable. En effet, la cristallisation n'intervient que si le refroidissement s'effectue assez lentement pour que les réarrangements

atomiques soient possibles jusqu'à l'obtention de la structure cristalline. Lors du refroidissement, la cristallisation n'intervient que si les temps nécessaires à la formation (noté  $t_{germ}$ ) et à la croissance (noté  $t_{crois}$ ) des cristaux sont petits, pour chaque température, devant le temps de maintien à cette température du liquide. Suivant la loi de refroidissement intervient ou non le phénomène de cristallisation. Si elle est évitée, le système subsiste à l'état d'équilibre métastable : le liquide est dit surfondu et l'équilibre thermodynamique est rompu (figure 4-2).

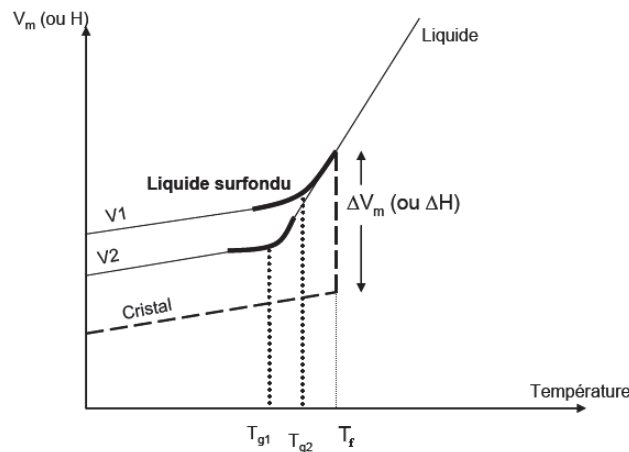


Figure 4-2 : Liquide surfondu [Martinez 04]

Le passage de l'état liquide à l'état vitreux s'opère alors de manière continue dans une gamme de température, qui constitue la plage de transition vitreuse, et qui varie en fonction de la loi de refroidissement (figure 4-2  $T_{g1}$  et  $T_{g2}$  et figure 4-3). Dans cet intervalle de température de nombreuses propriétés sont modifiées. La température de transition vitreuse  $T_g$  définie par Scholze [Scholze 80] est une caractéristique fondamentale du verre. Elle correspond à la température du matériau pour laquelle la viscosité atteint  $10^{13}$  Poises (Pa.s). Néanmoins cette température de transition vitreuse est fonction de la loi de refroidissement puisque plus le refroidissement est rapide, moins les réarrangements atomiques sont possibles et plus vite le système surfondu se figera rapidement.

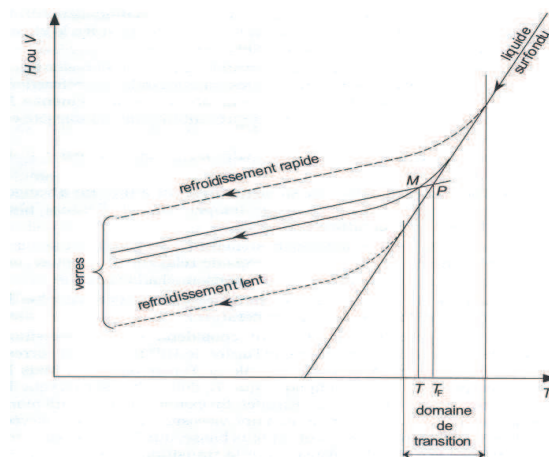
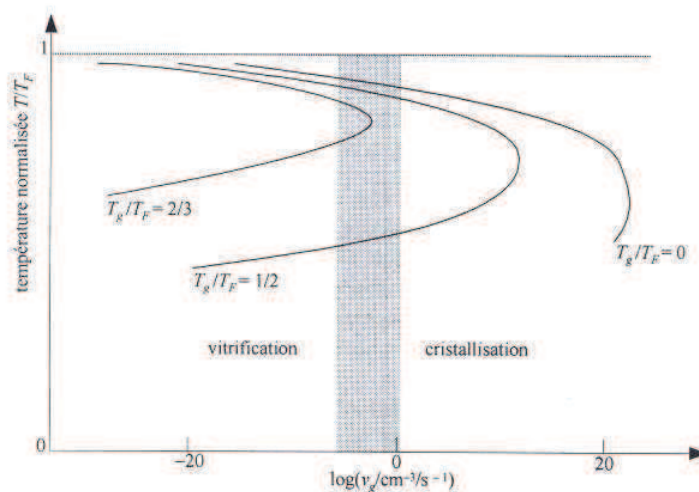


Figure 4-3 : Domaine de transition vitreuse [Barton 05]



La transition vitreuse ne présente donc pas les caractéristiques d'un changement d'état. Elle n'apparaît pas de manière immuable à la même température mais varie dans une plage de température qu'on appelle "intervalle de transition vitreuse" ou "domaine de transition".

La température de transition vitreuse dépend de la loi de refroidissement et ne constitue pas une température de changement de phase au sens thermodynamique du terme. Pour caractériser l'historique thermique du verre, la notion de température fictive  $T_f$  est introduite [Tool 46]. Cette température fictive correspond à la température à laquelle la structure du verre serait stable. En d'autres termes, la température fictive est la température pour laquelle la configuration atomique est en "pseudo-équilibre" : aucun changement dans la configuration n'intervient sur de courtes périodes temporelles bien que les mouvements atomiques soient possibles. La température fictive est, par conséquent, la température à laquelle le liquide surfondu est figé. Plus la température fictive est élevée, plus la différence entre les propriétés physiques du verre et la forme cristalline du matériau est importante. On peut montrer que les temps  $t_{germ}$  (temps de germination des cristaux) et  $t_{crois}$  (temps de croissance des cristaux) caractérisant la cristallisation sont fonction de la viscosité  $\eta$ . En l'absence de germes extérieurs, les liquides pour lesquelles  $\frac{T_g}{T_f} \geq \frac{2}{3}$  ne cristalliseront pas pour des refroidissements conventionnels (par exemple le coefficient de transfert thermique est de l'ordre de 23 à 28 W/m<sup>2</sup>/°C pour une trempe thermique [Sglavo 05]). Les abaques de Turnbull (figure 4-4) mettent en évidence le caractère cinétique de la cristallisation.



*Figure 4-4 : Abaques de Turnbull, aptitude à la vitrification*

Si le liquide atteint la température  $T_f$  tout en restant assez visqueux, il passera à l'état de liquide surfondu sans cristallisation jusqu'à la température  $T_g$ . A cette température, on observe une rupture de pente de la courbe de variation de volume qui devient proche de celle que présente un solide cristallisé (figure 4-2) : à basse température le taux de changement de volume avec la température (expansion thermique) est identique pour les verres et les cristaux. D'autre part, il n'existe pas à cette température

de changement abrupt de volume : il n'y a donc pas de variation structurale au passage de  $T_g$ . L'arrangement moléculaire d'un verre s'apparente donc à l'arrangement du liquide. Le verre est dans un état stable bien qu'il ne le soit pas d'un point de vue thermodynamique. Nous comprenons ainsi la définition proposée par Zarzycki [Zarzycki 82] : "Le verre est un solide non cristallisé qui présente le phénomène de transition vitreuse". Une image simple permet de se représenter la structure du verre : le verre est un liquide figé.

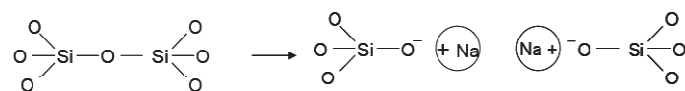
### 4.1.3 Elaboration du verre

Nous présentons succinctement dans ce paragraphe la méthode d'élaboration d'un verre et décrivons le procédé "float" qui est le plus répandu de nos jours. De nombreux constituants interviennent dans la composition chimique des verres, ceci nous conduit à présenter les majeures familles de verre produites industriellement ainsi que leurs propriétés.

#### 4.1.3.1 Les oxydes formateurs, modificateurs et intermédiaires

Les oxydes contenus dans les verres sont classés suivant leurs actions à l'intérieur du réseau vitreux, il existe ainsi des oxydes dits formateurs de réseau (ils constituent la "matrice" vitreuse), des oxydes dits modificateurs et enfin des oxydes dits intermédiaires. Afin d'élaborer un verre, on utilise un vitrifiant qui est l'**oxyde formateur** du réseau vitreux. On peut ainsi obtenir des verres à base de  $B_2O_3$ , de  $GeO_2$  ou encore  $SiO_2$  qui est l'agent vitrifiant le plus courant.

Les verres possèdent cependant une viscosité importante y compris aux hautes températures, ce qui rend la production de tels verres délicate. Pour faciliter cette production, on utilise des **oxydes modificateurs** également appelés "fondants". Ces oxydes ont la particularité de dépolymériser le réseau vitreux et de donner naissance à des ions oxygènes non pontants (figure 4-5). Il en résulte une viscosité réduite à température donnée par rapport à la viscosité d'un verre de silice dont la température de fusion avoisine les  $1700^\circ C$  ! Cet ajout d'oxyde modificateur permet d'abaisser la température de fusion du mélange et d'en réduire la viscosité. Les températures de travail se trouvent ainsi diminuées ce qui facilite la production. Les oxydes modificateurs utilisés sont des oxydes alcalins ( $Na_2O$ ,  $Li_2O$ ,  $K_2O$ ) ou des oxydes alcalino-terreux ( $MgO$ ,  $CaO$ ,  $BaO$ ).



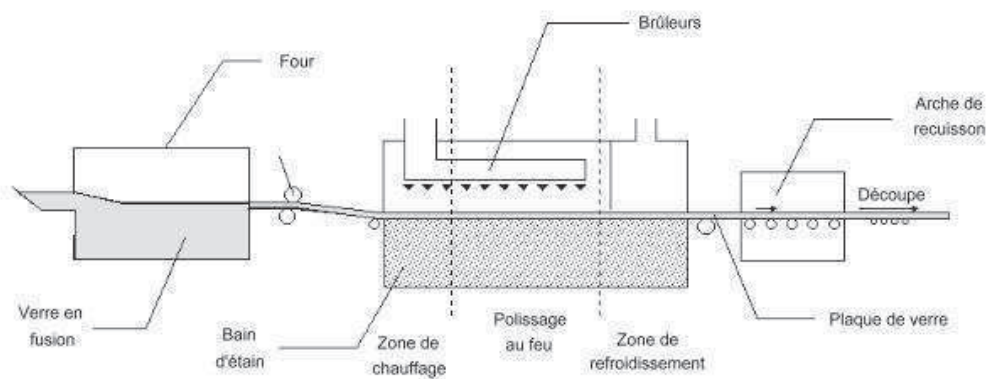
*Figure 4-5 : Rupture de liaison Si-O par ajout d'oxyde modificateur  
(apparition d'oxygène non pontant) [Martinez 04]*

La légende veut que cela soit des marchands de Nitron (carbonate de sodium naturel utilisé comme dessicant) [Lehmann 00] qui auraient trouvé dans le foyer de leur campement des morceaux de verre obtenus par la fusion fortuite du sable et du carbonate de sodium. Les **oxydes intermédiaires** ont un comportement différent suivant la composition : soit ils s'insèrent dans le réseau vitreux tels des oxydes formateurs, soit ils se comportent en tant que modificateurs. Les oxydes intermédiaires les plus couramment utilisés sont  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{TiO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$ .

#### 4.1.3.2 Les différentes étapes de production du verre

Le verre, bien qu'étant un matériau vieux de 5000 ans, n'est produit industriellement que depuis les années 1900. Le verre est fondu dans des fours en céramique capables de supporter les hautes températures nécessaires à la fusion des divers constituants. Pour la fabrication de verre dont l'agent vitrifiant est la silice, on utilise comme matière première le sable (98% de silice) ainsi que le calcin (verre de récupération résultant de la collecte des produits ménagers) qui est devenu la matière première la plus importante en volume (58% du verre d'emballage a été recyclé en France en 2003 et 88% en Allemagne cette même année).

L'élaboration d'un verre peut être décomposée en trois phases : la fusion du mélange vitrifiable, l'affinage et l'homogénéisation puis le conditionnement thermique. Au cours de la **fusion** le mélange vitrifiable est chauffé jusqu'à la température de fusion : on obtient alors une masse liquide visqueuse dont la composition est quasiment identique à la composition du produit final. Cette phase est accompagnée de la libération de gaz issus de la combustion. Du fait de la viscosité élevée, ces gaz se retrouvent piégés sous forme de microbulles au sein du liquide en fusion. La phase d'**affinage** et d'**homogénéisation** est l'étape au cours de laquelle ces bulles disparaissent de la fonte. L'ensemble du processus peut durer plus de 24 heures. Le **conditionnement thermique** permet d'atteindre la viscosité voulue (en diminuant progressivement la température) afin de procéder à la mise en forme du verre. La figure 4-6 illustre le procédé de fabrication d'un verre "float".



*Figure 4-6 : Procédé de fabrication du verre "float"*

Notons que des procédés chimiques permettent également d'obtenir de la silice vitreuse. Il s'agit des procédés par voie sol-gel [Livage 00] qui sont déjà utilisés pour le renforcement des verres (par dépôt de couche) par exemple.

#### 4.1.3.3 Différentes catégories de verre industriel

Le verre est composé d'oxydes inorganiques en fusion. Il n'existe pas de composition fixe et les diverses familles de verre existantes ont des domaines d'application particuliers (tableau 4-1).

Catégorie	Domaine typique de composition	Applications
Silice	SiO <sub>2</sub>	Fibres optiques
Sodocalcique	SiO <sub>2</sub> , CaO, Na <sub>2</sub> O	Vitrages Bouteilles Flaconnage Gobeletterie
Borosilicate	SiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O	Pharmacie Culinaire Laboratoire
Verre au plomb	SiO <sub>2</sub> , PbO, K <sub>2</sub> O	Verrerie d'art Flaconnage de luxe Écrans de protection
Alumino-silicate	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fibre de renforcement
Vitrocéramiques	Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>	Culinaires Optiques
Bioverres	Na <sub>2</sub> O, CaO, SiO <sub>2</sub>	Médicales

*Tableau 4-1 : Les différentes catégories de verre et leurs principales applications [Barton 05]*

Les quatre premiers groupes de ce tableau sont les familles de verre ayant le plus d'application. La silice utilisée dans les fibres optiques est une silice extrêmement pure ayant un très faible coefficient d'absorption. La catégorie des **verres sodocalciques** permet la fabrication des verres à vitres et des verres à bouteilles. Ce verre est composé principalement de silice (SiO<sub>2</sub> : ~ 71%), de dioxyde de sodium (Na<sub>2</sub>O : ~ 14%) et d'oxyde de calcium (CaO : ~ 10%). Le second groupe de verre est la famille des **verres borosilicates** composés de silice et d'oxyde borique (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Cette famille présente les caractéristiques suivantes : longévité chimique élevée, faible expansion thermique, haute résistivité électrique. Ces propriétés sont utilisées pour la fabrication de verrerie de laboratoire ou de verrerie culinaire. Le Pyrex<sup>®</sup> est un verre borosilicate. Enfin on trouve les **verres au plomb** composés de silice, d'hydroxyde de potassium (KOH) ou potasse et d'oxyde de Plomb (PbO). Ce verre a un coût de

production élevé et présente une très haute résistivité électrique ainsi qu'un fort indice de réfraction. Il est principalement utilisé dans les applications de soudure verre-métal comme dans le cas des ampoules à incandescence ou pour assurer la radioprotection contre les rayons X. Cette diversité de composition chimique, y compris au sein d'une même "famille", entraîne des propriétés physiques différentes en particuliers pour les propriétés mécaniques et optiques. Profitons-en pour attirer l'attention sur le point suivant : le verre est un matériau qui ne répond pas aux règles chimiques de stœchiométrie puisque le verre peut être vu comme un solvant vis-à-vis de chacun de ces constituants.

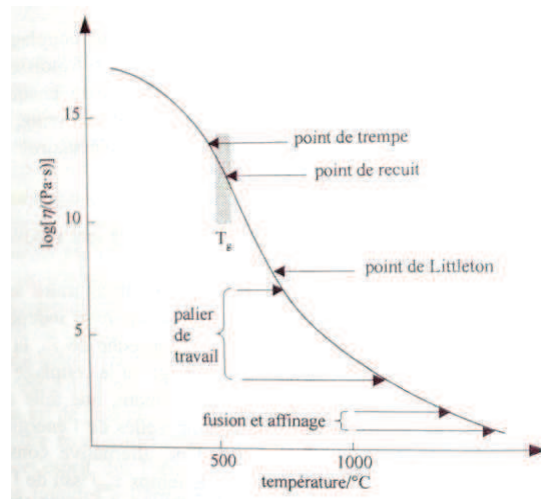
#### 4.1.3.4 Températures de référence

Les différentes opérations technologiques de la fabrication du verre doivent intervenir pour des valeurs de viscosité bien définies. Néanmoins face aux difficultés techniques que représentent les mesures de viscosité dans un environnement industriel, les mesures de températures, beaucoup plus simples à mettre en place, sont préférentiellement utilisées. Pour ce faire, des températures de référence ont été calibrées en laboratoire. Ces points fixes sont les températures du verre pour des valeurs particulières de viscosité (tableau 4-2 et figure 4-7). Ces températures dépendent de la composition chimique du verre.

Points fixes	Log $\eta$ ( $\eta$ viscosité en Pa.s)	Opération technique	Températures pour la famille des verres sodocalciques (°C)
Température de fusion.	1	Fusion et affinage.	~1400
Température de travail.	3	Cueilage, moulage, étirage, laminage, soudure.	~1100 à 1300
Température de ramollissement.	6,65	Soufflage (Littleton).	~750
Annealing point.	12	Début de recuisson.	~570
Strain point.	13,5	Fin de recuisson.	~510 à 530

*Tableau 4-2 : Températures de référence pour l'élaboration du verre*

Ces différentes températures ont été définies au cours de la mise au point des technologies verrières. Par exemple, le point de Littleton est la température à laquelle une tige de verre s'allonge de 1 mm/min sous l'effet de son propre poids. L'"annealing point" est la température à laquelle n'importe quelle contrainte interne sera 'libérée' (mobilité atomique et moléculaire) en un temps "raisonnable", c'est-à-dire de l'ordre de l'heure. Cette température de référence est intéressante puisqu'elle permettra ensuite la découpe du verre.



*Figure 4-7 : Les différents domaines de température [Perez 01]*

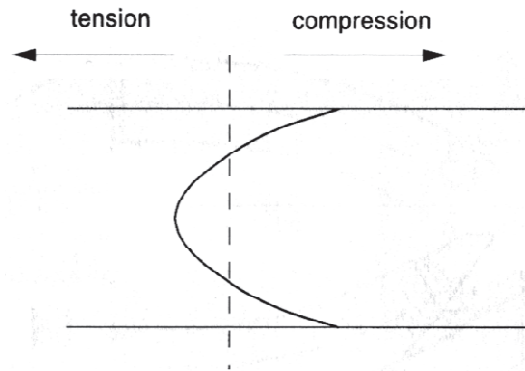
#### 4.1.3.5 Le renforcement du verre

Le verre est un matériau fragile. La plupart du temps, les casses sont amorcées par des défauts de surface qui rendent délicates les déterminations de contraintes de rupture. Des études statistiques (basées sur des distributions de Weibull [Carré 96]) permettent néanmoins de tracer une probabilité de rupture en fonction d'une contrainte appliquée. Les courbes en "S" obtenues sont analogues aux courbes de probabilité d'endommagement du verre par laser en fonction de la "fluence" (densité surfacique d'énergie). Ce domaine fait l'objet de recherches actives, en particulier, celles effectuées dans le cadre du projet Mégajoule. Afin de pallier cette fragilité, il existe deux méthodes principales de renforcement mécanique du verre : les trempes thermique et chimique. Le principe de trempes thermique du verre est le même que pour la trempes des aciers en métallurgie : il consiste à former une couche de compression en surface.

##### - Trempe thermique :

Les propriétés de renforcement mécanique d'un verre trempé furent mises en évidence au 17<sup>ème</sup> siècle par le prince Rupert avec les "larmes bataviques". Il s'agit de goutte de verre en fusion que l'on plonge dans de l'eau. Le verre subit alors un refroidissement brutal qui entraîne une mise en compression de la surface, formant une couche protectrice aux sollicitations mécaniques et diminuant les risques de rupture. En effet, il faut alors de grands efforts pour surmonter la compression et pour amorcer la tension en surface conduisant à la casse. La trempes thermique permet, en imposant un refroidissement de la surface par des jets d'air, d'introduire des contraintes de compression en surface. Ces contraintes de compression ont pour effet de limiter la propagation des fissures à partir de "défauts" de surface. D'autre part, la rupture d'un verre trempé conduit à la formation de petits morceaux de verre aux arrêtes émoussées non coupantes contrairement à la rupture d'un verre recuit qui se fracture en de

larges morceaux aux arrêtes acérées. Cette contrainte permet donc de sécuriser l'emploi d'objets en verre. La trempe thermique par jets d'air a été brevetée par Saint-Gobain [Saint-Gobain 32]. Le profil de contrainte obtenu est parabolique dans l'épaisseur avec une zone de tension à cœur et une zone de compression en surface. D'autre part l'amplitude de la tension à cœur est environ la moitié de l'amplitude de compression de surface (figure 4-8).

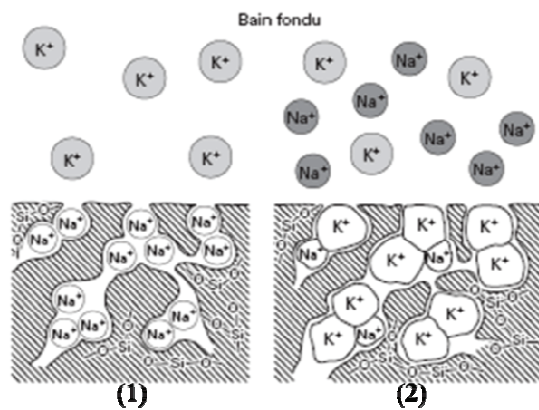


*Figure 4-8 : Contrainte dans l'épaisseur d'un verre trempé thermiquement  
[Barton 05]*

La fibre neutre (passage en traction ou extension) se situe environ au  $1/5^{\text{ème}}$  de l'épaisseur. Par exemple, pour un verre de 6 mm d'épaisseur (épaisseur standard de vitrage), il intervient à environ 1,2 mm sous la surface de part et d'autre de la feuille de verre. Les contraintes de compression de surface que l'on peut atteindre sont, pour une trempe thermique, de l'ordre de -100 à -150 MPa.

#### - Trempe chimique :

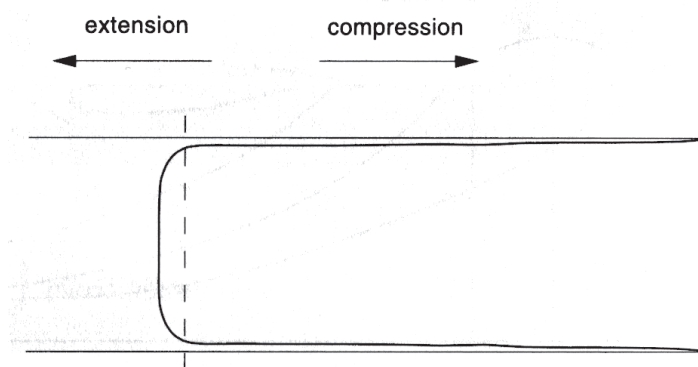
Une autre façon d'engendrer la compression en surface dans un verre consiste à remplacer les ions sodium par des ions potassium plus "volumineux" (figure 4-9).



*Figure 4-9 : Trempe chimique (1) début de l'échange, (2) au cours de l'échange*



Ceci s'effectue par diffusion en immergeant le verre dans une solution de nitrate de potassium fondue. On obtient alors un profil de contrainte rectangulaire (figure 4-10) appelé également profil en "□".



*Figure 4-10 : Profil de contrainte dans l'épaisseur d'un verre trempé chimiquement [Barton 05].*

Cette trempe chimique s'effectue pratiquement à une température d'environ 450°C et le temps d'immersion dans le nitrate de potassium dépend de la contrainte de surface désirée, en général de l'ordre d'une dizaine d'heure. Cette trempe est plus facile à contrôler que la trempe thermique. Les niveaux de contrainte que l'on peut atteindre sont beaucoup plus élevés que dans le cas d'une trempe thermique. La contrainte de compression de surface peut être de l'ordre de plusieurs centaines de Mégapascal (par exemple environ -700 MPa pour une trempe chimique de 3 heures) et affecte une épaisseur allant d'une dizaine à une centaine de micromètres. La trempe chimique permet le traitement des feuilles de verre d'épaisseur fines (< à 3 mm) qui se révèlent difficiles à tremper par le processus thermique. Néanmoins cette méthode chimique de renforcement mécanique du verre est très coûteuse et est réservée à des applications très particulières (hublot d'avion par exemple).

#### 4.1.4 Les propriétés élastiques

Etant donné que le verre conserve la structure du liquide, il possède également les caractéristiques de son précurseur. En particulier la structure désordonnée lui confère une totale isotropie et une grande homogénéité à l'échelle macroscopique. A l'échelle de la mesure ultrasonore, le verre apparaîtra donc homogène et isotrope.

##### - Domaine élastique :

Tous les matériaux soumis à des forces extérieures se déforment. Ils retrouvent néanmoins leurs formes et leurs dimensions lorsque ces forces cessent d'être appliquées, pour peu que ces forces n'aient pas été trop "élevées". On parle de domaine élastique lorsque la déformation d'un solide

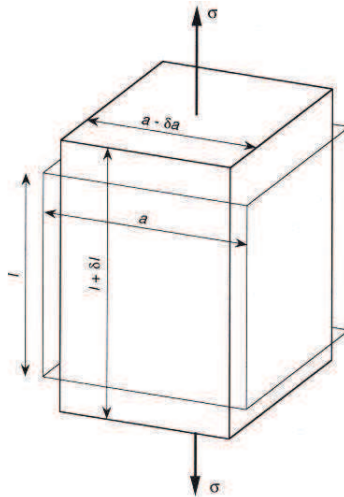


soumis à une force est réversible. Dans ce cas, les déformations induites sont proportionnelles aux forces qui les ont engendrées : cette relation de proportionnalité entre déformation et contrainte est connue sous le nom de loi de Hooke. Le rapport de la contrainte à la déformation est le module d'élasticité ou module de Young. Le verre, au dessous de la température de transition vitreuse, a un comportement de solide élastique fragile. Les deux constantes élastiques qui le décrivent mécaniquement sont : le module de Young, généralement noté  $E$ , et le coefficient de poisson, généralement noté  $\nu$ . Dans le cas d'une contrainte unidirectionnelle,  $E$  et  $\nu$  s'exprime de la manière suivante (figure 4-11) :

$$E = \frac{\sigma}{\delta l/l} \quad \text{et} \quad \nu = \frac{\delta a/a}{\delta l/l},$$

avec  $\sigma$  contrainte dans la direction d'application de la force,  $l$  et  $a$  représentent respectivement la longueur initiale et la largeur initiale avant application de la contrainte,  $\delta l$  et  $\delta a$  les variations respectivement de longueur et de largeur.

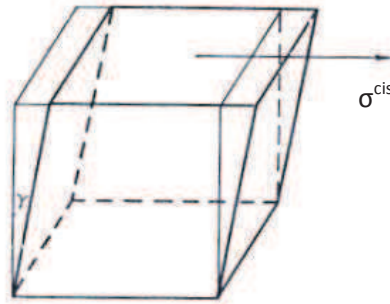
Nous pouvons également définir d'autres modules d'élasticité tels que le module de cisaillement ou encore le module élastique de volume. Le module de cisaillement, noté  $G$ , caractérise la déformation angulaire du solide lorsque ce dernier est soumis à une contrainte de cisaillement pure (figure 4-12) tandis que le module élastique de volume, noté  $K$ , quantifie la variation relative de volume subie par un solide soumis à une pression hydrostatique (l'inverse de  $K$  est communément appelé compressibilité) :



*Figure 4-11 : Déformation d'un solide soumis à une contrainte [Barton 05]*

$$G = \frac{\sigma^{cis}}{\gamma} \text{ avec } \sigma^{cis} \text{ la contrainte de cisaillement et } \gamma \text{ la distorsion résultante.}$$

$$K = \frac{\Delta P}{\varepsilon_V} \text{ avec } \Delta P \text{ la variation de pression hydrostatique et } \varepsilon_V \text{ la variation relative de volume.}$$



*Figure 4-12 : Déformation d'un solide soumis à une contrainte de cisaillement [Perez 01]*

Les relations existantes entre les quatre constantes d'élasticité, pour un solide isotrope et homogène, définies ci-dessus sont :

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}, K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)}, \nu = \frac{E}{2G} - 1 \text{ et } E = \frac{9K \cdot G}{3K + G}.$$

Le tableau 4-3 rassemble quelques valeurs des modules d'élasticité du verre données dans la littérature. Nous voyons que pour la famille des verres sodocalcique par exemple, la gamme de valeur du module de Young s'étend de 66 GPa à 74 GPa selon la référence retenue. Cette disparité est liée en partie à la diversité de compositions chimiques possibles au sein d'une même famille de verre.

Référence	Verre	Module de Young E (GPa)	Module de cisaillement G (GPa)	Coefficient de Poisson $\nu$
[Holloway 73]	Silice	74	32	0,16
[Barton 05]		70	-	-
[Holloway 73]	Aluminosilicate	91	-	0,26
[Holloway 73]	Borosilicate	61	25	0,22
[Barton 05]		68	-	-
[Holloway 73]	Sodocalcique	74	31	0,21
[Barton 05]		66	-	-
[Carré 96]		71	-	0,22
[Holloway 73]	Lead-silicate (verre au plomb)	61	-	0,21
[Sosman 27]	Non précisé	72	30,5	0,17
[Perez 01]		-	31	0,18
[Gupta 05]		72	-	-

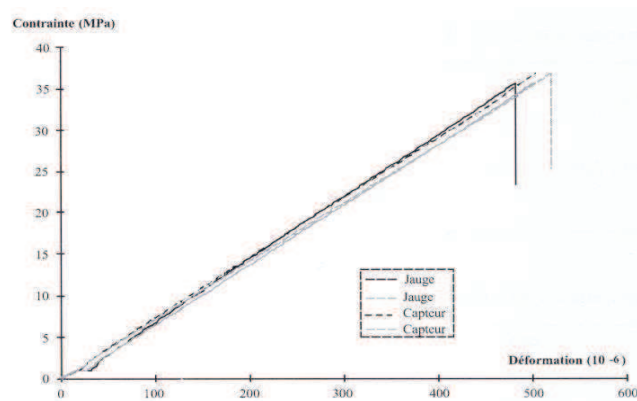
*Tableau 4-3 : Valeurs de modules d'élasticité du verre*

## 4.2 Détermination des constantes élastiques

Il existe différentes manières de déterminer les valeurs des constantes élastiques que l'on peut classer en deux catégories principales : les méthodes statiques et les méthodes dynamiques qui font intervenir une perturbation temporelle.

### - Les techniques statiques :

Les techniques statiques consistent à utiliser la définition du module d'élasticité pour tracer la contrainte en fonction de la déformation. Les configurations adéquates sont des configurations de tension, de compression uniaxiale ou de mise en flexion. Par exemple, la figure 4-13 illustre la mise en flexion d'une poutre de verre où la mesure de la déformation en fonction de la contrainte permet de déterminer le module d'Young.



*Figure 4-13 : Courbe contrainte - déformation [Carré 96]*

Varshneya [Varshneya 94] décrit les méthodes de flexion 3 points et 4 points (figure 4-14). Ces méthodes consistent à calculer la flèche  $\delta$  obtenue en appliquant une force  $F$ . Ces calculs de mécanique permettent de relier la déformation aux propriétés mécaniques du matériau.

On a ainsi, pour la flexion 3 points :

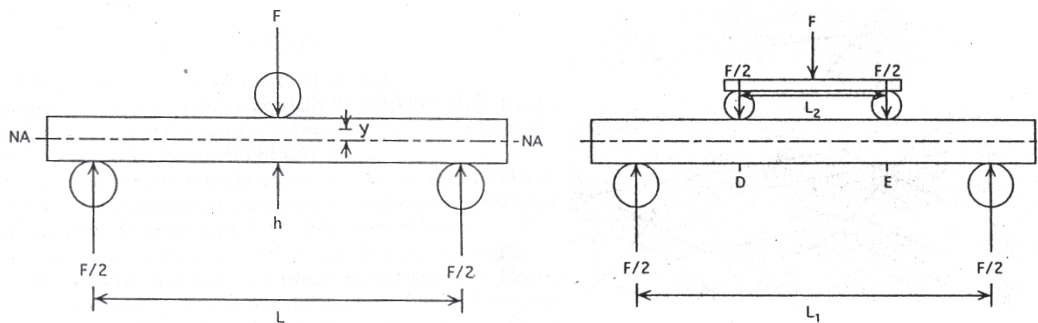
$$\delta = \frac{F \cdot L^3}{48E \cdot I},$$

avec  $\delta$  la flèche au centre,  $F$  la force centrale,  $E$  le module d'Young et  $I$  le moment d'inertie géométrique (rappelons que pour une section rectangulaire le moment d'inertie est  $I = (b \cdot h^3)/12$  avec  $b$  largeur et  $h$  hauteur).

Et pour la flexion 4 points :

$$\delta = \frac{F \cdot (L_1 - L_2)(2L_1^2 + 2L_1L_2^2 - L_2^2)}{96E \cdot I},$$

$L_1$  étant la distance entre les appuis externes et  $L_2$  la distance entre les appuis internes.



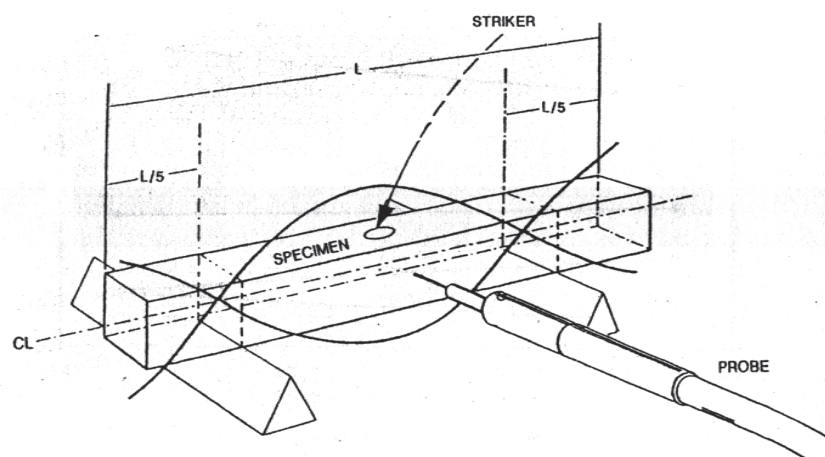
*Figure 4-14 : Flexion 3 points (à gauche) et 4 points (à droite)*

- Les techniques dynamiques :

Les techniques dynamiques peuvent être subdivisées en deux groupes principaux : les méthodes basées sur les phénomènes de résonance et les méthodes basées sur la mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores. Ces méthodes ont l'avantage par rapport aux méthodes statiques de ne pas nécessiter de forme particulière d'échantillon.

- Les méthodes de résonances (*Resonant Ultrasound Spectroscopy* [Radovic 03 ; Gadaud 03 ; Varshneya 94]) (figure 4-15) :

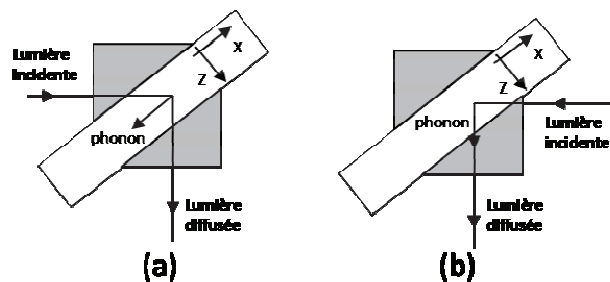
Elles consistent à faire vibrer mécaniquement le matériau et à déterminer ses fréquences de résonance. Ainsi, connaissant les modes de vibrations, les fréquences associées, les dimensions et la masse de l'échantillon, on parvient par calcul à remonter aux constantes élastiques.



*Figure 4-15 : Méthode de mesure des constantes élastiques par résonance*

- Méthode de diffusion Rayleigh-Brillouin

L'investigation sur les caractéristiques du verre peut également être menée par une méthode acousto-optique : la méthode de diffusion Brillouin. Cette méthode permet la mesure des vitesses des ondes longitudinale et transversale et donc la mesure des modules d'élasticité pour les matériaux transparents. L'avantage incontestable de cette méthode est de permettre des mesures très locales par sélection de faibles volumes diffusants. Son inconvénient majeur est la difficulté de mise en œuvre. La diffusion Rayleigh correspond à une diffusion élastique de la lumière, c'est à dire qu'elle intervient sans changement de fréquence par rapport à la fréquence de la lumière incidente. La diffusion Brillouin correspond, quant à elle, à l'interaction de la lumière avec la matière. Le principe de la méthode Brillouin est le suivant : le matériau est excité thermiquement de manière à générer une onde acoustique. Cette onde produit une fluctuation de l'indice de réfraction qui agit comme un réseau se propageant à la vitesse du son dans le matériau. La diffusion Brillouin intervient par réflexion suivant la loi de Bragg d'un faisceau lumineux sur ce gradient d'indice : la lumière incidente de fréquence  $\nu$  subira alors un décalage Doppler en fréquence de  $\pm f$  avec  $f = \frac{V \cdot n}{\lambda_0} \cdot 2 \cdot \sin\left(\frac{1}{2} \cdot \theta\right)$ ,  $V$  est la vitesse des ondes ultrasonores,  $n$  est l'indice de réfraction,  $\lambda_0$  la longueur d'onde de la lumière incidente dans le vide et  $\theta$  l'angle entre le faisceau incident et le faisceau diffusé. La composante  $\nu - f$  du spectre Brillouin est la composante Stokes tandis que la composante  $\nu + f$  du spectre Brillouin est la composante anti-Stokes. Dans un verre, il existe deux composantes Brillouin : l'une est issue du mode de vibration transversal correspondant à une déformation élastique de cisaillement tandis que l'autre provient du mode longitudinal lié à une déformation uniaxiale. La mesure des fréquences de ces deux composantes permet donc de déterminer le module de cisaillement  $G$  et de compressibilité  $K$ . Une mesure fine du changement de fréquence permet de déterminer les constantes élastiques du troisième ordre qui caractérisent l'élasticité non linéaire et de déterminer l'état de contrainte dans l'échantillon analysé. Cavaillé [Cavaillé 99] a utilisé cette méthode de diffusion Brillouin, suivant deux configurations (figures 4-16 (a) et (b)), pour mesurer la vitesse des ondes ultrasonores dans des verres trempés chimiquement soumis à une contrainte appliquée par méthode de flexion quatre points et dans des verres trempés thermiquement. Ces mesures ont permis à Cavaillé et al. de déterminer les constantes élastiques du troisième ordre pour un verre silico-sodo-calcique.



*Figure 4-16 : Configurations expérimentales*

- Méthodes basées sur la mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores :

Les mesures de vitesses ou de temps de vol se font par le biais d'une perturbation mécanique locale : les ultrasons ; c'est pourquoi on emploie communément comme désignation de cette méthode le terme de "méthode ultrasonore". La méthode ultrasonore permet en effet de remonter aux constantes élastiques puisque les vitesses longitudinale  $V_L$  et transversale  $V_T$  des ondes acoustiques de volume se propageant dans un solide isotrope et homogène sont liées au module de Young et au coefficient de Poisson, pour un solide isotrope et homogène, par les relations :

$$E = \rho V_T^2 \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \text{ et } \nu = \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)},$$

$\rho$  étant la masse volumique du matériau.

#### 4.2.1 Constantes élastiques du deuxième ordre

La méthode classique des mesures de temps de vol par échos acoustiques a été utilisée lors de précédents travaux [Devos 06] et le tableau 4-4 résume les résultats de mesures effectuées sur différents échantillons de verre. Ces mesures ont été réalisées, pour une fréquence de 5 MHz, sur des échantillons parallélépipédiques en verre sodocalcique et optique. Les incertitudes, indiquées dans le tableau 4-4 pour le module de Young  $E$  et le coefficient de poisson, sont liées aux incertitudes sur les mesures des vitesses de propagation. Les paramètres élastiques du verre sodocalcique sont ceux que nous avons utilisés au chapitre 3 pour le tracé des courbes de dispersion.

Verre	Verre sodocalcique	Verre optique
$V_L$ (m/s)	$5852 \pm 1,8$	$5801 \pm 1,6$
$V_T$ (m/s)	$3475 \pm 1,4$	$3446 \pm 1,1$
$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$2498,25 \pm 2$	$2508,66 \pm 2$
$E$ (GPa)	$74,07 \pm 0,06$	$73,13 \pm 0,06$
$\nu$	$0,228 \pm 4.10^{-4}$	$0,227 \pm 3.10^{-4}$

*Tableau 4-4 : Résultats obtenus par méthode ultrasonore*

Nous rappelons dans le tableau 4-5, les égalités entre les constantes élastiques du deuxième ordre dans le cas d'un matériau isotrope. D'autre part nous donnons dans le tableau 4-6, l'ensemble des valeurs de ces constantes déterminées expérimentalement par Dany Devos dans son travail de thèse [Devos 06].

<b>Constantes élastiques du 2<sup>ème</sup> ordre</b>
$C_{11} = C_{22} = C_{33}$
$C_{12} = C_{13} = C_{23}$
$C_{44} = C_{55} = C_{66}$

*Tableau 4-5 : Constantes élastiques du deuxième ordre*

<b>Constantes élastiques</b>	<b>(GPa)</b>
$C_{11}$	85,5
$C_{12}$	25,2
$C_{44}$	30,2

*Tableau 4-6 : Valeurs des Constantes élastiques du deuxième ordre*

## 4.2.2 Constantes élastiques du troisième ordre

Nous avons vu au premier chapitre que pour un matériau précontraint de façon homogène, l'équation aux valeurs propres, que doivent satisfaire les vitesses de propagation des ondes acoustiques, peut se mettre sous la forme définie à l'équation (Eq 1.92) :

$$|B_{IJKL} \cdot n_j \cdot n_L - \rho^S \cdot \bar{V}^2 \cdot \delta_{IK}| = 0,$$

avec  $B_{IJKL} = (R_{IJKL} + t_{JL}^{SS} \cdot \delta_{IK})$ , (Eq 1.93).

Cette équation est analogue à l'équation de Christoffel relative au milieu non contraint. La similitude qui existe entre ces équations, nous amène à considérer un matériau sous contrainte comme un matériau libre de toute contrainte possédant des constantes élastiques apparentes d'ordre deux notées  $C_{IJKL}^a$  telles que [Duquennoy 08] :

$$C_{IJKL}^a = R_{IJKL} + t_{JL}^{SS} \cdot \delta_{IK}. \quad (\text{Eq 4.1})$$

Ceci revient à adopter le formalisme suivant :

$$C_{IJKL}^a = C_{IJKL} + \delta C_{IJKL}, \quad (\text{Eq 4.2})$$

où  $C_{IJKL}$  sont les constantes élastiques du second ordre correspondants aux caractéristiques mécaniques du matériau libre de toute contrainte et  $\delta C_{IJKL}$  représente la variation due aux termes de déformation.

Ainsi, un matériau, initialement isotrope, va "perdre" son caractère isotrope vis-à-vis de la propagation des ondes ultrasonores. Dans le cas d'une contrainte uniaxiale ou biaxiale suivant les axes principaux, nous pouvons à priori considérer la nouvelle symétrie comme étant orthorhombique.

- Expression des  $R_{IJKL}$  [Devos 06] :

Étant donné que les trois axes  $\zeta_1, \zeta_2, \zeta_3$  du repère cartésien orthonormé de l'espace de travail sont des axes principaux de déformation, seules les composantes diagonales du tenseur des déformations  $e_{11}, e_{22}$  et  $e_{33}$  ne sont pas nulles. Et les expressions de  $R_{IJKL}$  s'écrivent :

$$R_{IJKL} = C_{IJKL} \left(1 - \frac{\partial \bar{u}_M}{\partial \bar{x}_M}\right) + C_{IJKLMN} \frac{\partial \bar{u}_M}{\partial \bar{x}_N} + C_{MJKL} \frac{\partial \bar{u}_I}{\partial \bar{x}_M} + C_{IMKL} \frac{\partial \bar{u}_J}{\partial \bar{x}_M} + C_{IJML} \frac{\partial \bar{u}_K}{\partial \bar{x}_M} + C_{IJKM} \frac{\partial \bar{u}_L}{\partial \bar{x}_M}.$$

En symétrie isotrope nous parvenons aux expressions suivantes :

$$R_{11} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{11} + e_{11} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{22} \cdot C_{112} + e_{33} \cdot C_{112}],$$

$$R_{22} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{11} + e_{11} \cdot C_{112} + e_{22} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111}) + e_{33} \cdot C_{112}],$$

$$R_{33} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{11} + e_{11} \cdot C_{112} + e_{22} \cdot C_{112} + e_{33} \cdot (4 \cdot C_{11} + C_{111})],$$

$$R_{12} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{12} + e_{11} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112}) + e_{22} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112}) + e_{33} \cdot C_{123}],$$

$$R_{13} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{12} + e_{11} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112}) + e_{22} \cdot C_{123} + e_{33} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112})],$$

$$R_{23} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{12} + e_{11} \cdot C_{123} + e_{22} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112}) + e_{33} \cdot (2 \cdot C_{12} + C_{112})],$$

$$R_{44} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{44} + e_{11} \cdot C_{144} + e_{22} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155}) + e_{33} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155})],$$

$$R_{55} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{44} + e_{11} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155}) + e_{22} \cdot C_{144} + e_{33} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155})],$$

$$R_{66} = (1 - e_{NN}) \cdot [C_{44} + e_{11} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155}) + e_{22} \cdot (2 \cdot C_{44} + C_{155}) + e_{33} \cdot C_{144}].$$

Le terme  $(1 - e_{NN})$  correspond au rapport des masses volumiques  $\frac{\rho^S}{\rho^0}$ .

Nous rappelons dans le tableau 4-7, les égalités entre les constantes élastiques du troisième ordre dans le cas d'un matériau isotrope. D'autre part nous donnons dans le tableau 4-8, l'ensemble des valeurs



de ces constantes déterminées expérimentalement par Dany Devos dans son travail de thèse [Devos 06]. Nous prendrons ces valeurs pour réaliser les calculs des courbes de dispersion.

<b>Constantes élastiques du 3<sup>ème</sup> ordre</b>
$C_{123}$
$C_{111} = C_{222} = C_{333}$
$C_{112} = C_{113} = C_{221} = C_{223} = C_{331} = C_{332}$
$C_{144} = C_{255} = C_{366}$
$C_{155} = C_{166} = C_{244} = C_{266} = C_{344} = C_{355}$
$C_{456}$

*Tableau 4-7 : Constantes élastiques du troisième ordre*

<b>Constantes élastiques</b>	<b>(GPa)</b>
$C_{123}$	-91,3
$C_{111}$	-190,4
$C_{112}$	-80,5
$C_{144}$	5,4
$C_{155}$	-27,5
$C_{456}$	-16,5

*Tableau 4-8 : Valeurs des Constantes élastiques du troisième ordre*

### 4.3 Caractérisation d'un verre trempé chimiquement

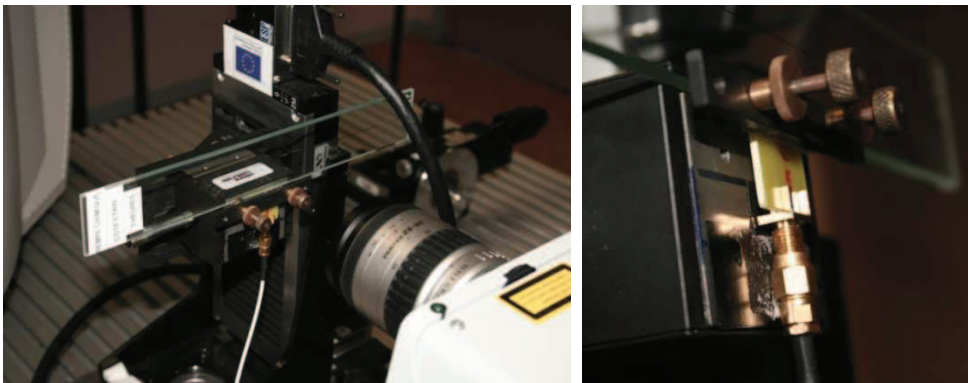
Au chapitre précédent, nous avons montré les potentialités des capteurs IDT pour la caractérisation de structures de type couche sur substrat en exploitant, sur une large gamme de fréquences, la dispersion du premier mode de Rayleigh. Il s'agit dans cette partie de caractériser des échantillons de verre trempés chimiquement. Lors de la trempe, la surface du verre est mise en compression afin d'augmenter de façon importante sa dureté. Cette mise en compression apparaît sur une épaisseur de plusieurs dizaines de microns à la surface avec des contraintes de plusieurs centaines de mégapascals. Nous avons vu au paragraphe §4.1.3.5, que la trempe chimique conférait au verre un profil de contrainte particulier en forme de "U". Ainsi, cette caractéristique permet de faire deux hypothèses : la première est que la contrainte  $\sigma_{tc}$  apportée en surface du verre sur une épaisseur  $e_\sigma$  lors de la mise en compression est uniforme. La deuxième est que l'épaisseur de verre contraint uniformément peut être

considérée comme une couche d'un matériau aux propriétés intrinsèques différentes du verre non contraint.

A partir de ces considérations, nous pouvons donc assimiler nos échantillons de verre à des substrats de verre comportant une couche à caractériser. Cette caractérisation portera sur l'estimation de la contrainte en surface de plaque ainsi que la profondeur de couche contrainte  $e_{\sigma}$ .

### 4.3.1 Protocole expérimental

Les ondes acoustiques de surface de type Rayleigh sont générées par un capteur IDT maintenu sur la plaque de verre. La réception des ondes est effectuée à l'aide d'un interféromètre laser que nous avons présenté au chapitre 3. Le schéma du montage est le même que celui de la figure 3-16 à ceci près que l'échantillon est une plaque de verre trempée chimiquement. Ce nouveau montage est illustré par deux clichés à la figure 4-17.

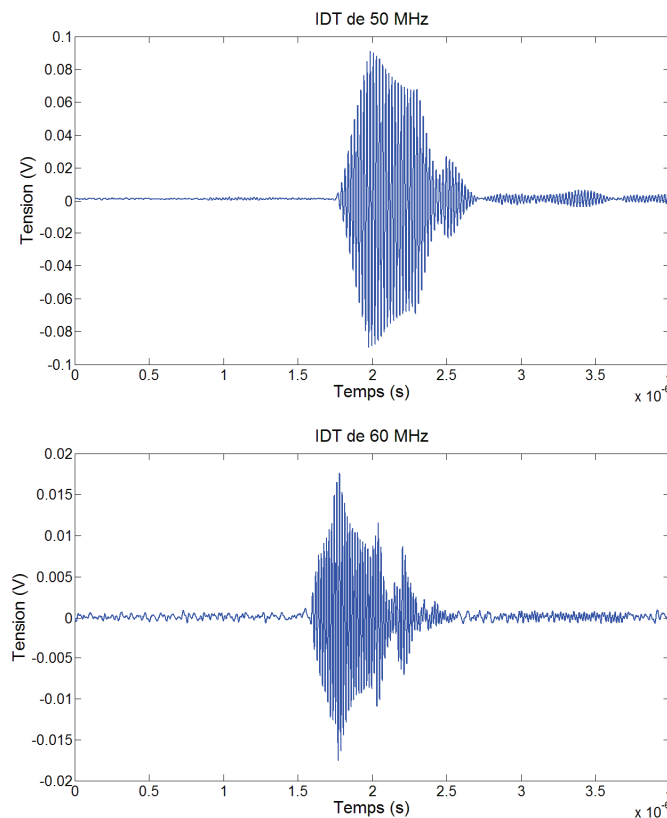


*Figure 4-17 : clichés montrant la caractérisation d'une plaque de verre trempée chimiquement durant 3 heures*

L'image de gauche montre une vue d'ensemble de la génération par un capteur IDT et la réception interférométrique. Le cliché de droite montre la façon dont est maintenu l'IDT sur l'échantillon. L'IDT reste bien fixe et maintenu sur la plaque de verre lors des divers déplacements des tables micrométriques.

Le protocole expérimental est réalisé de la même manière et avec le même matériel que dans le cadre de la caractérisation des échantillons composés d'une couche d'or déposée sur un substrat de verre. Cependant de nouveaux capteurs IDT ont été réalisés aux fréquences 30, 50 et 60 MHz. En effet lors des précédentes campagnes de mesures, nous avons eu un souci dans la réalisation des capteurs IDT de 30 MHz (§2.3.3). Nous avons également pu tester des capteurs IDT de 50 et 60 MHz, car bien que leurs fréquences de travail soient en dehors de la bande passante de l'interféromètre (limité à 45 MHz),

nous avons malgré tout réussi à obtenir avec ces deux capteurs, des niveaux d'amplitude relativement corrects et compatibles avec la méthode d'intercorrélation. La figure 4-18 montre deux exemples de signaux obtenus avec l'interféromètre pour les capteurs IDT fonctionnant à 50 MHz et à 60 MHz sur la plaque de verre. Nous obtenons des niveaux de déplacements des ondes de surface tout à fait corrects malgré la limite fréquentielle de l'interféromètre, et malgré le faible coefficient de réflexion optique du verre par rapport à celui de l'or. Nous observons des tensions de 90 et 17 mV pour les capteurs IDT fonctionnant respectivement à 50 et 60 MHz. Les déplacements relatifs à ces tensions sont, dans l'ordre, 9 et 1,7 Å.



*Figure 4-18 : Mesures interférométriques des déplacements normaux de l'onde de surface générée par des capteurs IDT de 50 et 60 MHz*

Chaque plaque de verre a donc été caractérisée dans la gamme de fréquence 5-60 MHz. Pour les fréquences 5 et 10 MHz, nous avons utilisé les capteurs à coin qui sont bien adaptés à ces fréquences.

Comme précédemment (§3.3.2.1), la réception des divers signaux est effectuée par un ordinateur qui automatise le déplacement des tables. La distance entre l'IDT et la réception interférométrique est cette fois incrémentée de 1 mm (500 µm sur les échantillons or/verre) sur une distance totale de 10 mm, puisque les plaques de verre sont plus longues que les précédents échantillons. Cela permet par la même occasion de réduire l'incertitude sur le déplacement des tables micrométriques. Chaque trajet

sur l'échantillon nous permet de mesurer une dizaine de temps de vol à partir desquels nous obtenons une vitesse moyenne. Cette étape est répétée une vingtaine de fois.

### **4.3.2 Dispersion du mode de Rayleigh sur les plaques de verre trempée chimiquement**

Lors de nos travaux, trois plaques de verre ont été étudiées. Ces plaques ont été trempées chimiquement avec des temps de trempé différents : 3, 16 et 24 heures, nous les nommerons par la suite TC3, TC16 et TC24 respectivement. Chaque plaque a donc été caractérisée entre 5 et 60 MHz en utilisant des capteurs à coin entre 5 et 10 MHz et des transducteurs interdigités quasi-monochromatiques de 15 à 60 MHz. Puisque l'épaisseur des plaques est de 3,9 mm, nous avons pu les considérer comme des substrats semi-infinis. D'autre part, cette épaisseur étant grande devant l'épaisseur des couches contraintes, nous allons considérer nos échantillons comme des structures de type couche sur substrat semi-infini. Pour plus de simplicité, nous parlerons par la suite de couche contrainte et de substrat de verre.

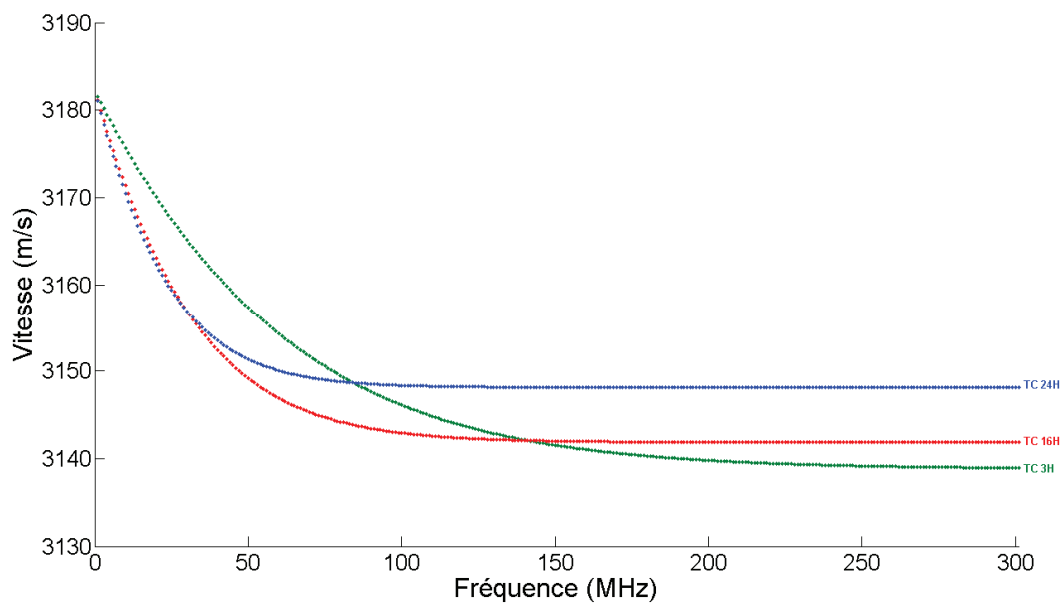
A partir de ces considérations, les courbes de dispersions théoriques ont été tracées pour chaque plaque de verre. Pour déterminer la vitesse de l'onde de Rayleigh, nous utilisons une méthode numérique basée sur une résolution par matrice de transfert [Lefebvre 00 ; Lefebvre 01]. Cette méthode, développée et validée au laboratoire pour l'étude des gradients fonctionnels en opto et microélectronique, permet le calcul numérique de la vitesse de l'onde de Rayleigh dans des structures multicouches où chaque couche doit être définie par sa densité et ses constantes élastiques du second ordre. Cette méthode est parfaitement adaptée dans notre cas puisque l'utilisation des constantes élastiques apparentes permet de tenir compte de la "perturbation" apportée par la présence de la contrainte résiduelle. Les paramètres élastiques (constantes élastiques, densité) du verre utilisés pour ce tracé sont ceux donnés au §4.2.

Les caractéristiques des différentes plaques de verre trempées fournies par le fabricant sont regroupées dans le tableau 4-9. Ces données serviront de base pour l'inversion. Il est à noter que ces valeurs nous ont été données par l'industriel qui nous a fourni les plaques il y a sept ans lors du travail de thèse de Dany Devos [Devos 06]. A l'époque, ne disposant pas de capteurs IDT, seules quelques mesures avaient pu être effectuées entre 5 et 10 MHz. D'autre part, nous n'avons pas pu vérifier le niveau de contrainte actuel des plaques puisqu'il n'existe pas, à notre connaissance de moyen qui le permette. Il est possible qu'une certaine relaxation ait pu avoir lieu au cours de ces sept années.

Plaque verre trempée chimiquement	contrainte $\sigma_{tc}$ (MPa)	épaisseur contrainte $e_{\sigma}$ ( $\mu\text{m}$ )
24H TC24	-535	34,8
16H TC16	-634	25,8
3H TC3	-682	13,4

*Tableau 4-9 : Caractéristiques des différentes plaques de verre trempées chimiquement apportées par le fournisseur*

Un premier tracé des courbes de dispersion théoriques de chaque plaque de verre a d'abord été effectué sur une plage de fréquences allant jusqu'à 300 MHz. En prenant pour référence les données fournisseur, il est extrêmement intéressant d'analyser l'influence aussi bien de la contrainte que de l'épaisseur de la couche sur la vitesse de phase de l'onde de surface. Ces courbes sont représentées à la figure 4-19.

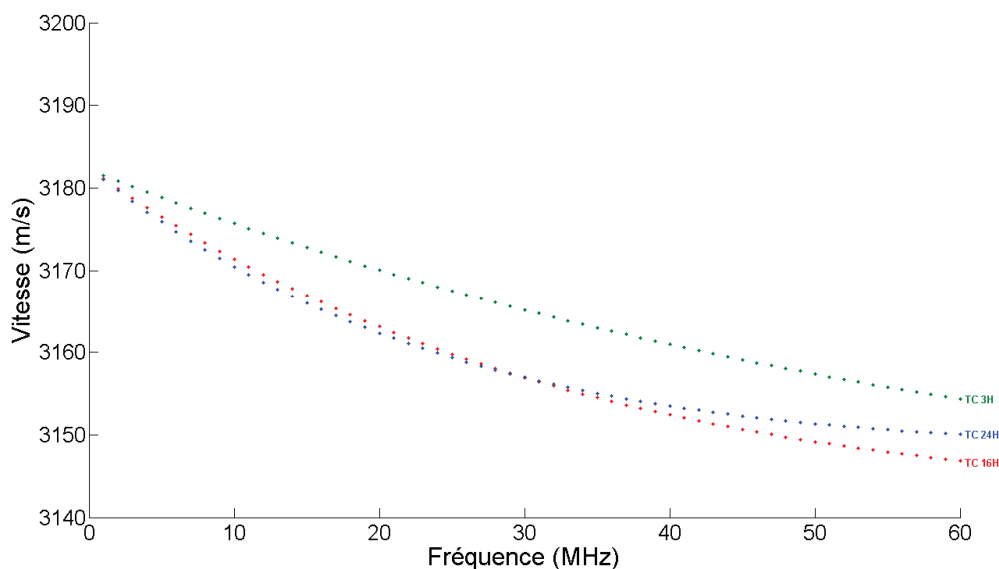


*Figure 4-19 : Vitesses de phase du premier mode de Rayleigh pour trois plaques de verre trempées chimiquement*

Ces contraintes sont des contraintes de compression uniformes présentant un champ de contraintes biaxial (état plan de contraintes). Nous constatons que la vitesse de l'onde de surface est diminuée par la présence de la couche compte-tenu du fait que cette onde est ralentie en présence d'une contrainte de compression.

Etant donné que plus la durée de la trempe est longue, plus l'épaisseur de la couche contrainte est grande et plus la valeur de contrainte diminue, il devient alors possible d'interpréter l'évolution de la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh au fur et à mesure que la fréquence augmente. En effet, en basse fréquence, la longueur d'onde de l'onde de surface est très grande devant l'épaisseur de verre contraint et la vitesse de phase de l'onde est essentiellement conditionnée par les caractéristiques du substrat. En second lieu, c'est l'épaisseur de la couche contrainte qui influencera le plus la vitesse de l'onde. C'est-à-dire que l'on observe la plus grande diminution de vitesse sur la plaque trempée durant 24 heures (celle ayant la plus grande épaisseur contrainte) ; ceci apparaît sur la figure 4-19 dans la plage de fréquences entre 0 et 25 MHz. En très haute fréquence (au-delà de 150 MHz environ), la longueur d'onde est de l'ordre des épaisseurs des couches contraintes, ce qui signifie que la plaque de verre ayant la plus forte contrainte en surface influencera le plus l'onde de Rayleigh. Sur les courbes de dispersion, la plus petite vitesse de phase est observée pour la plaque TC3 qui possède la contrainte la plus forte en surface.

Revenons désormais dans la gamme fréquentielle qui nous concerne avec la figure 4-20. Il s'agit de la même façon qu'au précédent chapitre d'exploiter la variation de vitesse de phase afin d'obtenir, par inversion, de bonnes précisions sur les valeurs de contrainte  $\sigma_{tc}$  et d'épaisseur de couche contrainte  $e_{\sigma}$ .



*Figure 4-20 : Vitesses de phase du premier mode de Rayleigh pour trois plaques de verre trempées chimiquement dans la gamme 0-60 MHz*

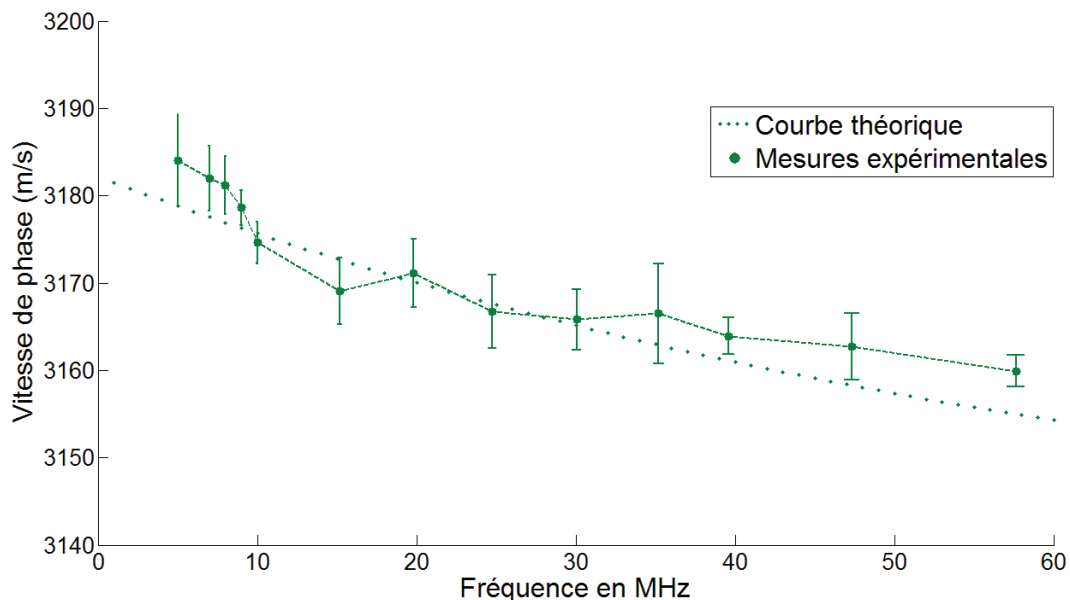
Nous pouvons observer que sur une plage de fréquences allant jusque 60 MHz, les variations de vitesses sont de l'ordre d'une trentaine de mètres par seconde, ce qui est inférieur aux variations que

nous avons eues lors de la caractérisation des couches d'or et justifie de surcroît la nécessité de monter en fréquence par l'utilisation des capteurs IDT de 50 et 60 MHz.

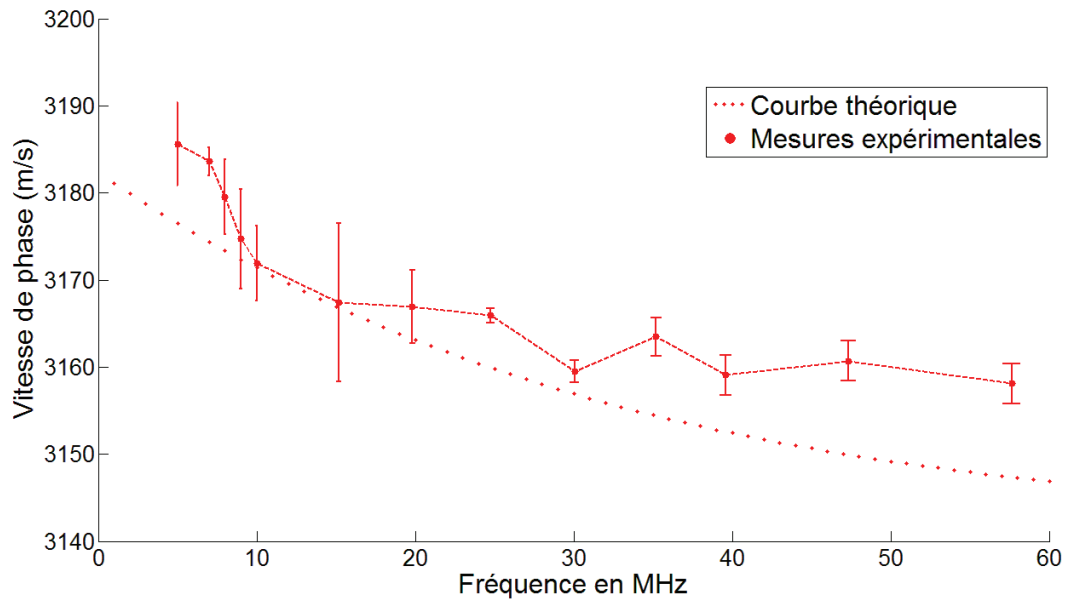
### 4.3.3 Résultats expérimentaux

Les figures 4-21 à 4-23 représentent les mesures de vitesses expérimentales obtenues pour chacune des plaques de verre étudiées. A chaque fréquence utilisée, nous avons effectué une moyenne sur une vingtaine de vitesses et calculé l'écart-type. L'ensemble est reporté sur les figures de la manière suivante : les moyennes des vitesses de phase sont représentées par des points avec une dispersion sur les valeurs de plus ou moins l'écart-type représentée par des barres d'erreur. Les tracés expérimentaux des vitesses de phase sont accompagnés des courbes de dispersion théoriques de la figure 4-20 qui leur sont associées.

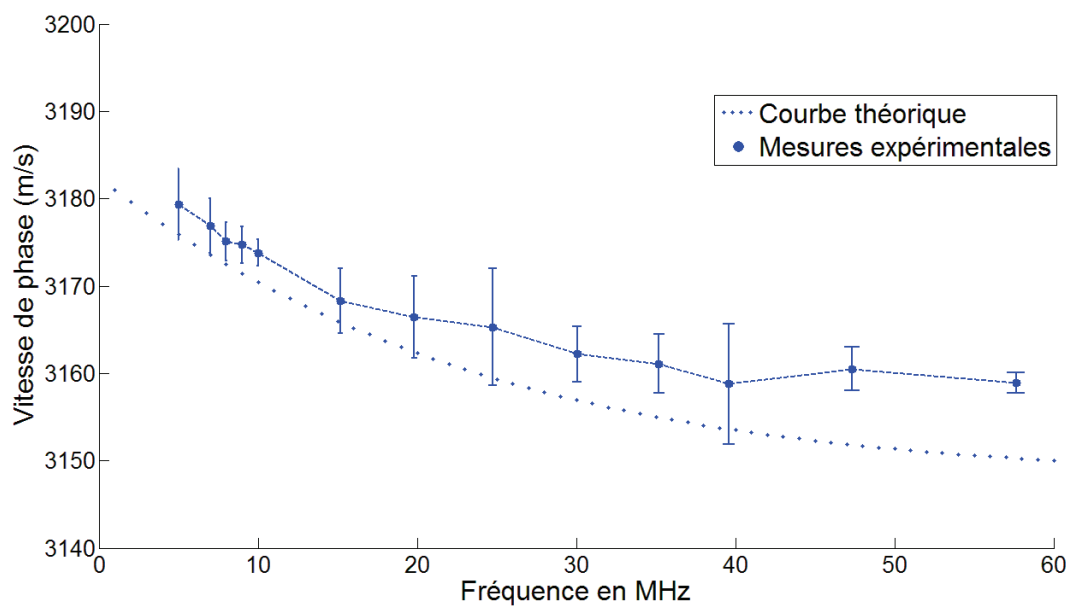
Au vu de ces résultats expérimentaux, il apparaît clairement que les valeurs de  $\sigma_{tc}$  et de  $e_{\sigma}$  fournies par le fabricant ne correspondent pas parfaitement à celles que possèdent les plaques au moment de la campagne de mesures. Aussi, il s'agit maintenant de remonter par inversion aux valeurs de contraintes et d'épaisseurs de couche contrainte des plaques de verre à partir des résultats expérimentaux obtenus sur ces échantillons.



*Figure 4-21 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC3.*



*Figure 4-22 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC16.*



*Figure 4-23 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC24.*

#### 4.3.4 Méthode d'inversion

La méthode d'inversion utilisée ici consiste à rechercher la combinaison de valeurs de contrainte  $\sigma_{tc}$  et d'épaisseur de couche contrainte  $e_{\sigma}$  pour chacune des 3 plaques de verre de manière à obtenir les vitesses de propagation théoriques les plus proches possibles de celles mesurées expérimentalement.

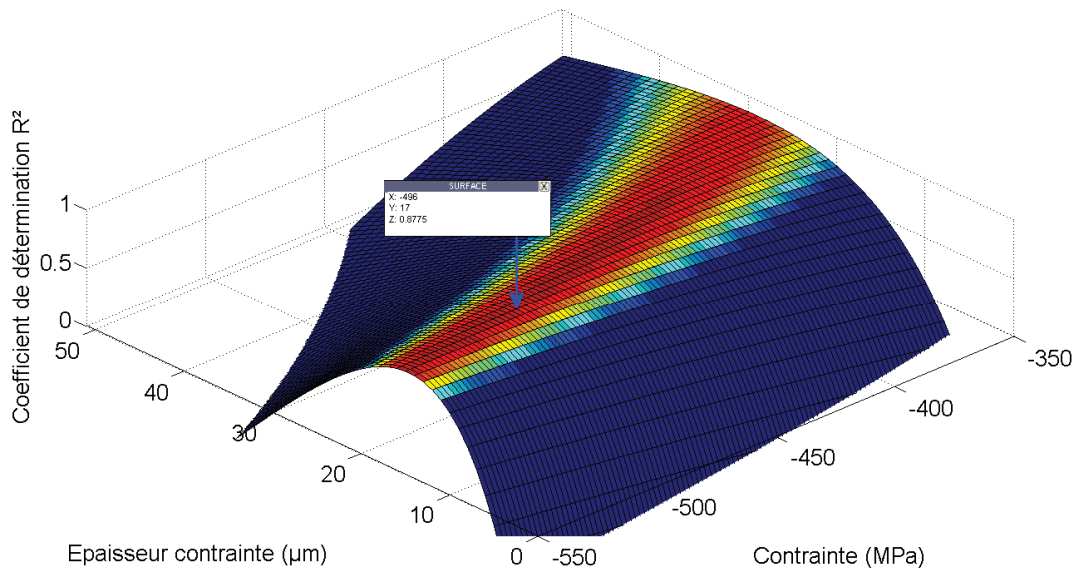


A partir des valeurs de contraintes fournies par le fabricant des plaques de verre et des estimations des constantes élastiques, nous avons obtenu les valeurs théoriques des vitesses de phase dans la plage de fréquences de travail, que nous avons prises comme paramètres initiaux pour l'inversion. Par la suite, nous avons appliqué une routine de minimisation au sens des moindres carrés (Eq 3.18) afin d'obtenir le couple  $(\sigma_{tc}, e_\sigma)$  pour lequel les valeurs théoriques de vitesses de phase soient les plus proches possibles de celles mesurées expérimentalement. Grâce à cette routine développée sous MATLAB<sup>®</sup>, nous avons ainsi pu tester plusieurs valeurs de contraintes et, pour chacune d'entre elles, plusieurs épaisseurs  $e_\sigma$ . Nous avons choisi au départ deux intervalles, l'un pour les contraintes et l'autre pour les épaisseurs, dans lesquels nous sommes certains d'y trouver un coefficient de détermination  $R^2$  maximal. Le pas sur la contrainte a été fixé à 10 MPa et le pas sur l'épaisseur a été fixé à 5  $\mu\text{m}$  pour des plages de contraintes allant de -800 MPa à -200 MPa et pour des épaisseurs de couches de 1  $\mu\text{m}$  à 101  $\mu\text{m}$ . D'autre part, nous avons répété cette inversion pour plusieurs couples  $(E, \nu)$  donnant des valeurs de vitesse de l'onde de Rayleigh à  $\pm 0,25\%$ . L'ensemble des essais effectués nous a conduit à conserver les valeurs initiales du couple  $(E, \nu)$  donné dans le tableau 4-4 pour la suite de notre analyse.

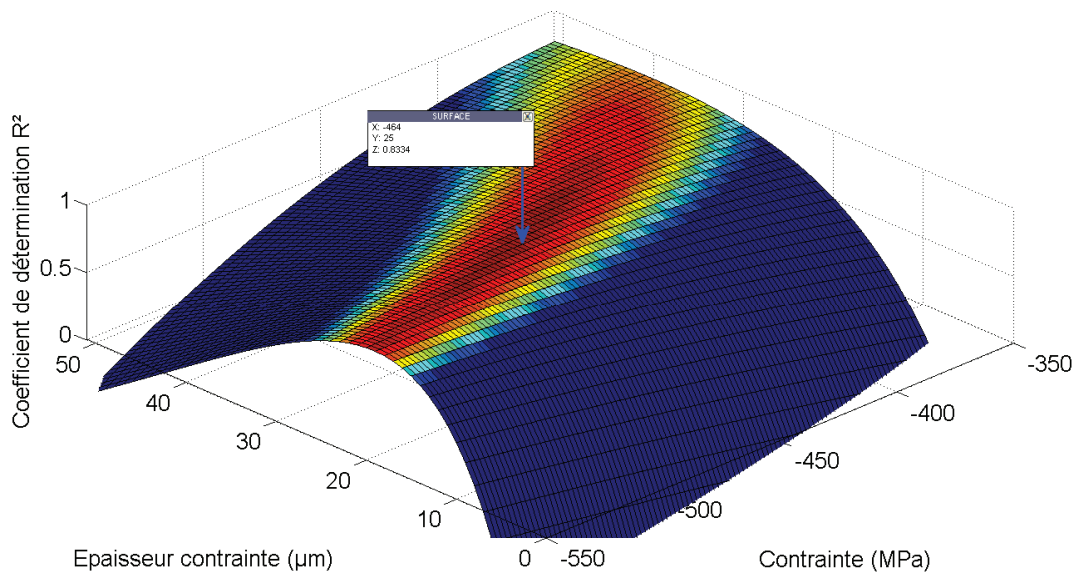
### 4.3.5 Estimation des contraintes résiduelles par onde de Rayleigh

L'inversion a été appliquée sur les 3 plaques de verre TC3, TC16, et TC24. Les paramètres qui influencent le plus les courbes de dispersion sont les paramètres élastiques du verre non contraint, puis les deux paramètres contrainte et épaisseur de couche contrainte.

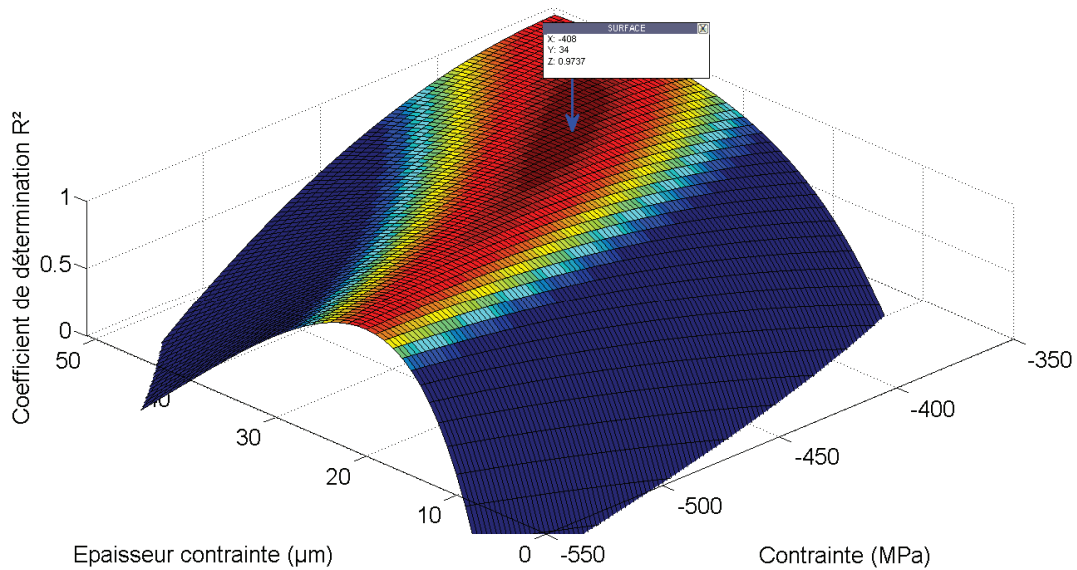
Une première série de résultats nous a permis d'avoir une première estimation sur les couples de valeurs  $(\sigma_{tc}, e_\sigma)$  de chacune des plaques. Afin d'améliorer la précision sur ces valeurs, nous avons ensuite relancé l'inversion en prenant cette fois un pas cinq fois plus fin sur la contrainte et sur l'épaisseur de couche contrainte, mais également en restreignant les intervalles d'étude. Nous avons donc balayé l'intervalle de la contrainte de -550 à -350 MPa avec un pas de 2 MPa et pour chaque contrainte, nous avons fait varier l'épaisseur de couche contrainte de 1 à 51  $\mu\text{m}$  avec un incrément de 1  $\mu\text{m}$ . Afin de représenter les résultats obtenus, nous avons opté pour une représentation tridimensionnelle du coefficient de détermination  $R^2$ , relative à chacune des plaques, sous forme de nappes. Grâce à cette représentation graphique, il est possible de visualiser l'évolution du  $R^2$  en fonction de la contrainte et de l'épaisseur de couche contrainte (Figure 4-24 à 4-26).



*Figure 4-24 : Nappe relative à la plaque de verre TC3*



*Figure 4-25 : Nappe relative à la plaque de verre TC16*



*Figure 4-26 : Nappe relative à la plaque de verre TC24*

A partir de cette représentation, nous obtenons les différents couples  $(\sigma_{tc}, e_{\sigma})$  pour lesquels le coefficient de détermination  $R^2$  est maximal. Les différentes valeurs de  $R^2$ , d'épaisseurs et de contraintes ont été reportés sur les tableaux 4-10, 4-11 et 4-12. Nous y avons également rappelé les valeurs fournies par le fabricant des plaques et fait figurer les écarts de nos mesures par rapport aux leurs.

plaque	$R^2$ maximal
TC3	0,8775
TC16	0,8334
TC24	0,9737

*Tableau 4-10 : Coefficients de détermination  $R^2$  obtenus par la méthode d'inversion*

Concernant les résultats d'inversion obtenus sur les épaisseurs des couches contraintes, il ressort que les épaisseurs obtenues confirment la variation en profondeur avec la durée de la trempe chimique. Par ailleurs, ces valeurs sont en parfait accord avec celles prédites par le procédé de trempe mis en œuvre dans l'industrie du verre. L'écart qui apparaît sur la plaque TC3 (3,6  $\mu\text{m}$ ), bien que relativement faible, pourrait être amélioré en prolongeant la gamme de fréquences.

plaque	Epaisseur $e_{\sigma}$ en $\mu\text{m}$		Ecart ( $\mu\text{m}$ )
	Données fournisseur	Valeurs expérimentales	
TC3	13,4	17	-3,6
TC16	25,8	25	0,8
TC24	34,8	34	0,8

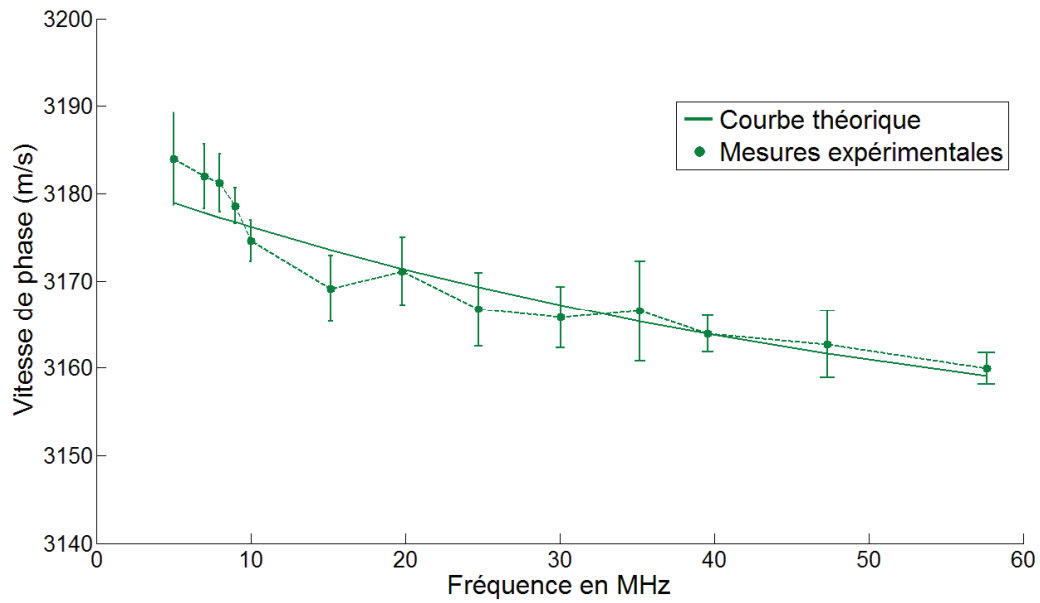
*Tableau 4-11 : Récapitulatif des résultats de l'inversion testée sur 3 plaques de verres trempés chimiquement*

Concernant les résultats d'inversion relatifs aux valeurs de contraintes (tableau 4-8) dans les couches, nous pouvons constater qu'ils sont tout à fait cohérents avec ce que la méthode de renforcement par trempe chimique peut procurer au verre. En effet, nous avons vu que lors d'une trempe chimique, le temps de trempe influait sur la valeur de contrainte et sur la profondeur de couche contrainte. La contrainte la plus élevée est celle contenue dans la plaque où la trempe effectuée est la plus courte, ce qui est bien le cas ici. Il est à noter cependant que ces valeurs sont inférieures de 25% environ par rapport à celles du fournisseur. Nous pensons qu'une relaxation progressive des contraintes à pu se produire et causer cet écart. Toutefois ces valeurs restent très satisfaisantes, en ce sens qu'elles sont conformes avec des valeurs typiquement obtenues par trempe chimique.

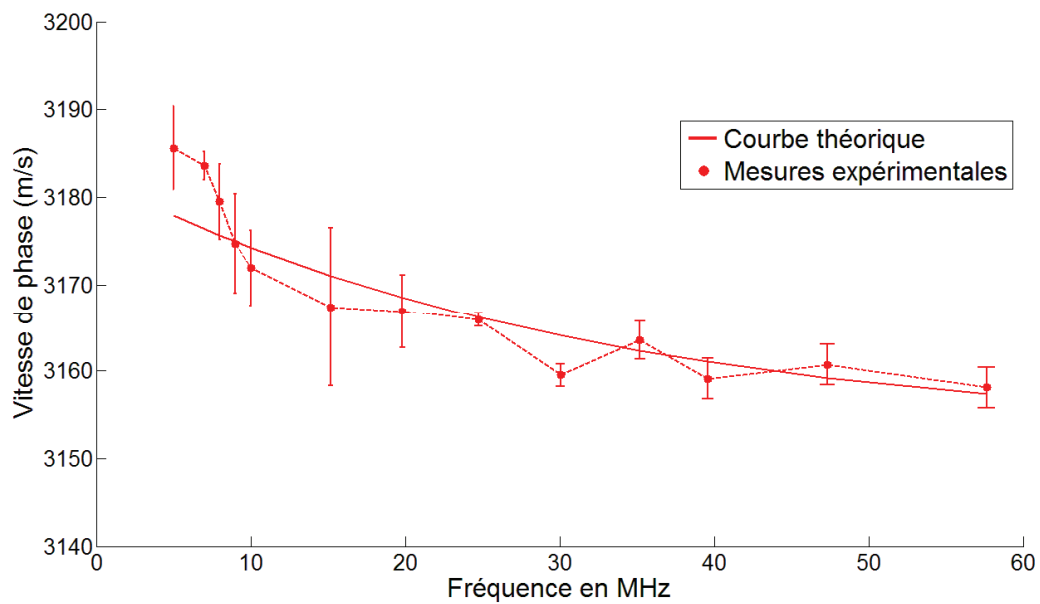
plaque	Contrainte $\sigma_{tc}$ en MPa		Ecart (%)
	Données fournisseur	Valeurs expérimentales	
TC3	-682	-496	27,3
TC16	-634	-464	26,8
TC24	-535	-408	23,7

*Tableau 4-12 : Estimations sur les valeurs de contraintes obtenues par la méthode d'inversion*

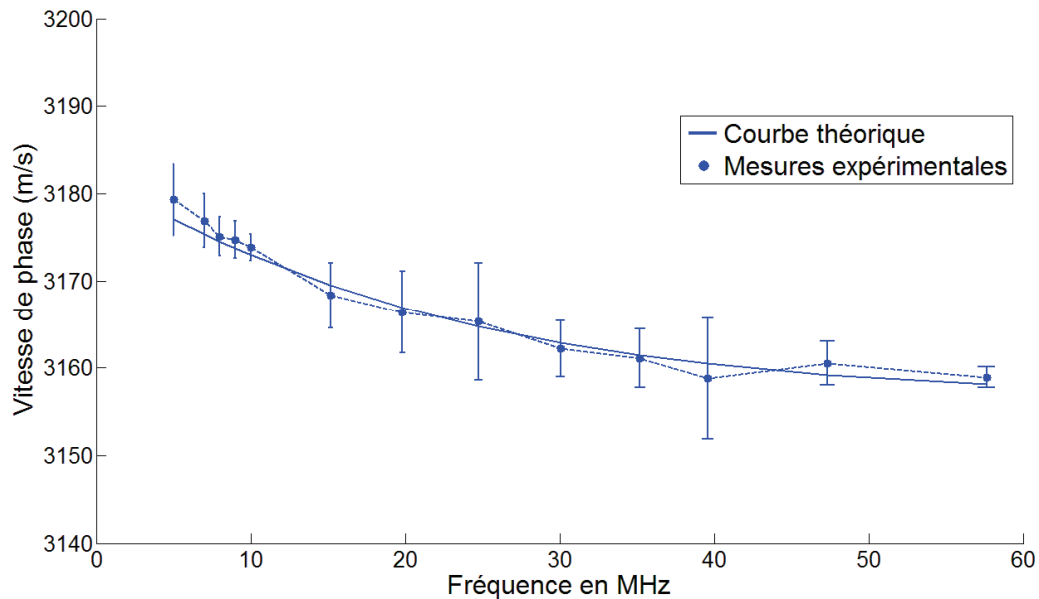
A partir de chacun des ces couples, nous pouvons dès lors retracer les nouvelles courbes de dispersion des vitesses de phase théoriques qui leur sont associées. Ces tracés font l'objet des figures 4-27 à 4-29. Ces nouveaux tracés de courbes de dispersion montrent des résultats très satisfaisants pour chaque plaque.



*Figure 4-27 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC3 après inversion*



*Figure 4-28 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC16 après inversion*



*Figure 4-29 : Courbes de dispersion théorique et expérimentale de la vitesse de phase sur la plaque de verre TC24 après inversion*

## Conclusion

Dans ce dernier chapitre, nous avons jugé utile et intéressant d'effectuer une synthèse sur le verre. Nous l'avons présenté tel un matériau fragile et amorphe possédant diverses autres propriétés mécaniques, optiques et élastiques qui en font un matériau très usité dans bon nombre d'applications, en perpétuelle évolution. Après avoir apporté un éclairage sur la notion d'état vitreux et de ses propriétés, nous avons décrit les différentes étapes d'élaboration et de mise en forme du verre. Les principales familles de verre et leurs applications particulières ont été passées en revue. Nous avons ensuite porté notre attention sur le renforcement du verre en présentant les deux principales méthodes : la trempe thermique et la trempe chimique. En effet, compte-tenu de la fragilité du verre face aux chocs thermiques et aux contraintes mécaniques, l'intérêt du renforcement du verre est devenu un besoin impératif. A la suite de ces rappels, nous avons choisi de caractériser des plaques de verres trempées chimiquement car le profil en "□" que procure cette trempe, nous a permis d'assimiler ces plaques à des substrats de verre possédant une couche contrainte uniformément sur une épaisseur à déterminer avec la valeur de contrainte associée. Le réel intérêt des ondes acoustiques de surface hautes fréquences a de nouveau été montré, de même que les potentialités des capteurs IDT pour la caractérisation de telles structures jusqu'à des fréquences de 60 MHz. Leur propriété quasi-monochromatique a été mise à l'épreuve pour mesurer précisément les vitesses de phase sur chaque plaque. Grâce à la résolution du problème inverse, nous avons été en mesure d'engendrer des résultats

très satisfaisants. Nous avons obtenu des estimations de valeurs de contraintes et d'épaisseurs de couche contrainte tout à fait cohérentes avec la méthode de renforcement par trempe chimique. L'ensemble des résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre permet d'asseoir la sensibilité et la pertinence de la méthode proposée pour la caractérisation ultrasonore de structures à gradient de contrainte.

# Conclusion générale

Le principal enjeu de ce travail de thèse a été de démontrer les potentialités d'une méthode de caractérisation ultrasonore originale, utilisant des MEMS de type IDT-SAW, adaptée et optimisée pour la caractérisation des propriétés physiques et structurelles de structures à couche et à gradient de contrainte.

La solution proposée dans cette étude repose premièrement sur l'utilisation de l'onde de surface sur une large gamme de fréquences. Deux raisons essentielles motivent ce choix. Tout d'abord, l'onde en question est une onde de surface dont l'énergie qu'elle véhicule se trouve confinée au voisinage de la surface, ce qui la rend particulièrement sensible aux caractéristiques des couches et aux contraintes de surface. La deuxième raison réside dans le fait qu'en présence d'une couche ou d'un champ de contrainte non uniforme, cette onde de surface devient dispersive. La caractérisation de ces structures devient alors possible en mettant à profit ce phénomène de dispersion. En effet, les mesures absolues de vitesses, à partir desquelles on obtient les informations sur les structures sont toujours déterminées avec une certaine précision et c'est précisément en exploitant cette variation importante de vitesse due à la dispersion, que nous avons pu obtenir, par inversion, des précisions intéressantes sur les caractéristiques des structures à couche et à gradient.

La solution proposée dans le cadre de cette étude repose deuxièmement sur la mise en œuvre de capteurs MEMS de type IDT-SAW, permettant la génération d'ondes acoustique de surface en haute fréquence et "adaptables" aux structures considérées. En effet, les épaisseurs des couches et des zones contraintes à caractériser sont de l'ordre du micron. Il est donc indispensable de travailler jusqu'à des fréquences de quelques dizaines de mégahertz. Afin de couvrir efficacement toute cette gamme de fréquences (5-60 MHz), nous avons montré que l'emploi de capteurs IDT répond parfaitement à ce besoin. Il est à noter également que le fait d'avoir privilégié l'utilisation de ces capteurs en régime quasi-monochromatique, a permis l'obtention directe et avec précision des vitesses de phase de l'onde de Rayleigh. Ces capteurs interdigités ont été adaptés aux fréquences de travail utiles à cette étude (10-60 MHz) et nous les avons optimisés en modélisant leur comportement et en effectuant divers essais et caractérisations.

Dans la littérature scientifique, nous retrouvons assez peu d'articles concernant l'utilisation des capteurs interdigités pour la caractérisation et le CND. Dans ce travail de thèse dédié à cette finalité, nous nous distinguons assez nettement de ces travaux antérieurs car nous nous sommes non pas intéressés à la détection de défauts et de fissures mais à la caractérisation élastique, géométrique et mécanique de structures. Ensuite, nous avons privilégié un simple contact entre les capteurs IDT et les



échantillons analysés ce qui donne bien évidemment la possibilité d'utiliser les capteurs IDT avec les mêmes facilités que les capteurs classiques (capteurs à coin et à peigne).

Le premier chapitre a été consacré au rappel des définitions des différents tenseurs et des principaux résultats utilisés en élasticité ainsi que des relations tensorielles générales régissant les phénomènes piézoélectriques. Après une brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées par des structures typiques telles qu'une interface entre deux solides, une plaque ou une structure couche sur substrat, nous avons également passé en revue les équations fondamentales de la propagation des ondes élastiques dans un milieu contraint et non contraint. Nous nous sommes intéressés en particulier à la propagation d'une onde de Rayleigh dans un milieu piézoélectrique puis dans un milieu en présence d'un champ de contrainte uniforme.

Dans le deuxième chapitre, nous avons premièrement retracé succinctement l'histoire des capteurs à ondes acoustiques de surface et effectué un état de l'art sur leur utilisation pour le CND. Une deuxième partie de ce chapitre a été consacrée à la technologie de réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface. Nous avons détaillé la manière dont sont généralement conçus les transducteurs interdigités au travers des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces, mais également comment s'effectue la génération des ondes acoustiques de surface sur un substrat piézoélectrique tel que le niobate de lithium. Ensuite, en nous aidant des résultats de modélisation, nous avons réalisé plusieurs séries de capteurs IDT que nous avons caractérisés électriquement et acoustiquement. De bons accords ont été constatés entre les résultats de la modélisation et ceux observés expérimentalement. Enfin, nous avons pu aboutir à la réalisation d'un ensemble d'IDT fonctionnels dans la gamme de fréquences 10-60 MHz, ce qui nous a permis de les mettre en œuvre pour la caractérisation de structures à couche mince et à gradient de contrainte.

Dans le troisième chapitre, les paramètres élastiques des échantillons analysés se présentant sous la forme d'une couche d'or déposée sur substrat de verre ont pu être déterminés en même temps que l'épaisseur des couches. L'intérêt ici a été de montrer les potentialités des ondes acoustiques de surface hautes fréquences générées par IDT pour caractériser ces structures. Différents capteurs ont été réalisés, caractérisés et utilisés pour couvrir une large gamme de fréquences (5 à 45 MHz). Les mesures d'épaisseur ont pu être confirmées par comparaison à des mesures réalisées à l'aide d'un profilomètre de haute précision. Les résultats ont permis de mettre en évidence les potentialités de la méthode proposée pour la caractérisation non destructive de structures de type couche sur substrat.

Le quatrième et dernier chapitre a été consacré à la caractérisation de plaques de verre trempées chimiquement afin d'en tirer les estimations de contraintes et d'épaisseurs des zones contraintes. Nous avons jugé utile et intéressant d'effectuer dans une première partie une synthèse sur le verre. Nous l'avons présenté tel un matériau fragile et amorphe possédant diverses autres propriétés mécaniques,

optiques et élastiques qui en font un matériau très usité dans bon nombre d'applications, en perpétuelle évolution. Après avoir apporté un éclairage sur la notion d'état vitreux et de ses propriétés, nous avons décrit les différentes étapes d'élaboration et de mise en forme du verre. Les principales familles de verre et leurs applications particulières ont été passées en revue. Nous avons ensuite porté notre attention sur le renforcement du verre en présentant les deux principales méthodes : la trempe thermique et la trempe chimique. En effet, compte-tenu de la fragilité du verre face aux chocs thermiques et aux contraintes mécaniques, l'intérêt du renforcement du verre est devenu un besoin impératif. A la suite de ces rappels, nous avons décrit la procédure d'inversion utilisée pour la caractérisation des plaques de verres trempées chimiquement car le profil en "L" que procure cette trempe nous a permis d'assimiler ces plaques à des substrats de verre chargés par une couche présentant une contrainte uniforme. L'étude de caractérisation a donc consisté en la détermination de l'épaisseur de cette couche et de la contrainte associée. Le réel intérêt des ondes acoustiques de surface hautes fréquences a de nouveau été mis en évidence, de même que les potentialités des capteurs IDT pour la caractérisation de telles structures jusqu'à des fréquences de 60 MHz. Leur propriété quasi-monochromatique a été mise à l'épreuve pour mesurer précisément les vitesses de phase sur chaque plaque. Grâce à la résolution du problème inverse, nous avons été en mesure d'engendrer des résultats très satisfaisants. Nous avons obtenu des estimations de valeurs de contraintes et d'épaisseurs de couche contrainte tout à fait cohérentes avec la méthode de renforcement par trempe chimique. L'ensemble des résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre permet d'asseoir la sensibilité et la pertinence de la méthode proposée pour la caractérisation ultrasonore de structures à gradient de contrainte.

Dans la perspective de cette étude, il sera utile d'élargir la gamme fréquentielle de travail. Cela nous permettra d'accroître la sensibilité de caractérisation des couches et d'analyser des dépôts encore plus fins. La méthode proposée étant validée pour un revêtement métallique, il serait également intéressant de la mettre en œuvre sur d'autres types de couches telles que celles obtenues par la technique Sol-Gel.



## Références bibliographiques

- [Abramczyk 05] H. Abramczyk  
**Introduction to Laser Spectroscopy,**  
Chemistry Department, Technical University, Lodz, Poland, Elsevier Science Ltd (6 mai 2005)
- [Acolatse 97] A. K. Acolatse  
**Etude et réalisation de transducteurs à peignes interdigités sur GaAs dans la bande 100MHz-1GHz en vue de la réalisation de circuits mixtes acousto-opto-électroniques**  
Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (1997)
- [Aharoni 85] A. Aharoni  
**Near-field analysis of the knife-edge technique**  
Applied Optics. Vol. 24, N°18 (1985).
- [Arfken 85] G. Arfken,  
**Mathematical Methods for Physicists,**  
3rd ed., Orlando, FL: Academic Press, p428-436 (1985)
- [Assouar 01] M.B. Assouar, F. Bénédic, O. Elmazria, M. Belmahi, R. Jiménez Riobòo, P. Alnot  
**MPACVD diamond films for surface acoustic wave filters**  
Diamond and Related Materials, Vol. 10, p681-685, (2001)
- [Attal] J. Attal,  
**Microscopie acoustique**  
Techniques de l'ingénieur, R1 402
- [Aubert 10] T. Aubert  
**Contribution à l'élaboration de capteurs sans-fil, opérant à très haute température (500-1000°C), à base de dispositifs à ondes élastiques de surface : choix des matériaux constitutifs.**  
Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, (2010)
- [Auld 73] B. A. Auld  
**Acoustic fields and waves in solids**  
Volume 1, John Wiley and Sons, (1973).

- [Barton 05], Barton, J. et Guillemet, C.  
**Le verre Science et Technologie**  
EDP Science, ISBN 2-86883-789-1, 2005
- [Bellan 04] C. Bellan, J. Dhers  
**Evaluation of Young modulus of CVD coatings by different techniques**  
Thin Solid Films, Vol. 469–470, p214–220, (2004)
- [Bessot 85] J.J. Bessot,  
**Dépôts par évaporation sous vide,**  
Techniques de l'ingénieur, M1655, (1985).
- [Biot 40] M. A. Biot  
**The Influence of Initial Stress on Elastic Waves**  
J. Appl. Phys., Vol. 11, p522-530, (1940)
- [Bonello 97] B. Bonello, B. Perrin, E. Romatet, J. C. Jeannet,  
**Application of the picosecond ultrasonic technique to the study of elastic and time-resolved thermal properties of materials,**  
Ultrasonics, Vol. 35, p223-231, (1997)
- [Bridoux 72] E. Bridoux, J. M. Rouvaen, M. Delannoy et M. Moriamez  
**Intéraction non linéaire de deux ondes acoustiques superficielles se propageant en sens opposés à la surface d'un cristal piézoélectrique.**  
Journal De Physique, Colloque C6, supplément au n° 11-12, Tome 33, Nov.-Déc. 1972, p.245
- [Burke 95] J. V. Burke, M. C. Ferris,  
**A Gauss-Newton method for convex composite optimization**  
Math. Program., vol. 71, p179 (1995)
- [Campbell 70] James J. Campbell and William R. Jones  
**Propagation of Piezoelectric Surface Waves on Cubic and Hexagonal Crystals**  
J. Appl. Phys., Vol. 41, p2796-2801, (1970)
- [Campbell 98] Colin K. Campbell  
**Surface acoustic wave devices for mobiles and wireless communications**  
Ed. Academic Press, (1998)

- [Carré 96], Carré, H.  
**Etude du comportement à la rupture d'un matériau fragile précontraint: le verre trempé**  
Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 1996
- [Castaings 99] M. Castaings R. S. C. Monkhouse, M. J. S. Lowe, P. Cawley  
**The Performance of Flexible Interdigital PVDF Lamb Wave Transducers**  
ACUSTICA. acta acustica, Vol. 85, p842- 849, (1999)
- [Cavaillé 99] Cavaillé, D., Levelut, C., Violla, R., Vacher, R., Le Bourhis, E.  
**Third-order elastic constants determination in soda-lime-silica glass by brillouin scattering**  
Journal of Non-Crystalline Solids 260, 235-241, 1999
- [Clair 99] Bruno Clair, Gilles Despaux, Bernard Chanson et Bernard Thibaut  
**Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux**  
Annals of Forest Science, Vol. 57, p335–343, (2000)
- [De Cicco 08] Giorgio De Cicco, Bruno Morten  
**New approach to the excitation of plate waves for piezoelectric thick-film devices**  
Ultrasonics, Vol. 48, p697–706, (2008)
- [Deboucq 11] J. Deboucq, M. Duquennoy, M Ouafthouh, F Jenot, J. Carlier, and M Ourak  
**Development of interdigital transducer sensors for non-destructive characterization of thin films using high frequency Rayleigh waves**  
Rev. Sci. Instrum. 82, 064905 (2011)
- [Defranould] P. Defranould, P. Wright,  
**Filtres à ondes de surface**  
Techniques de l'ingénieur, E2 200
- [Deuflhard 04] P. Deuflhard,  
**Newton Methods for Nonlinear Problems. Affine Invariance and Adaptive Algorithms**  
Springers Series in Computational Mathematics, vol. 35, (Springer, Berlin, 2004)
- [Deneuille 09] F. Deneuille, M. Duquennoy, M. Ouafthouh, F. Jenot, M. Ourak et S. Desvaux,  
**Coupled analysis of high and low frequency resonant ultrasound spectroscopy: Application to the detection of defects in ceramic balls**  
Rev. Sci. Instrum., vol. 80, p5 (2009)

- [Devos 06] D. Devos  
**Estimation des contraintes résiduelles dans le verre par méthode ultrasonore**  
Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (2010)
- [Dieulesaint 74] E. Dieulesaint, D. Royer  
**Ondes élastiques dans les solides**  
Application au traitement du signal, Ed. Masson et Cie, (1974)
- [Duquennoy 97] M. Duquennoy  
**Analyse ultrasonore des contraintes résiduelles dans les alliages d'aluminium par ondes de Rayleigh**  
Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (1997)
- [Duquennoy 06] M. Duquennoy, M. Ouaftouh, F. Jenot, D. Lochenies, et E. Romero  
**Ultrasonic evaluation of residual stresses in flat glass tempering: Comparing experimental investigation and numerical modeling**  
J. Acoust. Soc. Am., vol. 119(6), p3773 (2006).
- [Duquennoy 08] M. Duquennoy, M. Ouaftouh, D. Devos, F. Jenot, and M. Ourak  
**Effective elastic constants in acoustoelasticity**  
Appl. Phys. Lett. 92, 244105 (2008)
- [Engan 67] H. Engan, K.A. Ingebrigtsen and A. Tønning  
**Elastic surface waves in  $\alpha$ -quartz: observation of leaky surface waves**  
Appl. Phys. Lett, Vol. 10, p311-313, (1967)
- [Farnell 71] G. W. Farnell, E. L. Adler,  
**Elastic wave propagation in thin layers**  
Physical Acoustics, Ed. W. P. Mason et R. N. Thurston, Vol. 9, (1971)
- [Feuillard 93] G. Feuillard, M. Lethiecq, Y. Amazit, D. Certon, C. Millar, et F. Patat  
**Experimental determination of the surface acoustic wave properties of new fine grain piezoelectric ceramics**  
J. Appl. Phys., Vol. 74, p6523-6529, (1993)
- [Feuillard 94] G. Feuillard, L. P. Tran-Huu-Hue, L. Tessier, C. E. Millar, and M. Lethiecq  
**Study of mechanical and dielectric losses contribution to the surface-acoustic-wave attenuation in piezoelectric ceramics**  
J. Appl. Phys. Vol. 77 (7), 1 April 1995

- [Fu 05] Q. Fu, H. Stab, W-J. Fischer  
**Wireless passive SAW sensors using single-electrode-type IDT structures as programmable reflectors**  
Sensors and Actuators A, vol. 122, p203-208, (2005)
- [Gadaud 03] Gadaud, P., Pautrot, S.  
**Characterization of the elasticity and anelasticity of bulk glasses by dynamical subresonant and resonant techniques**  
Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 316, p. 146-152, 2003
- [Gavignet 95] E. Gavignet, S. Ballandras and E. Bigler  
**Theoretical analysis of surface transverse waves propagating on a piezoelectric substrate under shallow groove or thin metal strip gratings**  
J. Appl. Phys, Vol. 77, p6228-6233, (1995)
- [Georgel 08] V. Georgel  
**Etude de l'influence de l'assemblage sur le comportement des composants électromécaniques intégrés dans des systèmes radiofréquences**  
Thèse de Doctorat, Université Paris-Est, (2008)
- [Gupta - 2005] Prabhat K. Gupta, Charles R. Kurkjian  
**Intrinsic failure and non-linear elastic behaviour of glasses**  
Journal of Non-Crystalline Solids 351, p. 2324-2328, 2005
- [Handbook 94]  
**Handbook of deposition technologies for films and coatings,**  
Science, Technology and Applications, Second Edition, Edited by R.F. Bunshah, (1994).
- [Hirao 81] M. Hirao and H. Fukuoka  
**Acoustoelastic effect of Rayleigh surface wave in isotropic material**  
Journal of Applied Mechanics, Vol. 48, pp. 119-124, 1981
- [Holland 74] M.G. Holland, L.T. Claiborne,  
**Practical surface acoustic wave devices,**  
Proc. IEEE, p582-611, (1974)
- [Holloway 73], Holloway  
**The physical properties of glass**  
The wykeham science series, Wykeham publications (London) Ltd., ISBN 0 85109 320 5, 219 p., 1973



- [Howard 85] J.N. Howard  
**Some Sketches of Rayleigh**  
 Rayleigh-Wave Theory and Application, Springer Series on Wave Phenomena, Ed. E.A. Ash and E.G. S. Paige (Springer-Verlag, New York), p5. (1985),
- [Hurley 99] D.C. Hurley,  
**Nonlinear propagation of narrow-band Rayleigh waves excited by a comb transducer,**  
 J. Acoust. Soc. Am., Vol 106, p1782–1788, (1999).
- [Ingebrigtsen 69] K.A. Ingebrigtsen,  
**Surface waves in piezoelectrics,**  
 J. Appl. Phys., Vol. 40, p2681-2686, (1969)
- [Jiang 92] Y.M. JIANG,  
**Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur,**  
 Thèse de Doctorat, Université Paris XI Orsay, (1992).
- [Jin 05] J. Jin, S.T. Quek, Q. Wang  
**Design of interdigital transducers for crack detection in plates**  
 Ultrasonics, Vol. 43, p481–493, (2005)
- [Kino 85] G. S. Kino  
**NDT with Rayleigh and optical waves**  
 Rayleigh-Wave Theory and Application, Springer Series on Wave Phenomena, Ed. E.A. Ash and E.G. S. Paige (Springer-Verlag, New York), p303, (1985)
- [Lefebvre 00] J.E. Lefebvre,  
**Méthode polynomiale appliqué à l'étude des modes acoustiques propres de structures multicouches**  
 Habilitation à diriger des recherches, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, 2000
- [Lefebvre 01] J.E. Lefebvre, V. Zhang, J. Gazalet, T. Gryba, V. Sadaume.  
**Acoustic wave propagation in continuous functionally graded plates: an extension of the legendre polynomial approach**  
 IEE Transactions on ultrasonics, Ferroelectrics, and frequency control, Vol. 48, n°5, 2001
- [Lefevre 10A] F. Lefevre, F. Jenot, M. Ouafouh, M. Duquennoy, and M. Ourak  
**Laser generated guided waves and finite element modeling for the thickness gauging of thin layers**  
 Rev. Sci. Instrum. 81, 034901 (2010)

- [Lefevre 10B] F. Lefevre  
**Caractérisation de structures du type plaque par ondes guidées générées et détectées par laser**  
Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (2010)
- [Lemaire 08] M. Lemaire  
**Caractérisation de structures du type couche sur substrat par ultrasons-lasers**  
Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (2008)
- [Lematre 02] M. Lematre, Y. Benmehrez, G. Bourse, J.W. Xu, M. Ourak  
**Determination of elastic parameters in isotropic plates by using acoustic microscopy measurements and an optimization method**  
NDT&E International, Vol. 35, p493-502, (2002)
- [Levenberg 44] K. Levenberg,  
**A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares**  
Quarterly J. Mech. Appl. Math., vol. 2, p164 (1944)
- [Livage 00], Livage, J.  
**Verres et céramiques, de l'art du feu à la chimie douce**  
Production La Mission 2000 en France, Centre de Ressource et d'information sur les multimédias pour l'enseignement supérieur, Conférence n°283 donné le 9 octobre 2000
- [Loir 04] A.-S. Loir  
**Elaboration de couches minces de carbone par ablation laser femtoseconde pour application aux biomatériaux implantables**  
Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, (2004)
- [Marquardt 63] D. Marquardt,  
**An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters**  
SIAM Journal of Applied Mathematics, vol. 11, p431-441, (1963)
- [Martinez] Martinez-Vega, J.J., Riviere, A.  
**Mesure de frottement interne**  
Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation, P1 310, p. 1-8
- [Martinez 04], Martinez  
**Influence des effets thermiques et mécaniques sur la relaxation structurale des préformes et des fibres optiques à base de silice. Etude par diffusion de la lumière et par diffusion des rayons X**  
Thèse de l'Université Claude-Bernard Lyon 1, 2004

- [Massénat] M. Massénat,  
**Circuits en couches minces, couches minces traditionnelles**  
Techniques de l'ingénieur, E3 365
- [Mattei 00] C. Mattei, L. Adler  
**Leaky wave detection at air–solid interfaces by laser interferometry**  
Ultrasonics, vol.38, p570–574, (2000)
- [Monkhouse 97] R.S.C. Monkhouse, P.D. Wilcox, P. Cawley  
**Flexible interdigital PVDF transducers for the generation of Lamb waves in structures**  
Ultrasonics, Vol 35, p489-498, (1997)
- [More 77] J. J. More,  
**Numerical Analysis,**  
Lectures Notes in Mathematics, vol. 630, édité par G. A. Watson (Springer-Verlag, Berlin, 1977),  
p105-117.
- [Moreira 07] Felicidade DA SILVA MOREIRA  
**Réalisation et caractérisation d'un capteur de gaz à ondes de Love à base de la structure  
Polyaniline / ZnO / Quartz**  
Thèse, Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2007
- [Morgan 91] David P. Morgan  
**Surface-wave devices for signal processing**  
Studies in electrical and electronic engineering 19, Ed. Elsevier, (1991)
- [Mortley 62] W.S. Mortley  
**Improvements in or relating to Wave-energy Delay-Cells**  
Patent GB988102A, British, déposé en 1962
- [Na 08] Jeong K. Na, James L. Blackshire, Samuel Kuhr  
**Design, fabrication, and characterization of single-element interdigital transducers for NDT  
applications**  
Sensors and Actuators A, vol. 148, p359-365, (2008)
- [Nelder 65] J. A. Nelder et R. Mead,  
**A Simplex Method for Function Minimization**  
Comput. J., vol. 7, p308-313 (1965)

- [Nicolay 07] P. Nicolay  
**Les capteurs à ondes élastiques de surface**  
Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy, (2007)
- [Oliver 92] W. C. Oliver and G. M. Pharr.  
**An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.**  
J. Mater. Res., 7(6), p1564-1583, (1992)
- [Pao 84] Y.H. Pao, W. Sachse, H. Fukuoka  
**Acoustoelasticity and ultrasonic measurements of residual stress**  
Physical Acoustics, Vol. 17, ed. Mason and Thurston, Academic Press, New York, Chap. 2, p61-143 (1984)
- [Perez 01], Perez J.  
**Matériaux non cristallins et science du désordre**  
Collection des sciences appliqués de l'INSA de Lyon, Presses Polytechniques et universitaires Romandes, ISBN 2-88074-485-7, 2001
- [Perriot 05] A. Perriot  
**Nanoindentation de couches minces déposées sur substrats de verre de silice**  
Thèse de Doctorat, Université de Paris VI, (2005)
- [Profunser 04] D. M. Profunser, J. Vollmann, J. Dual,  
**Determination of the material properties of microstructures by laser based ultrasound,**  
Ultrasonics, Vol. 42, p641-646, (2004)
- [Radovic 04], Radovic, M., Lara-Curzio, E., Riestler, L.  
**Comparison of different experimental techniques for determination of elastic properties of solids**  
Materials Science & Engineering A, 368, p. 56-70, 2004
- [Rayden 97] M. Raydan,  
**The Barzilai and Borwein Gradient Method for the Large Scale Unconstrained Minimization Problem**  
SIAM Journal of Optimization, Vol. 7, Issue 1, p26-33 (1997)
- [Renaudin 05] A. Renaudin, P. Tabourier, V. Zhang, J.C. Camart, C. Druon  
**SAW nanopump for handling droplets in view of biological applications**  
Sensors and Actuators B, vol. 113, p389-397, (2006)

- [Ricco 85] A J Ricco, S J Martin, T E Zipperian  
**Surface acoustic wave gas sensor based on film conductivity changes**  
Sensors and Actuators, vol.8, p333-319, (1985)
- [Roop 02] R. Roop Kumar, M. Wang  
**Modulus and hardness evaluations of sintered bioceramic powders and functionally graded bioactive composites by nano-indentation technique**  
Materials Science and Engineering, A338, p230-236, (2002)
- [Rose 98] J.L. Rose, S.P. Pelts, M.J. Quarry  
**A comb transducer model for guided wave NDE**  
Ultrasonics, vol. 36, p163-169, (1998)
- [Rowen 63] J.H. Rowen  
**Tapped ultrasonic delay line and uses therefor**  
US Patent US3289114, déposé en 1963
- [Roy 08] S. Roy  
**Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Application à la microélectronique et au biomédical.**  
Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2008)
- [Royer 96] Royer D., Dieulesaint E.  
**Ondes élastiques dans les solides**  
Tome 1, Propagation libre et guidée, Ed. Masson, (1996)
- [Royer 99] Royer D., Dieulesaint E.  
**Ondes élastiques dans les solides**  
Tome 2, Génération, interaction acousto-optique, applications, Ed. Masson, (1999)
- [Saint-Gobain 32]  
**Procédé de trempe de glaces et verres**  
Brevet français n°38676, 1932
- [Satô 51] Y. Satô  
**Study on surface waves II : velocity of surface waves propagated upon elastic plates**  
Bull. Earthquake Research Inst., Vol 29, p223-262, (1951)

- [Scholze -1980] Scholze, H.  
**Le Verre – Nature, Structure et Propriétés**  
Paris : Institut du verre, 2<sup>nd</sup>e édition, 364 pages, 1980
- [Schwarzer 06] N. Schwarzer, T. Chudoba, F. Richter  
**Investigation of ultra thin coatings using nanoindentation**  
Surface & Coatings Technology, Vol. 200, p5566-5580, (2006)
- [Sezawa 35] K. Sezawa and K. Kanai  
**The  $M_2$  Seismic Waves**  
Bull. Earthquake Research Inst., Vol 13, p471-475, (1935)
- [Sosman 27], Sosman  
**The properties of Silica**  
Chemical Catalog Company, Reinhold Publishing Co., New York, 437 p, 1927
- [Suresh 99] S. Suresh, T-G. Nieh et B.W. Choi  
**Nano-Indentation of copper thin films on silicon substrates**  
Scripta Materialia, Vol. 41, N° 9, p951–957, (1999)
- [Talbi 03] A. Talbi  
**Sensibilité des dispositifs à ondes élastiques de surface réalisés sur des structures monocouches de quartz et structure bicouche de ZnO/Si aux déformations mécaniques : application au capteur de pression**  
Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1. Faculté des sciences et techniques, (2003)
- [Tancrell 71] R.H. Tancrell, R.C. Williamson,  
**Wavefront distortion of acoustic surface waves from apodized interdigital transducers,**  
Appl. Phys. Lett., Vol. 19, p456–459, (1971).
- [Thurston 64] R. N. Thurston and K. Brugger  
**Third-Order Elastic Constants and the Velocity of Small Amplitude Elastic Waves in Homogeneously Stressed Media**  
Physical Review, Vol. 133, N°6A, pA1604-A1610, March 1964
- [Tiersten 69] H. F. Tiersten  
**Elastic Surface Waves Guided by Thin Films**  
J. Appl. Phys, Vol. 40, p770, (1969)

- [Tolstoy 53] Tolstoy and E. Usdin,  
**Dispersive properties of stratified elastic and liquid media : a ray theory,**  
Geophysics, Vol. 18, p. 844-870, (1953).
- [Tool 46], Tool, A.Q.  
**Relation between inelastic deformability and thermal expansion of glass in its annealing range**  
J. Am. Ceram. Soc. 29, p. 240-253, 1946
- [Varshneya 94], Varshneya  
**Fundamentals of inorganic glasses**  
Academic, New York, 1994, p. 164, 1994
- [Viktorov 67] I. A. Viktorov  
**Rayleigh and Lamb Waves**  
Plenum Press, New York, (1967)
- [Warner 60] A. W. Warner, M. Onoe, G.A. Coquin,  
**Determination of Elastic and Piezoelectric Constants for Crystals in Class (3m)**  
Journal of Acoustical Society of America, vol.42, p1223, (1967)
- [White 65] R.M. White, F.W. Voltmer  
**Direct piezoelectric coupling to surface elastic waves**  
Appl. Phys. Lett., Vol. 7, p314-316, (1965)
- [Zani 01] Marie-Line Zani  
**CND par ultrasons : le "sans contact" est techniquement prêt, mais il a du mal à convaincre**  
Mesures, N°734, p64, avril 2001
- [Zarzycki - 1982], Zarzycki  
**Les verres et l'état vitreux**  
Masson, 1982
- [Zinin 99] Pavel Zinin, Odile Lefeuvre, et Andrew Briggs  
**Determination of density and elastic constants of a thin phosphoric acid-anodized oxide film by acoustic microscopy**  
J. Acoust. Soc. Am., Vol. 106, N° 5, (1999)

**Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contrainte par ondes  
de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT-SAW**

L'utilisation de revêtements et de couches minces déposés sur substrats est très recherchée dans de nombreuses applications. Les objectifs de ces revêtements et dépôts sont multiples (améliorer la durabilité des structures, leur résistance à l'usure et à la fatigue, etc.). D'autre part, les matériaux à gradient sont également développés en vue de répondre à de nouvelles exigences fonctionnelles, comme de meilleures tenues en température, en usure, en corrosion. Pour toutes ces applications, la caractérisation de ces revêtements et de ces matériaux à gradients, afin d'en déterminer leurs propriétés (épaisseur, constantes élastiques, adhérence, contraintes résiduelles, ...etc), est déterminante pour le contrôle santé des pièces et pour leur fonctionnement optimal au cours de leur utilisation. Pour caractériser ces structures, nous avons choisi d'exploiter la dispersion des ondes de surface sur une large gamme de fréquences (10 à 60 MHz). Afin d'exciter ces ondes, des capteurs MEMS de type IDT-SAW ont été réalisés à différentes fréquences couvrant la totalité de la gamme fréquentielle considérée. L'excitation quasi-harmonique a été privilégiée dans le but d'obtenir des mesures précises de vitesses de phase. Nous avons montré les potentialités de cette approche en caractérisant premièrement des structures à couche mince allant jusqu'à 500 nm et deuxièmement des structures amorphes à gradient de contraintes.

**Mots-clés :** Caractérisation Ultrasonore – Ondes de Surface – Contrôle Non Destructif – Transducteur Interdigité – Couche sur Substrat – Contrainte Résiduelle – Trempe Chimique

**Ultrasonic characterization of films deposited on substrates and stress gradient materials  
using high frequency surface acoustic waves generated by SAW-IDT MEMS sensors**

The use of coatings and thin layers deposited on substrates is highly sought in many applications. The objectives of these coatings and deposits are multiple (improve the durability of structures, their wear resistance and fatigue, etc.). On the other hand, gradient materials are being developed to meet new functional requirements, such as a better resistance to temperature, wear and corrosion. For all of these applications, the characterization of these coatings and gradient materials, in order to determine their properties (thickness, elastic constants, adherence, residual stresses, etc...), is decisive for the health control of pieces and for their optimum operation during their use. To characterize these structures, we chose to exploit the dispersion of surface acoustic waves over a wide frequency range (10 to 60 MHz). To excite these waves, SAW-IDT MEMS sensors have been carried out at different frequencies covering the entire frequency range we considered. The quasi-harmonic excitation was preferred to obtain accurate measures of phase velocities. We showed the potential of this approach by characterizing, first, thin layers structures (500 nm) and second, amorphous structures with a stresses gradient.

**Mots-clés :** Ultrasonic Characterization – Surface Acoustic Waves – Non Destructive Testing – Interdigital Transducer – Layer on Substrate – Residual Stress – Thermal Quenching