



**HAL**  
open science

# Caractérisation de couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers

Sabrina Fourez

► **To cite this version:**

Sabrina Fourez. Caractérisation de couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers. Autre. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013. Français. NNT : 2013VALE0014 . tel-01069748

**HAL Id: tel-01069748**

**<https://theses.hal.science/tel-01069748>**

Submitted on 29 Sep 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**

**Spécialité : ELECTRONIQUE**

**Sabrina FOUREZ**

**Soutenu le 14/05/2013, 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 de couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers**

### **JURY**

#### **Président du jury**

- M. GINDRE Marcel, Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise

#### **Rapporteurs**

- M. FEUILLARD Guy, Professeur à l'Université François-Rabelais de Tours

- M. GLORIEUX Christ, Professeur à l'Université Catholique de Louvain

#### **Examineurs**

- M. ROYER Daniel, Docteur d'Etat à l'Université Paris VII

- M. GINDRE Marcel, Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise

- M. LI Hongwu, Professeur à l'Université de Nantes

#### **Directeur de thèse**

- M. OURAK Mohamed, Professeur à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis

#### **Co-encadrant**

- M. JENOT Frédéric, Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis



# Remerciements

*Ce travail de Thèse a été réalisé au sein du Département d'Opto-Acousto-Electronique (DOAE) de l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN, UMR CNRS 8520) situé à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis. Durant mes travaux, il a successivement été dirigé par Messieurs les professeurs Bertrand Nongaillard et Jamal Assaad. Je les remercie de m'avoir accueillie au sein de ce laboratoire afin d'y réaliser ce projet dans de bonnes conditions.*

*Je remercie vivement mon directeur de Thèse, Monsieur Mohamed Ourak, Professeur à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, pour la grande confiance qu'il m'a accordée tout au long de ces années ainsi que pour l'aide qu'il m'a apportée notamment au travers de critiques toujours constructives.*

*J'exprime ma profonde gratitude envers Monsieur Guy Feuillard, Professeur à l'Université François-Rabelais de Tours, et envers Monsieur Christ Glorieux, Professeur à l'Université Catholique de Louvain, pour m'avoir fait l'honneur d'être les rapporteurs de ce travail.*

*Je souhaite aussi remercier très sincèrement Monsieur Daniel Royer, Docteur d'Etat à l'Université Paris VII, Monsieur Marcel Gindre, Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise et Monsieur Hongwu LI, Professeur à l'Université de Nantes, qui ont accepté de faire partie du jury.*

*Ce travail de Thèse ne serait pas ce qu'il est sans l'aide et les précieux conseils de mon co-encadrant, Monsieur Frédéric Jenot, Maître de conférences à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis. Je le remercie pour ses remarques pertinentes, ses encouragements, son ouverture d'esprit et son déterminisme qui sont autant d'éléments qui ont permis de me faire progresser et d'atteindre les objectifs qui m'étaient fixés.*

*Mes remerciements vont également à Messieurs les professeurs Mohammadi Ouaftouh et Marc Duquennoy, ainsi qu'à toutes les personnes qui ont contribué d'une manière ou d'une autre au bon déroulement de cette Thèse. Je citerai Mademoiselle Lucie Dupont pour la réalisation des échantillons utilisés lors de ces travaux et Monsieur Frédéric Rivart pour sa grande disponibilité, sa bonne humeur et pour m'avoir dépanné chaque fois que cela était nécessaire. J'associe à ces remerciements Mesdames Edith Bantegnies, Anne Dupont, Virginie Schafer et Cathy Lagodzinski pour avoir assuré le côté administratif et ce toujours avec le sourire.*



*Je remercie particulièrement Monsieur Frédéric Faëse, Doctorant à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, pour sa contribution à certains montages optiques. Nos discussions furent nombreuses et enrichissantes.*

*Tout au long de cette Thèse, j'ai eu la chance de travailler dans une ambiance conviviale et chaleureuse, en partie, grâce à l'ensemble des doctorants du laboratoire. Je pense notamment à Fabien et Julien qui ont partagé avec moi le bureau 008, je les remercie pour leur bonne humeur, leur joie de vivre et pour les nombreuses discussions que nous avons eues. Merci pour tous ces bons souvenirs. Je pense également à Thomas, « mon frère jumeau de Thèse », qui a, tout comme moi, débuté sa vie de doctorant le 1<sup>er</sup> octobre 2009 et qui m'a ainsi permis de me sentir un peu moins seule dans les phases « ça va, ça ne va pas, ça va... ». Merci pour ces pauses café thérapeutiques. Je n'oublie pas non plus mes autres collègues thésards parmi lesquels Anthony, Quentin, Christophe... Que tous trouvent ici l'expression de ma gratitude pour les fructueux échanges quotidiens.*

*J'exprime aussi toute mon affection à mes amis et plus spécifiquement à Karelle qui a toujours gardé contact malgré la distance qui nous sépare. Merci à toi de toujours passer me voir quand tu es de retour dans le Nord. Merci également aux amis rouleurs de Lille, Valenciennes, Paris et Bordeaux qui m'ont entre autres permis de me défouler sur le bitume. Il me tarde de rouler de nouveau avec vous.*

*Mes dernières pensées iront vers ma famille. Durant cette dernière année, j'avoue ne pas lui avoir consacré beaucoup de temps et avoir été très peu disponible. Je pense fortement à mes parents et je leur suis très reconnaissante de m'avoir toujours encouragée et d'être toujours là quand il le faut.*

*Enfin, j'adresse un remerciement particulier à Dimitri qui a su m'épauler au quotidien et surtout dans les derniers mois de cette Thèse. Je le remercie pour son soutien, son écoute permanente et pour m'avoir plus qu'aidé dans les tâches quotidiennes lors de la rédaction de ce mémoire. Merci également d'avoir supporté mes sautes d'humeurs passagères et mes inquiétudes. Merci d'avoir été une source de motivation et de m'avoir aidé à franchir les obstacles les plus difficiles.*

*« Une personne qui n'a jamais  
commis d'erreurs n'a jamais tenté  
d'innover. »*

*Albert EINSTEIN*

*A Dimitri,*

*A mes parents et à mon frère.*



# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE 1 .....</b>	<b>17</b>
<b>NOTIONS GENERALES SUR LES COUCHES MINCES ET LEUR CARACTERISATION PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF.....</b>	<b>17</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>17</b>
1.1 FABRICATION DES COUCHES MINCES .....	18
1.1.1 Description des méthodes de dépôts physiques en phase vapeur (dépôts PVD).....	18
1.1.1.1 Les techniques PVD de dépôt par évaporation sous vide.....	18
1.1.1.2 Les techniques PVD de dépôt par pulvérisation cathodique sous vide .....	19
1.1.1.3 Les techniques PVD de dépôt ionique .....	21
1.1.2 Description des méthodes de dépôts chimiques en phase vapeur (dépôts CVD) .....	22
1.1.2.1 Le procédé dynamique ou CVD classique .....	23
1.1.2.2 Le procédé statique ou cémentation en caisse .....	24
1.1.3 Comparaison des méthodes de dépôts PVD et CVD .....	25
1.2 PRINCIPALES APPLICATIONS DES COUCHES MINCES.....	27
1.2.1 Les couches minces pour l'électronique .....	27
1.2.1.1 L'interconnexion.....	27
1.2.1.2 Les composants et dispositifs électroniques .....	28
1.2.2 Les couches minces pour les capteurs .....	28
1.2.3 Les couches minces pour l'optique .....	28
1.2.4 Les couches de protection .....	29
1.3 LES DEFAUTS RENCONTRES DANS LES COUCHES MINCES .....	29
1.3.1 Les défauts d'épaisseur .....	30
1.3.2 Les défauts d'adhérence.....	31
1.3.3 Les défauts liés aux contraintes.....	31
1.4 LES PRINCIPALES METHODES DE CARACTERISATION DES COUCHES MINCES PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF .....	32
1.4.1 La nanoindentation .....	32
1.4.2 La microscopie acoustique .....	34
1.4.3 La spectroscopie de résonance ultrasonore .....	36
1.4.4 Les méthodes ultrasonores sans contact.....	37
1.4.4.1 L'effet Brillouin .....	37
1.4.4.2 La méthode pompe-sonde .....	38
1.4.4.3 La méthode point source/point récepteur .....	40
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>42</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 1.....</b>	<b>44</b>

<b>CHAPITRE 2 .....</b>	<b>49</b>
<b>GENERATION ET DETECTION D'ONDES ELASTIQUES PAR SOURCES LASERS .....</b>	<b>49</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>49</b>
2.1 GENERALITES SUR LA METHODE ULTRASONS-LASERS .....	49
2.1.1 <i>Génération et détection des ultrasons par lasers</i> .....	49
2.1.2 <i>Les avantages des ultrasons-lasers</i> .....	51
2.2 GENERATION D'ONDES ELASTIQUES PAR EFFET PHOTOTHERMIQUE.....	51
2.2.1 <i>Les modes de génération</i> .....	51
2.2.1.1 Le régime thermoélastique .....	52
2.2.1.2 Le régime d'ablation .....	52
2.2.1.3 Les régimes cumulés.....	54
2.2.2 <i>Génération thermoélastique et diagrammes de directivité</i> .....	54
2.2.2.1 Cas d'une source ponctuelle.....	55
2.2.2.2 Cas d'une source linéique.....	60
2.3 L'INTERFEROMETRIE POUR LA DETECTION DES ONDES ELASTIQUES PAR LASER.....	61
2.3.1 <i>L'interférométrie hétérodyne</i> .....	61
2.3.2 <i>L'interférométrie holographique</i> .....	64
2.4 DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE GENERATION ET DE DETECTION OPTIQUES DES ONDES ACOUSTIQUES UTILISES POUR NOS ESSAIS .....	65
2.4.1 <i>La méthode point source/point récepteur</i> .....	66
2.4.2 <i>La méthode utilisant un réseau de sources linéiques thermoélastiques</i> .....	67
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>70</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 2.....</b>	<b>71</b>

<b>CHAPITRE 3 .....</b>	<b>75</b>
<b>PROPAGATION D'ONDES ELASTIQUES DANS LES MILIEUX ISOTROPES .....</b>	<b>75</b>
<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>75</b>
3.1 RAPPELS SUR LES ONDES ELASTIQUES DANS LES SOLIDES.....	76
3.1.1 <i>Loi de Hooke</i> .....	76
3.1.2 <i>Equation de propagation des ondes élastiques de volume</i> .....	76
3.1.3 <i>Ondes de Rayleigh à la surface d'un solide homogène et isotrope</i> .....	78
3.2 ONDES DE RAYLEIGH DANS LES STRUCTURES DU TYPE COUCHE MINCE SUR SUBSTRAT.....	79
3.2.1 <i>Equations de propagation et conditions aux limites</i> .....	80
3.2.1.1 Solutions de l'équation de propagation .....	80
3.2.1.2 Conditions aux limites .....	82
3.2.2 <i>Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh</i> .....	84
3.2.3 <i>Les différents modes de Rayleigh</i> .....	85
3.2.3.1 Le cas « stiffening » .....	86
3.2.3.1.1 Présentation du cas « stiffening ».....	86
3.2.3.1.2 Modélisation par éléments finis .....	87
3.2.3.2 Le cas « loading ».....	88
3.2.3.2.1 Présentation du cas « loading ».....	88
3.2.3.2.2 Modélisation par éléments finis .....	89
3.2.3.2.3 Influence des paramètres de la couche et du substrat sur les courbes de dispersion .....	91
3.2.3.3 Cas particuliers et ondes de Stoneley.....	95
3.3 ONDES DE RAYLEIGH DANS LES STRUCTURES MULTICOUCHES .....	98
3.3.1 <i>Méthode générale des matrices de transfert</i> .....	98
3.3.2 <i>Exemple de résolution de l'équation de dispersion : étude sur l'influence d'une couche d'accroche entre deux matériaux</i> .....	99
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>101</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 3 .....</b>	<b>102</b>

<b>CHAPITRE 4 .....</b>	<b>105</b>
<b>CARACTERISATION DE STRUCTURES DU TYPE COUCHE MINCE SUR SUBSTRAT .....</b>	<b>105</b>
<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>105</b>
4.1 PRESENTATION DES ECHANTILLONS.....	106
4.1.1 <i>Les matériaux utilisés</i> .....	106
4.1.2 <i>L'anisotropie du silicium</i> .....	107
4.1.3 <i>Méthode de dépôt utilisée</i> .....	114
4.1.4 <i>Présentation des échantillons réalisés</i> .....	115
4.1.4.1 Echantillon A.....	115
4.1.4.2 Echantillon B.....	116
4.1.4.3 Echantillon C.....	116
4.2 CARACTERISATION D'UNE COUCHE D'OR DEPOSEE SUR UN SUBSTRAT DE SILICIUM.....	117
4.2.1 <i>Méthode du simplexe</i> .....	118
4.2.2 <i>Détermination des paramètres élastiques du substrat</i> .....	118
4.2.3 <i>Détermination de l'épaisseur de la couche</i> .....	121
4.2.4 <i>Détermination des paramètres élastiques de la couche</i> .....	128
4.3 CARACTERISATION DE MICROFISSURES ET DETECTION SIMULTANEE D'UNE VARIATION D'ÉPAISSEUR .....	130
4.3.1 <i>Etude préliminaire : absence localisée de couche</i> .....	130
4.3.2 <i>Caractérisation d'une variation d'épaisseur et détection simultanée de microfissures</i> .....	136
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>139</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 4.....</b>	<b>141</b>

<b>CHAPITRE 5 .....</b>	<b>145</b>
<b>ETUDE DE L'ADHESION D'UNE STRUCTURE DU TYPE COUCHE MINCE SUR SUBSTRAT PAR ONDES DE SURFACE .....</b>	<b>145</b>
<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>145</b>
5.1 GENERALITES SUR L'ADHESION .....	146
5.1.1 <i>Quelques définitions</i> .....	146
5.1.1.1 Adhésion et adhérence .....	146
5.1.1.2 Interface et interphase .....	146
5.1.1.3 Forces d'adhésion et forces de cohésion .....	147
5.1.2 <i>Le contrôle de l'adhésion à l'aide des ultrasons-lasers ?</i> .....	147
5.2 MODELISATION DE DIFFERENTS ETATS D'ADHESION ENTRE UN FILM MINCE ET SON SUBSTRAT .....	149
5.2.1 <i>Conditions aux limites d'une faible adhésion et d'une délamination totale</i> .....	149
5.2.2 <i>Utilisation du modèle de sauts de déplacements</i> .....	151
5.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX .....	156
5.3.1 <i>Détection d'une couche faiblement adhérente</i> .....	156
5.3.1.1 Courbes de dispersion expérimentales d'une structure du type couche faiblement adhérente sur substrat .....	156
5.3.1.2 Méthode complémentaire pour la mise en évidence d'une couche faiblement adhérente .....	163
5.3.2 <i>Caractérisation d'un défaut d'adhérence localisé par ultrasons-lasers</i> .....	166
5.3.2.1 Méthode point source/point récepteur classique .....	167
5.3.2.2 Méthode point source/point récepteur en présence d'une couche de marqueur .....	168
5.3.2.3 Méthode utilisant le réseau de sources linéiques thermoélastiques .....	170
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>173</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 5 .....</b>	<b>175</b>
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>179</b>
<b>ANNEXE A .....</b>	<b>183</b>
<b>ANNEXE B .....</b>	<b>185</b>
<b>ANNEXE C .....</b>	<b>191</b>
<b>ANNEXE D .....</b>	<b>193</b>
<b>ANNEXE E .....</b>	<b>195</b>
<b>ANNEXE F .....</b>	<b>197</b>





# Introduction générale

La génération et la détection optique d'ondes ultrasonores à l'aide de lasers, désignées par la terminologie ultrasons-lasers, sont de plus en plus mises à profit pour la caractérisation de structures du type couche mince sur substrat. La détermination des paramètres intrinsèques des matériaux et la détection de défauts surfaciques ou sub-surfaciques en sont quelques exemples. Les ultrasons-lasers, de par leurs nombreux atouts, sont mis en œuvre depuis plusieurs années au sein du Département d'Opto-Acousto-Electronique (DOAE) de l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN). En effet, contrairement aux transducteurs piézoélectriques, ils permettent de générer sans contact mécanique et à distance tous types d'ondes élastiques dans une structure donnée. Ainsi, le contrôle non destructif de matériaux de géométries complexes et/ou placés dans des environnements difficiles est possible.

La caractérisation des paramètres élastiques des matériaux composant une structure du type couche mince sur substrat est importante pour en assurer sa durée de vie ou bien encore sa bonne fonctionnalité. La maîtrise de l'épaisseur de la couche ou la mise en évidence de microfissures peuvent également être recherchées. De même, il peut s'avérer nécessaire de savoir si un film mince adhère à son substrat. Les ultrasons-lasers sont bien adaptés à ce genre d'études, le plus souvent effectuées à l'aide des ondes de volume. Cependant, pour des épaisseurs de couche de l'ordre du micromètre, leur utilisation nécessite de recourir à des fréquences de l'onde acoustique de l'ordre du gigahertz. Les dispositifs à mettre en œuvre sont alors extrêmement coûteux et les mesures uniquement ponctuelles. Dans ce travail, nous privilégierons une gamme de fréquence plus conventionnelle allant jusqu'à 45 MHz.

Nos principaux objectifs ont été de :

- Obtenir l'ensemble des paramètres élastiques d'une structure du type couche mince sur substrat, notamment en améliorant les modèles utilisés jusqu'à présent.
- Déceler la présence de défauts comme des variations d'épaisseur ou des microfissures et d'en déterminer, si possible, certaines caractéristiques.
- Développer un modèle analytique permettant de prédire l'effet d'une couche mince plus ou moins adhérente sur la dispersion des modes de Rayleigh et d'aboutir sur une méthode permettant de discerner un faible niveau d'adhésion de la couche d'un fort.

Au premier chapitre, nous commencerons par présenter les principaux procédés d'élaboration d'une structure du type couche sur substrat et donnerons quelques-unes de leurs applications, comme la réalisation de capteurs ou de composants électroniques. Nous verrons également que les techniques

de dépôts peuvent engendrer dans le film mince des défauts de différentes natures. Parmi ceux-ci, nous pouvons citer les microfissures, les manques d'adhérence ou encore les inclusions. De même, l'épaisseur de la couche n'est pas toujours uniforme et peut entraîner un changement des propriétés physiques de la structure au même titre que les paramètres élastiques. Il est donc nécessaire de disposer de méthodes d'évaluation et de contrôle non destructives des couches minces. C'est pourquoi, les plus courantes seront introduites.

Au second chapitre, le principe des ultrasons-lasers sera présenté et notamment les différents modes de génération des ondes ultrasonores. Une attention particulière sera portée au régime thermoélastique. Les techniques de détection optique et plus particulièrement les méthodes interférométriques hétérodyne et holographique seront également détaillées. Nous terminerons ensuite ce chapitre en présentant les deux dispositifs expérimentaux qui seront utilisés. L'un permet de générer les ondes de surface en régime impulsionnel tandis que l'autre en assure une excitation quasi-monochromatique.

Au troisième chapitre nous étudierons analytiquement la propagation des ondes ultrasonores dans le cas de matériaux homogènes et isotropes. Les équations fondamentales de l'acoustique seront rappelées et nous étudierons, à l'aide d'un programme que nous avons développé, l'influence que peuvent avoir les différents paramètres d'une structure composée d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium sur la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh. D'autre part, diverses simulations par éléments finis seront aussi présentées afin de conforter les calculs analytiques. La dernière partie sera consacrée au cas des structures multicouches. A partir de la méthode dite des « matrices de transfert », nous tracerons les courbes de dispersion dans le cas de deux couches déposées sur un même substrat. Ceci nous permettra notamment d'étudier l'influence d'une couche d'accroche.

Au quatrième chapitre, nous présenterons tout d'abord les différents échantillons utilisés. Ceux-ci sont composés d'une couche d'or micrométrique déposée sur un substrat de silicium. Dans un second temps, nous décrirons une méthode originale basée sur l'utilisation de l'onde de tête et de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat et permettant d'en évaluer ses paramètres élastiques. L'épaisseur de la couche considérée en sera ensuite déduite en faisant correspondre la courbe de dispersion analytique du premier mode de Rayleigh à celle expérimentale dans le domaine des basses fréquences. De la même manière, les paramètres élastiques de la couche seront déterminés en utilisant cette fois les plus hautes fréquences du spectre. Après avoir caractérisé une structure saine, l'interaction du premier mode de Rayleigh avec différents défauts sera étudiée. L'influence d'une absence localisée de couche de forme circulaire, induisant des effets similaires à

ceux d'une lentille acoustique, sera clairement mise en évidence ainsi que celles d'une faible variation d'épaisseur de dépôt et de la présence de microfissures. Les résultats obtenus seront également comparés à diverses simulations par éléments finis.

Le dernier chapitre sera dédié à l'étude de l'adhésion d'une couche mince sur son substrat. Les principales notions relatives à l'adhésion seront tout d'abord rappelées puis les effets d'une plus ou moins bonne qualité de celle-ci sur la dispersion des modes de Rayleigh seront étudiés à l'aide du modèle de sauts de déplacements. Des essais seront mis en œuvre dans l'objectif de mettre en évidence la non adhésion d'une couche. Cependant, au produit fréquence x épaisseur considéré dans nos travaux, nous verrons qu'il est difficile de différencier une faible variation d'épaisseur d'un plus ou moins bon niveau d'adhésion à partir de la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh. Une méthode originale et complémentaire sera alors proposée permettant de distinguer clairement une couche fortement adhérente d'une couche faiblement adhérente. Néanmoins, nous verrons que cette méthode nécessite d'augmenter l'énergie de l'impulsion laser, provoquant ainsi la détérioration locale de l'échantillon. Une dernière partie concernera l'étude de défauts d'adhérence localisés. Leur détection sera rendue possible par l'augmentation de l'amplitude du premier mode de Rayleigh, laquelle sera obtenue par le biais de l'ablation d'une couche de marqueur entre chaque tir laser, ainsi que par le biais d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques.



# Chapitre 1

## Notions générales sur les couches minces et leur caractérisation par contrôle non destructif

### Introduction

Une couche mince ou un film mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'épaisseur a été fortement réduite, de telle sorte qu'elle soit comprise entre quelques couches atomiques et une dizaine de micromètres. Cette couche, déposée sur un autre matériau appelé « substrat », a des propriétés physiques différentes par rapport à l'état massif. Ces propriétés sont d'autant plus modifiées que l'épaisseur du film est faible et inversement, lorsque celle-ci dépasse un certain seuil, le matériau retrouve les propriétés du matériau massif.

Les propriétés structurales de la structure considérée sont également modifiées suivant la nature du substrat. Par exemple, une couche mince peut avoir des propriétés physiques sensiblement différentes selon qu'elle ait été déposée sur un substrat isolant amorphe tel le verre, ou un substrat monocristallin comme le silicium.

De plus, il faut noter que les propriétés physiques de la couche mince peuvent aussi être modifiées lors de sa fabrication. En effet, celle-ci peut être « polluée » par les molécules gazeuses environnantes. Un traitement post-déposition peut permettre d'éliminer les gaz occlus. Selon la procédure employée le résultat obtenu pourra donc être sensiblement différent.

Les méthodes de préparation de films minces sont extrêmement nombreuses. Dans une première partie, nous détaillerons les plus couramment utilisées. Parmi celles-ci, les méthodes de dépôt physique (PVD pour *Physical Vapor Deposition*) ou chimique (CVD pour *Chemical Vapor Deposition*) en phase vapeur permettent d'obtenir une couche mince d'une pureté et d'une régularité importante. D'autres méthodes de dépôt, plus spécifiques et moins courantes, existent mais ne seront pas abordées ici. Les principales applications des films minces seront vues dans une deuxième partie et nous aborderons dans une troisième partie les défauts pouvant y être rencontrés. C'est

pourquoi, nous verrons dans une quatrième partie, comment contrôler ces dépôts au moyen de méthodes non destructives.

## 1.1 Fabrication des couches minces

### 1.1.1 Description des méthodes de dépôts physiques en phase vapeur (dépôts PVD)

On parle de méthode de dépôt physique en phase vapeur, ou méthode PVD pour *Physical Vapor Deposition*, lorsque le dépôt est créé par un moyen purement physique sans aucune réaction chimique. Les principales méthodes PVD sont décrites ci-dessous.

#### 1.1.1.1 Les techniques PVD de dépôt par évaporation sous vide

Dans une enceinte sous vide, un creuset contenant le matériau à déposer est placé en vis-à-vis du substrat. Le creuset est ensuite chauffé et le matériau entre en fusion puis s'évapore pour se déposer par condensation sur le substrat à recouvrir. Une couche est alors formée sur ce dernier. Les principales techniques par évaporation sous vide se différencient par le mode de chauffage du matériau : bombardement d'électrons, effet joule, arc électrique, induction ou encore illumination laser [1]. Une configuration classique de dépôt par évaporation sous vide est représentée sur la figure 1.1.

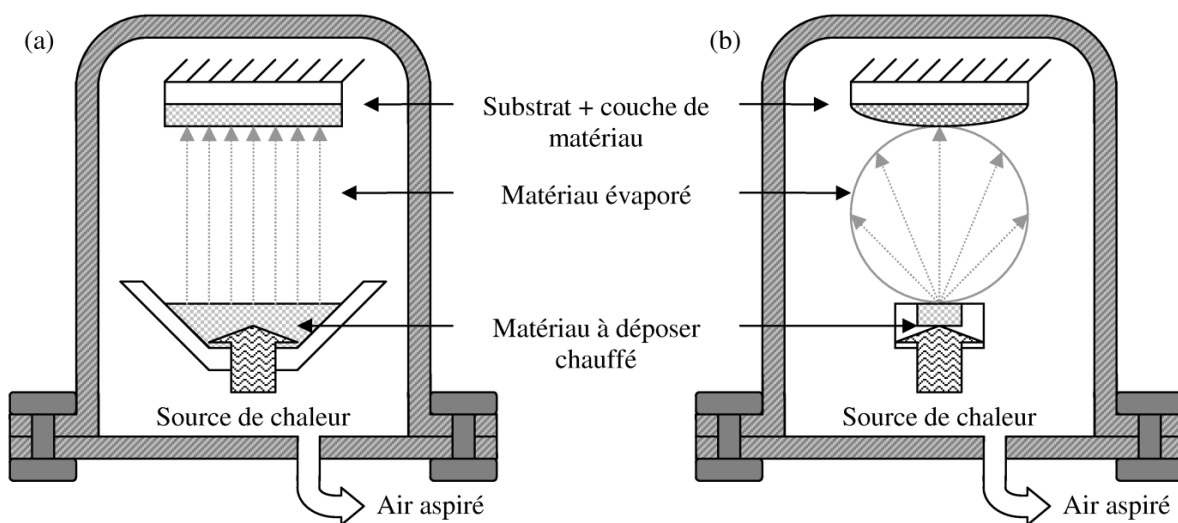


Figure 1.1 : Principe de dépôt par évaporation sous vide pour : (a) une source étendue et (b) une source ponctuelle [2].

L'enceinte étant placée sous vide, à une pression souvent inférieure à  $10^{-6}$  Torr<sup>1</sup>, le libre parcours moyen<sup>2</sup> des atomes évaporés est statistiquement supérieur aux dimensions de l'enceinte. Ainsi, si la source est étendue, les particules se dirigeront en ligne droite vers la surface du substrat. En revanche, dans le cas où la source d'évaporation est ponctuelle, les particules vont davantage s'évaporer à la verticale que sur les côtés. Le dépôt est donc légèrement plus épais en son centre que sur ses extrémités. Pour contrer cet inconvénient, la pression peut être diminuée. En effet, plus la pression sera basse, plus les trajectoires des particules vaporisées seront rectilignes. Dans ce cas, seules les parties du substrat directement en regard de la source seront recouvertes. Cependant cela se fera au détriment de la vitesse de dépôt. Les principaux avantages et inconvénients de cette technique sont répertoriés dans le tableau 1.1.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Technique peu élaborée et peu coûteuse.</li> <li>- Contraintes thermomécaniques faibles.</li> <li>- Très facile techniquement de faire des structures lamellaires de plusieurs métaux (par l'intermédiaire d'un système de creuset tournant).</li> <li>- Tous les substrats sont possibles.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Nécessité d'utiliser une puissance suffisante pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires.</li> <li>- Seuls les matériaux fusibles à température congruente peuvent être déposés, donc essentiellement les métaux.</li> <li>- Difficile de réaliser des dépôts multicomposés.</li> <li>- Le substrat n'est généralement pas chauffé ou très peu, il n'y a donc pas d'accrochage chimique. De même, il n'y a pas d'accrochage mécanique car les particules ont une énergie cinétique très faible. L'adhérence du dépôt est donc médiocre.</li> <li>- Difficile de réaliser des dépôts sur des surfaces de formes complexes.</li> </ul>

Tableau 1.1 : Principaux avantages et inconvénients de la méthode de dépôt par évaporation sous vide.

### 1.1.1.2 Les techniques PVD de dépôt par pulvérisation cathodique sous vide

La pulvérisation cathodique (*sputtering*) représentée à la figure 1.2 et dont les principaux avantages et inconvénients sont listés au tableau 1.2, est basée sur le phénomène d'éjection des particules à la surface d'un matériau. La pulvérisation cathodique diode est la méthode la plus simple mais aussi la

<sup>1</sup> Le torr (ou millimètre de mercure) est une unité de mesure de la pression initialement définie comme la pression exercée à 0 °C par une colonne de 1 millimètre de mercure (1 bar  $\approx$  750 Torr).

<sup>2</sup> Distance moyenne parcourue par un atome entre deux collisions successives.



plus ancienne pour créer une décharge lumineuse [3,4]. 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. Après avoir fait le vide dans l'enceinte, on introduit une certaine quantité de gaz qui est en général de l'argon. Une tension électrique entre les deux électrodes est ensuite appliquée. Lorsque cette tension est suffisante, il y a ionisation de l'atmosphère et création d'un plasma de décharge lumineuse. Du fait du potentiel négatif de la cible, les ions positifs présents dans le gaz résiduel vont se précipiter sur celle-ci et la heurter à grande vitesse. Sous les chocs et les transferts de quantités de mouvements, des atomes de la cible vont être éjectés ainsi que des électrons secondaires qui vont entretenir le plasma. Les atomes ainsi éjectés vont se condenser sur les surfaces qu'ils rencontrent et le dépôt prend naissance.

Cette technique a été considérablement améliorée par l'utilisation du procédé magnétron. Dans ce cas, on superpose sur la cible un champ magnétique au champ électrique. Le trajet des électrons au voisinage de la cathode est augmenté, ce qui permet un fort taux d'ionisation et donc un rendement plus élevé de pulvérisation et de dépôt. Le plasma étant confiné près de la cible, la température du substrat sera de plus beaucoup moins élevée que dans le cas d'une pulvérisation cathodique classique.

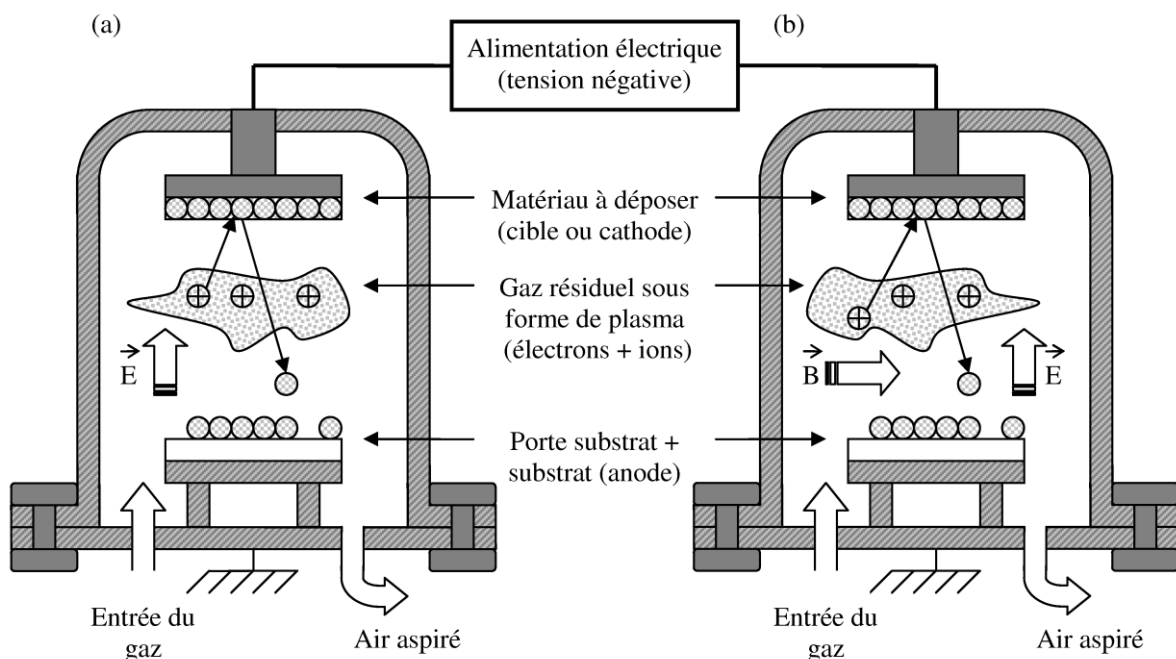


Figure 1.2 : Principe du dépôt par pulvérisation cathodique pour : (a) le processus diode et (b) le processus magnétron [2].

Une caractéristique très importante de la pulvérisation cathodique est son universalité. Etant donné que la mise en phase vapeur se fait suivant un processus purement mécanique (par transfert de

l'énergie cinétique des ions aux atomes de la cible qui seront éjectés), on peut alors recouvrir le substrat de pratiquement tous les matériaux inorganiques. Les dépôts sont réalisés sans chauffer le matériau puisque celui-ci est simplement éjecté de la surface grâce au bombardement de la cible par des particules énergétiques. On utilise un courant continu pour les matériaux métalliques et un courant alternatif pour les matériaux non conducteurs, afin de pulvériser alternativement électrons et ions sur la cible. On parle alors de pulvérisation cathodique radiofréquence.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Possibilité de déposer de nombreux matériaux : alliages, composés réfractaires, conducteurs ou diélectriques.</li> <li>- Bonne adhérence des dépôts.</li> <li>- Possibilité de réaliser des dépôts sur des surfaces de formes complexes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Apparition de contraintes thermomécaniques au niveau du dépôt.</li> <li>- Dépôt fortement directif.</li> <li>- Vitesses modérées.</li> <li>- Système complexe et investissement élevé.</li> </ul>

**Tableau 1.2 : Principaux avantages et inconvénients de la méthode de dépôt par pulvérisation cathodique.**

### 1.1.1.3 Les techniques PVD de dépôt ionique

Les dépôts ioniques (*ion plating*) regroupent différentes techniques de dépôts sous vide dans lesquelles le matériau à déposer est mis en phase vapeur en présence d'une décharge électrique, le substrat jouant le rôle de cathode. Une installation type de dépôt ionique est schématisée sur la figure 1.3.

Le substrat est constamment bombardé (avant et après le dépôt) par un flux de particules très énergétiques [4,5], ce qui provoque une pulvérisation continue de la couche au cours de sa formation. Il faut donc obtenir une vitesse de dépôt élevée, supérieure à celle de cette pulvérisation pour que l'épaisseur du film puisse croître. Généralement, un canon à ions est utilisé pour bombarder le substrat. Ce dernier est polarisé négativement, il devient alors la cible pour les ions positifs extraits du plasma. Si à côté de ce système est placée une source d'évaporation constituée du métal à déposer, les atomes évaporés iront se déposer sur le substrat. Afin que la vitesse d'évaporation soit élevée, on utilise habituellement une source sous bombardement électronique.

L'énergie liée au bombardement est telle qu'elle est capable de produire des modifications de la couche par rapport au même dépôt sans bombardement. Ces modifications apportent des améliorations essentielles dans les domaines de l'adhérence couche-substrat, dans la compacité, donc dans la densité du film mince et dans l'homogénéité des couches tridimensionnelles. Les principaux avantages et inconvénients des dépôts ioniques sont cités dans le tableau 1.3.

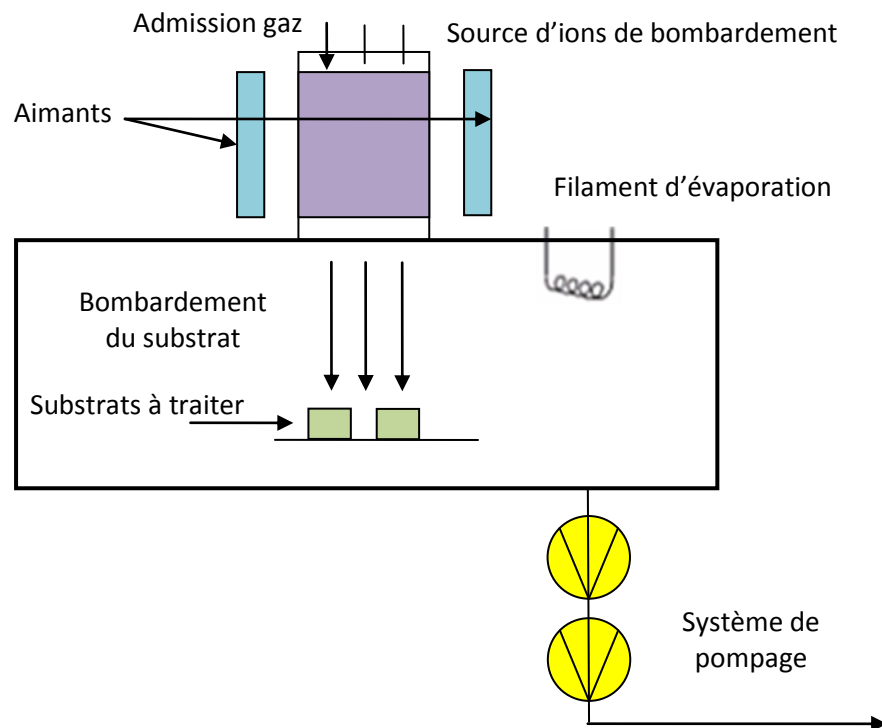


Figure 1.3 : Système de dépôt ionique [4].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Vitesse de dépôt élevée.</li> <li>- Excellente adhérence.</li> <li>- Bon pouvoir de recouvrement.</li> <li>- Possibilité de déposer de nombreux matériaux : métaux, alliages, etc.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Système complexe et investissement élevé.</li> <li>- Des gaz provenant du bombardement peuvent être inclus dans le dépôt.</li> <li>- Dépôts non uniformes en épaisseur.</li> </ul>

Tableau 1.3 : Principaux avantages et inconvénients des dépôts ioniques.

### 1.1.2 Description des méthodes de dépôts chimiques en phase vapeur (dépôts CVD)

Les procédés de dépôt par réaction chimique à partir d'une phase gazeuse ou procédés CVD (*Chemical Vapor Deposition*) sont utilisés pour déposer une couche de matériau solide sur un substrat solide à partir d'un ou plusieurs gaz réactifs [6]. L'objectif est de mettre un composé volatil du matériau à déposer en contact soit avec un autre gaz au voisinage de la surface à recouvrir, soit avec la surface elle-même. On provoque alors une ou plusieurs réactions chimiques, donnant au moins un produit solide. La réaction chimique mise en jeu dans le dépôt a lieu sur le substrat ou plus précisément sur la surface de la couche en cours de croissance. Les autres produits de réaction

doivent être gazeux afin d'être éliminés hors du réacteur. Les dépôts se font à pression variable, mais il faut systématiquement un apport énergétique pour favoriser ces réactions.

Différents types de réactions peuvent être utilisés lors d'un procédé CVD :

- Une réaction de déplacement ou d'échange.
- Une réaction d'oxydation/réduction.
- Une réaction de décomposition thermique.

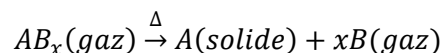
Dans cette partie, nous distinguerons le processus CVD dit dynamique et le processus CVD dit statique (plus rare). Lorsque le processus est dynamique, un flux de gaz est entretenu sur le substrat par un système de pompage et les produits de réaction sont éliminés dans un système ouvert. On parle de CVD classique. Lorsque la réaction a lieu dans une enceinte fermée (procédé statique), les produits de réaction et les réactifs restent confinés autour du substrat pendant tout le processus. Les produits de réaction se décomposent et réagissent avec le substrat pour donner le dépôt. On parle alors de cémentation en caisse ou *pack cementation*.

#### 1.1.2.1 Le procédé dynamique ou CVD classique

Le processus de dépôt peut être décomposé en trois étapes illustrées sur la figure 1.4 :

- 1) Fabrication et transport de la phase gazeuse réactive.
- 2) Dépôt.
- 3) Evacuation des produits de réaction.

Ce processus est basé sur le principe des équations chimiques de décomposition thermique. Un gaz  $AB_x$  est thermiquement dissocié en  $A$  (le solide) et en  $B$  (le produit gazeux de la réaction). Les principaux avantages et inconvénients du procédé CVD dynamique sont cités dans le tableau 1.4.



Il existe différentes sortes de procédés CVD classiques. Ceux-ci se différencient par la manière dont la réaction chimique est activée. Dans le cas du procédé CVD thermique, la réaction chimique est activée thermiquement et seule la température est à l'origine du dépôt. Le substrat est porté à température du dépôt en utilisant divers moyens de chauffage : four classique, four à induction ou porte-substrat chauffant. La réaction chimique peut aussi être activée par une décharge électrique dans la phase gazeuse pour produire un plasma. Il y a ionisation du gaz et apparition d'espèces chimiquement actives. Il s'agit alors du procédé CVD plasma. Une autre manière d'activer la réaction chimique consiste à irradier la phase gazeuse par des photons émis par un laser ou une lampe et absorbés par les molécules de gaz. Dans ce cas une réaction photochimique est mise en jeu par les

espèces actives formées et on parle de procédé photo-CVD. Les procédés CVD plasma et photo-CVD sont couramment utilisés pour déposer des revêtements sur des substrats thermiquement instables car les espèces actives formées peuvent participer à des réactions chimiques à température ambiante. En effet, les réactifs sont dans une première étape activés séparément par plasma ou par laser. Le mélange alors obtenu réagit ensuite à la surface du substrat pour former le dépôt.

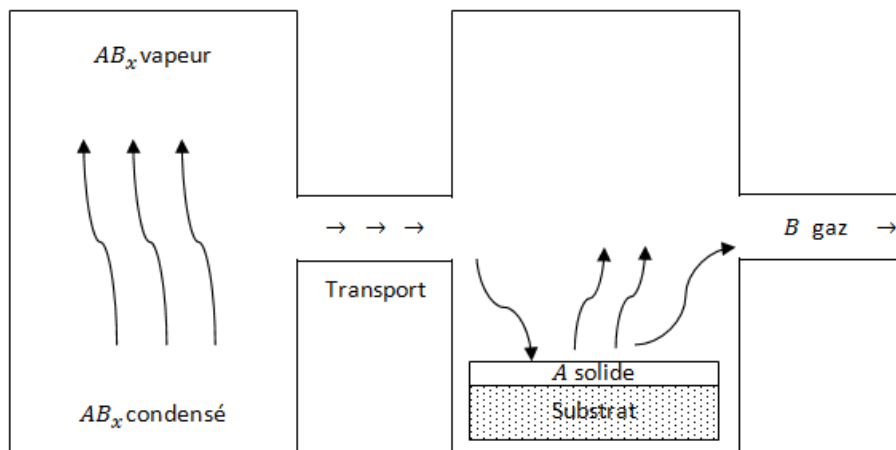


Figure 1.4 : Principe du procédé CVD classique.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Possibilité de réaliser des dépôts sur des surfaces de formes complexes.</li> <li>- Dépôt généralement très pur (car réaction thermoactivée à haute température).</li> <li>- Vitesse de dépôt élevée.</li> <li>- Possibilité d'obtenir des cristallisations particulières (amorphe, colonnaire, etc.).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation des contraintes thermomécaniques (car haute température).</li> <li>- Nécessité d'avoir une source de réactifs volatils ou avec une grande pression partielle de vapeur saturante.</li> <li>- Produits dangereux, nocifs, plus ou moins explosifs.</li> <li>- Produits difficiles à manipuler.</li> <li>- Difficile d'avoir une source idéale volatile.</li> <li>- Nature du substrat limitée.</li> </ul>

Tableau 1.4 : Principaux avantages et inconvénients des dépôts par CVD dynamique.

### 1.1.2.2 Le procédé statique ou cémentation en caisse

Ici, la pièce à recouvrir est mise dans une enceinte close en contact avec un ciment généralement constitué par un mélange de l'élément donneur et d'un agent chimique convenablement choisi [7]. A une certaine température, l'agent chimique et l'élément donneur réagissent pour former in-situ le composé volatil du ou des corps à déposer. La figure 1.5 illustre le principe de la CVD statique. Les

principaux avantages et inconvénients sont listés dans le tableau 1.5. Des revêtements de chrome (chromisation), d'aluminium (aluminisation) ou de silicium (siliciuration) sont couramment formés par ce procédé afin de protéger des matériaux (aciers et alliages) contre la corrosion et l'oxydation à haute température.

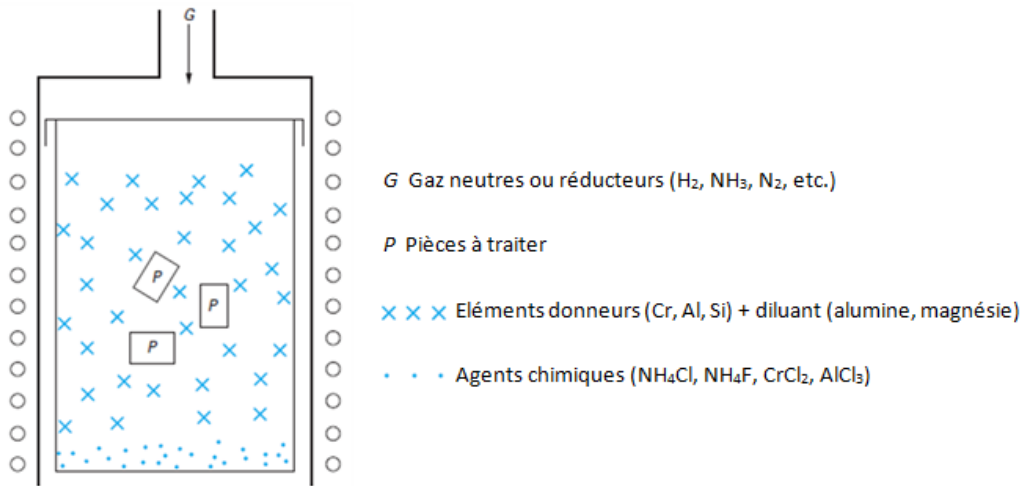


Figure 1.5 : Principe du procédé CVD statique [7].

Avantages	Inconvénients
- Optimisation de l'espace lors du dépôt. Plusieurs substrats peuvent être traités en même temps.	- Possibilité d'avoir des modifications dans la composition du dépôt. - Problèmes de pureté du dépôt.

Tableau 1.5 : Principaux avantages et inconvénients des dépôts par CVD statique.

### 1.1.3 Comparaison des méthodes de dépôts PVD et CVD

Des couches et des revêtements de surface de même nature que ceux obtenus par un procédé CVD peuvent également être déposés à l'aide de procédés PVD [6]. Le tableau 1.6 présente un comparatif récapitulatif de ces deux méthodes.

Les procédés CVD possèdent certains avantages par rapport aux procédés PVD mais également certaines limitations. Les procédés PVD fonctionnent à des pressions relativement basses. Le libre parcours moyen des espèces dans la phase gazeuse est généralement supérieur à la distance source-substrat et les trajectoires sont essentiellement rectilignes. Cependant les couches déposées sur des substrats dont la surface n'est pas rigoureusement plane ou sur lesquels des motifs ont été gravés n'ont pas une épaisseur constante. Les pressions de fonctionnement des procédés CVD sont plus élevées que les pressions utilisées pour des procédés PVD. En général, le libre parcours moyen des espèces en phase gazeuse est faible par rapport aux dimensions caractéristiques des motifs se

trouvant sur la surface du matériau à recouvrir. De plus, le dépôt provient d'une réaction chimique qui a lieu sur cette dernière. La vitesse de cette réaction est également indépendante du substrat. Par conséquent, les couches déposées par procédés CVD sont généralement uniformes. Les réacteurs CVD ne nécessitent pas l'utilisation de dispositifs pour ultravide comme c'est le cas pour les équipements de dépôt par évaporation sous vide. De ce fait, le coût des équipements et le coût de fonctionnement restent relativement faibles. Néanmoins, le procédé CVD présente quelques inconvénients. L'utilisation de précurseurs peu stables, pyrophoriques ou qui s'hydrolysent facilement à l'air, sont souvent dangereux et nocifs. De plus, les gaz produits au cours du dépôt des couches sont parfois toxiques et corrosifs. Le traitement des rejets gazeux conduit à un coût de fonctionnement supplémentaire.

	Evaporation	Pulvérisation	Dépôt ionique	CVD
Epaisseur ou vitesse de dépôt	0,1 à 100 µm/h Epaisseur de 1 µm maximum	0,01 à 0,1 µm/h	1 à 100 µm/h	0,1 à 100 µm/h
Porosité	Très faible	Très faible	Très faible	Très faible
Adhérence	Médiocre	Bonne	Très bonne	Très bonne
Pouvoir de recouvrement	Bon à faible pression (au détriment de la vitesse)	Bon	Bon	Bon
Matériaux déposés	Tous métaux, alliages, céramiques	Tous métaux, alliages, céramiques	Tous métaux, alliages, céramiques	Tous métaux, alliages, céramiques
Matériaux recouverts	Tous matériaux : métaux, alliages, plastiques	Tous matériaux : métaux, alliages, plastiques	Tous matériaux : métaux, alliages, plastiques	Tous matériaux résistant à l'environnement chimique et à la température (plutôt matériaux réfractaires)
Ambiance de dépôt	$10^{-1}$ à $10^{-7}$ Torr	$10^{-1}$ à $10^{-3}$ Torr	$10^{-3}$ à $10^{-5}$ Torr	Gaz réactifs donc pression inférieure à une atmosphère
Température de traitement	Faible (quelques dizaines de degrés au dessus de la température ambiante)	Relativement faible mais peut augmenter si le traitement est long (100-150 °C)	Relativement faible mais peut augmenter si le traitement est long (100-150 °C)	600 à 1400 °C
Pureté	Très bonne si la pression est inférieure à $10^{-6}$ Torr	La pureté augmente quand la pression diminue	Des gaz provenant du bombardement peuvent être inclus dans le dépôt	Dépôts généralement très purs

Tableau 1.6 : Tableau comparatif des différents procédés PVD et CVD.

## 1.2 Principales applications des couches minces

Les couches minces se retrouvent dans des domaines très variés tels que l'électronique ou encore l'optique. Leurs applications sont nombreuses, par exemple, nous pouvons citer :

- L'interconnexion dans les dispositifs électroniques.
- La réalisation de composants électroniques passifs ou actifs.
- La réalisation de revêtements en optique.
- La réalisation de capteurs.
- La protection de certaines surfaces.
- La décoration d'objets.

Selon le type d'application les procédés de fabrication sont plus ou moins complexes mais ils relèvent en général de ceux décrits précédemment.

### 1.2.1 Les couches minces pour l'électronique

#### 1.2.1.1 L'interconnexion

Les technologies des couches minces ont joué un rôle important dans le développement des composants électroniques et notamment dans le développement des semi-conducteurs afin d'assurer les interconnexions entre les éléments d'une même puce. Les interconnexions sont constituées d'un réseau de lignes métalliques dont le rôle est la distribution des signaux électriques et la connexion des différents composants actifs.

Trois matériaux sont couramment utilisés. Le premier, l'aluminium, est facile à déposer par évaporation thermique. Bon conducteur, il présente une excellente adhérence aux substrats et demeure le plus utilisé dans les techniques de semi-conducteur. Le deuxième, l'or, a l'avantage d'avoir une meilleure conductibilité et aucun risque d'oxydation. Cependant, il est souvent nécessaire d'interposer entre le support et la couche d'or une couche d'accroche. Généralement, le chrome est choisi pour remplir cette fonction. Le troisième matériau principalement utilisé est le cuivre. Celui-ci présente la particularité d'avoir la plus faible résistivité ce qui se révèle très important dans les dispositifs ultra miniaturisés fonctionnant à des fréquences élevées, où l'effet de peau entraîne une augmentation notable de la résistance du conducteur.



### **1.2.1.2 Les composants et dispositifs électroniques**

Il est assez difficile de déterminer un domaine particulier pour l'utilisation des couches minces en électronique. Certains domaines d'application peuvent néanmoins être distingués : le domaine des circuits analogiques, les codeurs, le domaine des applications hyperfréquences et optoélectroniques. L'utilisation des couches minces va donc du simple composant électronique à des composants plus complexes. Elles permettent par exemple de réaliser des résistances et des condensateurs de grande précision et de haute stabilité dans le temps et en température. Il est également possible de réaliser des transistors en couches minces. On les retrouve par exemple dans le cas des panneaux LCD pour lesquels un transistor de commutation est associé à chaque pixel de la dalle. D'autres applications demeurent dans les panneaux solaires ou les diodes hétérojonction. Le filtre à ondes acoustiques de surface est aussi un exemple typique de l'usage des couches minces. Ces filtres permettent suivant le dessin des peignes interdigités de réaliser une fonction de transfert appliquée à un signal radiofréquence (ligne à retard, filtre, résonateur, ...).

### **1.2.2 Les couches minces pour les capteurs**

L'exploitation des technologies couches minces pour la réalisation des capteurs thermiques, mécaniques, physiques et chimiques est très importante. En effet l'une des propriétés des couches minces est leur grande sensibilité à des sollicitations extérieures. Cela en fait donc des composants privilégiés pour une large variété de capteurs. Par exemple les capteurs thermiques en couche mince servent à mesurer des températures et des densités de flux thermique, c'est-à-dire des transferts de chaleur à travers des parois de veines de combustion ou des aubes. Quant aux capteurs mécaniques, ils permettent par exemple de mesurer les déformations à partir des variations de leur résistance électrique et d'en déduire les contraintes mécaniques. On retrouve donc des capteurs de pression à jauge de contrainte en couche mince. On voit aussi apparaître de plus en plus des applications biochimiques pour une surveillance médicale de certaines maladies comme l'épilepsie à l'aide de systèmes d'électrodes en couches minces déposées sur un support flexible.

### **1.2.3 Les couches minces pour l'optique**

En optique on va exploiter la technologie couche mince principalement pour deux types d'applications, d'une part les couches réfléchissantes et, d'autre part, les couches au contraire antireflets. Dans le premier cas, on va trouver les applications de type miroir plan ou non et surtout les réflecteurs complexes tels que les optiques de phares de voiture qui sont effectivement des dispositifs métallisés sous vide et comportant une couche d'aluminium. Cependant il faut noter que

cette couche d'aluminium est relativement fragile et supporte mal des conditions d'environnement sévères. Aussi doit-on la protéger par une couche de silice, déposée par *ion plating*, immédiatement après le dépôt d'aluminium, c'est à dire dans le même cycle de vide. 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 façon 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'onde.

#### **1.2.4 Les couches de protection**

Les couches minces peuvent aussi être employées pour protéger ou renforcer la surface d'un matériau. Notamment dans le cas des couches anticorrosion, on trouve l'application des pare-chocs ou encore des pièces nickelées destinées à des dispositifs à hautes performances techniques comme par exemple les satellites. En effet, l'amélioration de la robustesse ou de l'imperméabilité consiste à appliquer sur un circuit à puces par exemple, une protection par déposition d'une couche mince qui amène le circuit à un niveau d'herméticité requis pour une application généralement militaire ou spatiale. On va aussi trouver des applications de dépôt en surface pour assurer non seulement une protection contre la corrosion mais aussi un renforcement de la dureté de la surface. C'est par exemple le cas de certains forets recouverts d'une couche de titane qui leur confère une bien plus grande dureté avec un coût de fabrication bien moindre que s'ils étaient usinés intégralement avec ce matériau.

### **1.3 Les défauts rencontrés dans les couches minces**

Comme présenté sur la figure 1.6, les défauts rencontrés au niveau des couches minces sont nombreux et variables. Ils proviennent généralement du processus d'élaboration des couches minces et également des contraintes mécaniques au sein de la couche et du substrat. Parmi les plus fréquents, nous pouvons citer les craquèlements, les microfissures, les décollements partiels, les manques d'adhérence, les délaminations, les lacunes, les gouttelettes, les inclusions, les rugosités de surface, les porosités, les manques de dureté, la réactivité à l'humidité, la sensibilité à la température et les tâches inexplicables sur la surface [8,9]. Des problèmes optiques associés ou indépendants tels que les erreurs d'épaisseur ou d'indice, ou des instabilités, peuvent aussi survenir.

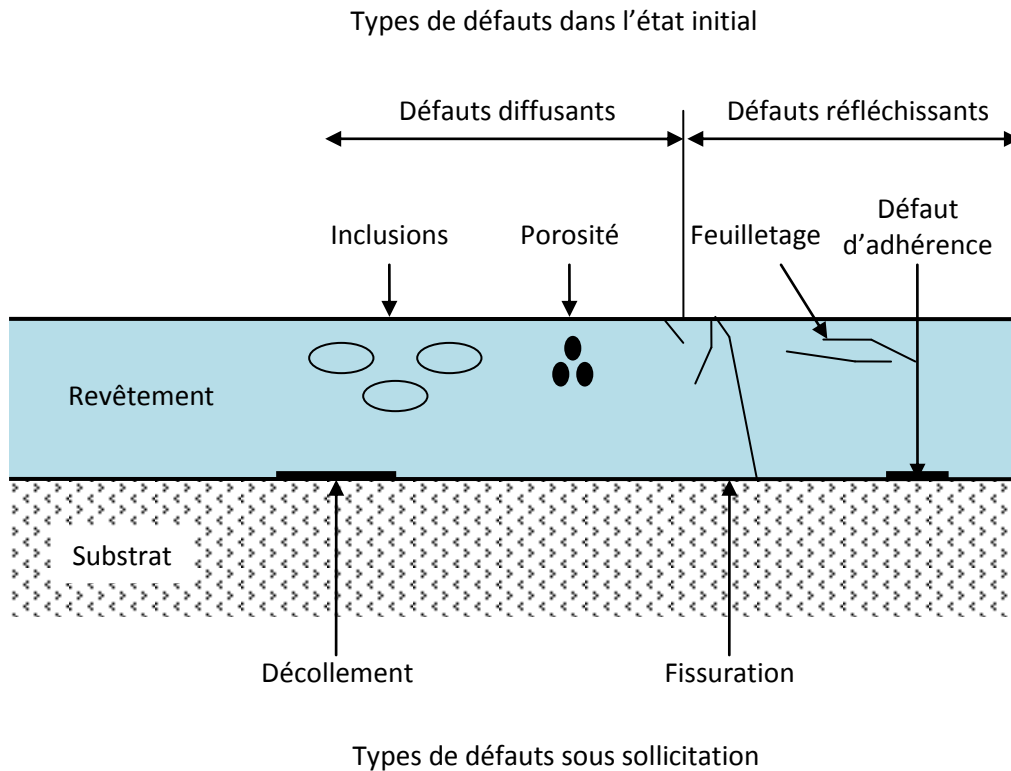


Figure 1.6 : Exemples de défauts rencontrés dans les revêtements [9].

### 1.3.1 Les défauts d'épaisseur

Pour rendre compte de la qualité d'un revêtement, l'épaisseur est l'un des premiers critères utilisés. En effet, une faible variation de celle-ci peut induire un changement important des propriétés optiques ou encore de la conductivité électrique du matériau déposé. En plus de l'uniformité du dépôt, celui-ci doit être suffisamment épais pour qu'il joue pleinement son rôle. Néanmoins, une épaisseur de couche trop importante peut altérer les propriétés de la pièce ou la rendre trop coûteuse.

Pour contrôler l'épaisseur du dépôt il existe diverses méthodes : magnétiques, spectrométriques, ultrasonores ou encore capacitives. Cependant, les techniques destructives ou avec contact sont inadaptées pour certains revêtements fragiles ou coûteux. Dans ce cas, les méthodes ultrasonores sans contact s'imposent, comme par exemple pour répondre au besoin de contrôle d'épaisseur d'une couche d'or micrométrique sur un circuit imprimé.

Notons également que l'uniformité de la couche mince dépend essentiellement de la qualité de surface du substrat utilisé et de la méthode de dépôt mise en œuvre. Afin d'obtenir un film d'épaisseur quasi-uniforme, une technique consiste à déplacer constamment le substrat lors du processus de dépôt à l'aide d'un porte substrat tournant.

### 1.3.2 Les défauts d'adhérence

L'adhérence est une caractéristique essentielle d'une structure constituée d'une couche mince et d'un substrat. En effet, une couche peut disposer des meilleures propriétés, si elle n'adhère pas au substrat, elle est sans valeur. L'adhésion de celle-ci dépend généralement de la compatibilité entre les deux matériaux constituant la structure, de la dureté du substrat et des contraintes résiduelles existant dans le film mince.

Les essais d'adhérence sont nombreux et font appel à des paramètres variés. Il est nécessaire d'adapter la mise en œuvre de l'essai pour le rendre aussi représentatif que possible des conditions de service de la pièce considérée. En plus des méthodes qualitatives recommandées, et souvent suffisantes, pour caractériser ou sélectionner des pièces correctes, il existe aussi des méthodes quantitatives. Ces dernières reposent toutes sur le même principe, à savoir, appliquer une contrainte mécanique croissante à l'interface, jusqu'à ce que celle-ci cède. Les méthodes quantitatives sont schématiquement classées en cinq groupes : traction, cisaillement, indentation interfaciale, choc (ultrasons focalisés, laser ou percuteur) et rayure [9].

### 1.3.3 Les défauts liés aux contraintes

Les contraintes thermomécaniques imposées aux films minces formant les interconnexions peuvent engendrer des défauts dans les circuits. Ces défauts ont été observés aussi bien dans les couches diélectriques que dans les lignes de métal conduisant le courant dans les dispositifs. Les principaux défauts qui en résultent sont [8,10] :

- des fissurations, qui apparaissent dans l'épaisseur des films fragiles aux endroits où la structure est en forte tension,
- des délaminations ou décollements à l'interface entre deux couches,
- des trous ou « voids », qui apparaissent exclusivement dans les lignes et les vias métalliques où la mobilité des atomes est importante et qui sont dus principalement aux mouvements de matière créés pour relaxer la contrainte provoquée par des montées et descentes en température,
- des excroissances ou « hillocks », qui apparaissent à la surface du métal, plutôt orientées verticalement, et qui sont le résultat d'une déformation plastique compressive,
- des mécanismes d'électromigration, qui apparaissent lors du passage d'un courant électrique dans le métal, phénomènes amplifiés par la présence des contraintes.

Ces défauts peuvent générer des défaillances sur les produits et remettre en cause le fonctionnement de tout le circuit intégré. C'est pourquoi, il est indispensable d'identifier l'origine des contraintes mécaniques et de mesurer les déformations que subissent les couches minces.

## 1.4 Les principales méthodes de caractérisation des couches minces par contrôle non destructif

Les propriétés mécaniques d'un matériau sous forme de couche mince diffèrent de celles du même matériau à l'état massif ou même utilisé sous forme de film épais. Il est donc essentiel de disposer de méthodes de caractérisation adaptées aux films minces afin d'en connaître ses caractéristiques. Ainsi, la détermination de l'épaisseur de la couche, de ses paramètres élastiques mais aussi de sa masse volumique est souvent recherchée. Pour cela, les techniques de caractérisation sont nombreuses et variées, certaines sont destructives, d'autres, au contraire, sont non destructives. Dans cette partie, nous nous intéresserons uniquement aux méthodes de contrôle non destructif les plus courantes.

### 1.4.1 La nanoindentation

La technique de nanoindentation, autrefois appelée indentation instrumentée, est de plus en plus utilisée pour analyser certaines propriétés d'une couche mince déposée sur un substrat [11,12]. Cet essai, considéré comme non destructif, dont le dispositif est représenté sur la figure 1.7, consiste à faire pénétrer avec une force  $P_{max}$  normale à la surface de l'échantillon, une pointe généralement pyramidale à base triangulaire afin d'en déduire une dureté locale. On mesure alors l'évolution de la force avec la pénétration de l'indenteur. La dureté est définie par l'équation (1.1) [13].

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (1.1)$$

$A$  représente l'aire de la surface de contact entre l'indenteur et le matériau, projetée sur la surface de l'échantillon.

La réalisation d'un cycle complet de charge et de décharge permet d'obtenir une courbe similaire à celle présentée à la figure 1.8. Celle-ci représente la force appliquée  $P$  en fonction de la pénétration de la pointe d'indentation  $\delta$  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'indent laissé dans l'échantillon.

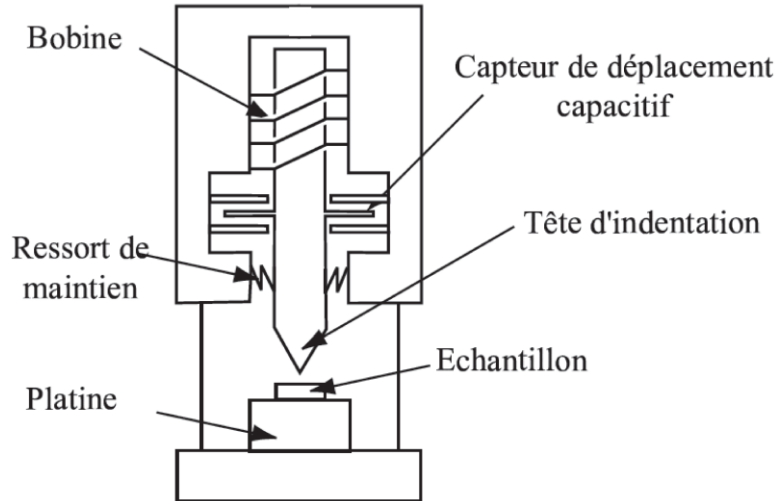


Figure 1.7 : Représentation schématique du dispositif expérimental de nanoindentation [14].

A partir des courbes force-pénétration les propriétés élastiques de l'échantillon peuvent être obtenues et il est aussi possible d'estimer l'aire  $A$ . La courbe de décharge est supposée purement élastique et sa pente initiale, appelée aussi raideur de contact  $S$ , peut être reliée au module de Young  $E$  de l'échantillon à partir de la formule de Sneddon [13] :

$$S = 2a \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (1.2)$$

avec  $\nu$  le coefficient de Poisson du matériau indenté et  $a$  le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau, calculé à  $P = P_{max}$ .

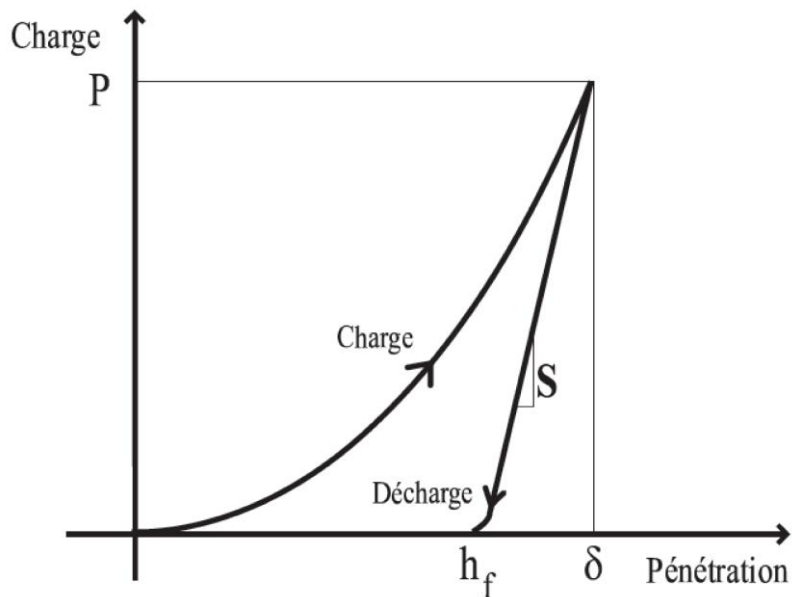


Figure 1.8 : Exemple de courbe d'indentation [14].

### 1.4.2 La microscopie acoustique

Les microscopes acoustiques permettent deux approches complémentaires de la caractérisation des matériaux :

- Soit un balayage suivant xy parallèlement à la surface de l'échantillon, qui constitue le mode imagerie. Ce mode est utilisé afin de détecter des défauts situés à moins d'une longueur d'onde acoustique sous la surface du matériau sondé [15].
- Soit des mesures locales, qui donnent des informations quantitatives sur les propriétés élastiques du matériau au moyen d'une méthode acoustique appelée  $V(z)$  [16-21].

Nous nous intéresserons ici à cette dernière méthode.

Comme le montre la figure 1.9, un microscope acoustique est constitué d'un transducteur piézoélectrique permettant la génération des ondes ultrasonores et d'une lentille acoustique permettant la focalisation de celles-ci en un point de l'échantillon. Un milieu de couplage (en général l'eau) est nécessaire pour réaliser la transmission de ces ondes entre le milieu et l'échantillon testé.

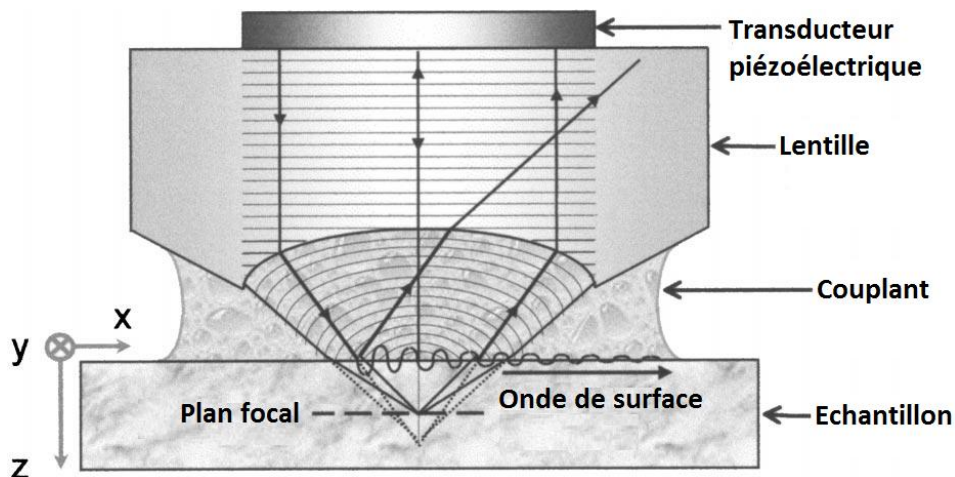


Figure 1.9 : Principe de la méthode  $V(z)$  [18].

La méthode  $V(z)$  consiste à enregistrer les variations de la tension électrique  $V$  aux bornes du transducteur en fonction de la distance  $z$  qui sépare le plan focal de la lentille et la surface de l'échantillon. La courbe résultante, dont un exemple est donné à la figure 1.10, est dénommée signature acoustique ou  $V(z)$ .

Le signal  $V(z)$  provient principalement des interférences entre deux types d'ondes : l'onde réfléchie en incidence normale et l'onde de Rayleigh fuyante [21].

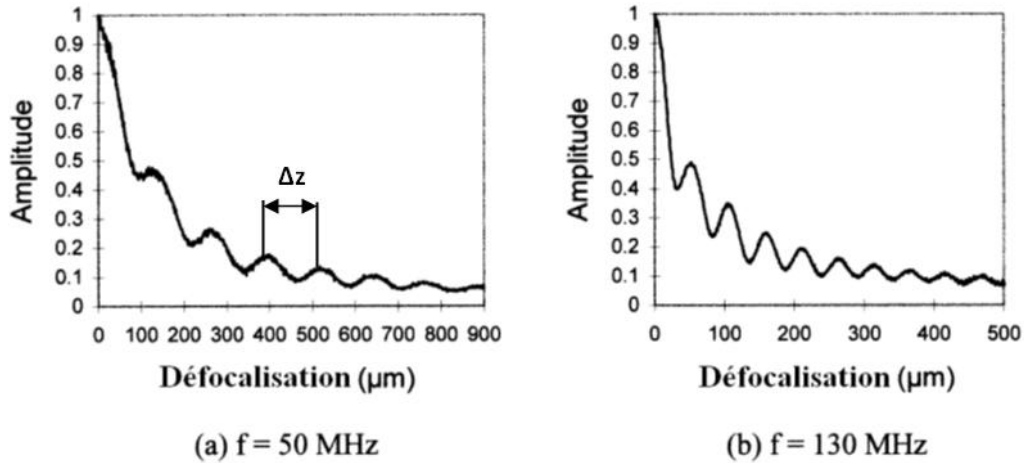


Figure 1.10 : Signatures acoustiques à différentes fréquences d'une couche de chrome dopée au carbone de 10 µm d'épaisseur, déposée sur un substrat en acier M2 [18].

Ce signal a une allure pseudo-périodique. La périodicité  $\Delta z$  des interférences obtenues entre les deux ondes peut se mettre sous la forme [19] :

$$\Delta z = \frac{V_0}{2 \cdot f \cdot (1 - \cos \theta_R)} \quad \text{avec } \theta_R \text{ définit par : } \sin \theta_R = \frac{V_0}{V_R} \quad (1.3)$$

où  $V_0$  est la vitesse de propagation de l'onde acoustique longitudinale dans le milieu de couplage,  $\theta_R$  l'angle critique de Rayleigh,  $V_R$  la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant à la surface du matériau et  $f$  la fréquence des ondes acoustiques.

Connaissant la période des oscillations  $\Delta z$ , la vitesse de propagation  $V_0$  et la fréquence  $f$ , il est alors possible d'obtenir directement la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh :

$$V_R = \frac{V_0}{\sin \theta_R} = \frac{V_0}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{V_0}{2 \cdot f \cdot \Delta z}\right)^2}} \quad (1.4)$$

A partir de la vitesse de l'onde de surface  $V_R$  et de la vitesse de l'onde longitudinale  $V_L$  dans l'échantillon, la vitesse de l'onde transversale  $V_T$  peut ensuite être déterminée. Le module de Young d'un matériau massif de masse volumique  $\rho$  peut alors être obtenu en utilisant la relation suivante :

$$E = \rho \cdot V_T^2 \cdot \left( \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \right) \quad (1.5)$$

Dans le cas des structures du type couche sur substrat, la vitesse de l'onde de surface dépend de la fréquence. Pour obtenir la courbe de dispersion des ondes de surface, qui est une représentation de la vitesse (de phase ou de groupe) en fonction de la fréquence ou du produit fréquence x épaisseur



de la couche, il est nécessaire d'effectuer différentes mesures à différentes fréquences. En comparant la courbe de dispersion théorique à la courbe de dispersion expérimentale, les propriétés élastiques de la structure peuvent alors être estimées.

### 1.4.3 La spectroscopie de résonance ultrasonore

La spectroscopie de résonance ultrasonore permet la mesure des constantes élastiques d'un film mince déposé sur un substrat [22-24]. L'idée de base est de faire résonner la structure à contrôler et d'analyser les caractéristiques des résonances. Cette technique consiste alors à exciter la pièce à des fréquences ultrasonores et à étudier ses vibrations dans le domaine fréquentiel. Les amplitudes maximales seront observées pour les fréquences propres de la pièce, pour lesquelles le phénomène de résonance se produit. La réponse de l'échantillon dans le domaine fréquentiel est dénommée « spectre de résonance » [25].

Le spectre des fréquences naturelles de résonance des solides dépend de la géométrie, de la densité et des paramètres élastiques de l'échantillon. Ainsi, pour des structures du type couche sur substrat, le spectre de résonance est défini par les propriétés à la fois du substrat et du film. Par conséquent, si les paramètres et la géométrie du substrat sont bien connus, les constantes élastiques de la couche mince peuvent être extraites des données des résonances.

Le principe général d'une chaîne de mesure typique est schématisé sur la figure 1.11. L'échantillon est placé directement en contact entre deux transducteurs piézoélectriques, le premier servant d'émetteur, le second de récepteur. Il n'y a pas de milieu de couplage, mais les dimensions du contact doivent être les plus petites possibles devant la longueur d'onde utilisée. L'excitation des vibrations est pilotée par un générateur de signaux.

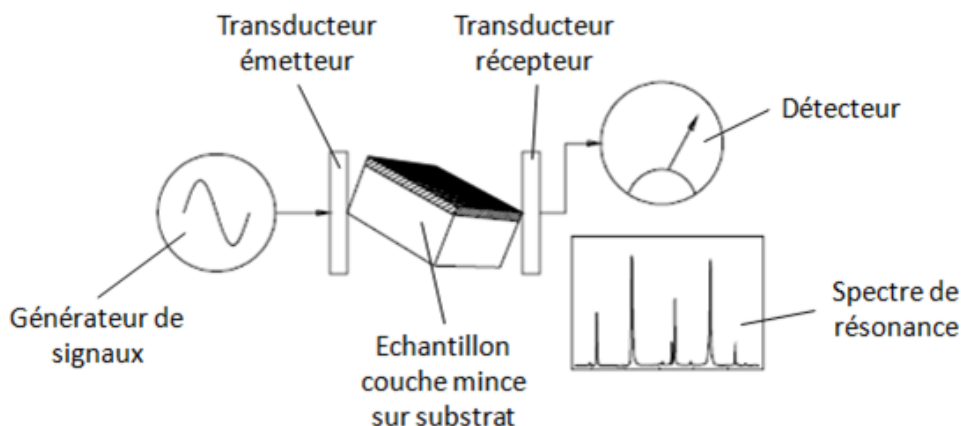


Figure 1.11 : Appareillage et chaîne de mesure typique pour un échantillon de type couche mince sur substrat [24].

#### **1.4.4 Les méthodes ultrasonores sans contact**

Dans les méthodes de contrôle non destructif étudiées précédemment, la génération et/ou la détection des ondes acoustiques nécessitent un contact direct ou l'utilisation d'un milieu de couplage avec la structure. Cette dernière est donc souvent recouverte de gel, immergée dans une cuve ou encore aspergée par un jet d'eau. Afin d'éviter ces inconvénients, des systèmes de caractérisation sans contact et sans milieu de couplage ont été développés. Le fait de travailler sans contact autorise l'inspection de pièces chaudes ou de géométries complexes, ainsi qu'un contrôle en ligne. De plus, il est possible de contrôler des matériaux poreux ou hydrophobes sans craindre d'endommager les structures ou de créer des conditions favorables au développement de la corrosion.

Différentes techniques permettant la génération et la détection des ondes ultrasonores sans contact existent. Parmi celles-ci, on retrouve [26,27] :

- le couplage à air, mettant en jeu des transducteurs électromagnétiques, piézoélectriques ou encore capacitif,
- la génération laser et la détection interférométrique,
- une combinaison des différents moyens décrits précédemment.

La capacité du laser à générer et détecter différents types d'ondes acoustiques (ondes de volume, de surface ou guidées) lors de chaque tir réalisé sur la surface d'un échantillon, lui confère, vis-à-vis des transducteurs à couplage à air, une plus grande facilité d'utilisation. Les méthodes les plus couramment utilisées en ultrasons-lasers sont décrites aux paragraphes suivants.

##### **1.4.4.1 L'effet Brillouin**

L'effet Brillouin ou diffusion Brillouin est une technique sans contact de diffusion inélastique de la lumière [28-30]. En raison de l'interaction de la lumière avec le milieu de propagation, différentes composantes de diffusion sont générées. Dans les conditions les plus générales, le spectre de la lumière diffusée, présenté à la figure 1.12, se compose d'une raie centrale intense de Rayleigh accompagnée d'une bande large dite aile de Rayleigh, des raies de diffusion Brillouin et des raies de diffusion Raman. Les composantes du côté gauche de la raie Rayleigh sont dites Stokes et les composantes du côté droit sont dites anti-Stokes.

Dans une expérience de diffusion Brillouin, une impulsion optique excite les ondes acoustiques (diffusion Brillouin stimulée) dans l'échantillon, au sein duquel il existe des modes propres de vibration. La lumière diffusée par ces oscillations présente une fréquence légèrement différente de

celle de la lumière incidente. Lorsque le décalage en fréquence est de l'ordre de 1 à 100 GHz, il peut être mis en évidence à l'aide d'un interféromètre de Fabry Pérot, dans ce cas on parle de spectroscopie Brillouin. La mesure de ce décalage permet de remonter à certaines propriétés du milieu.

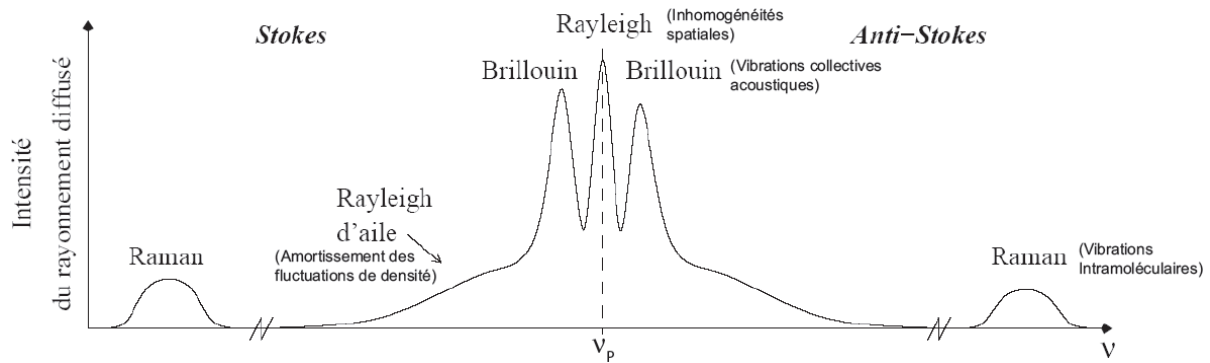


Figure 1.12 : Allure d'un spectre de diffusion spontanée pour une fréquence d'excitation  $\nu_p$  [31].

#### 1.4.4.2 La méthode pompe-sonde

La méthode pompe-sonde [31-35] est couramment mise en œuvre pour caractériser les couches minces. Une impulsion laser de très courte durée appelée « pompe » excite des ondes acoustiques de volume. Ces ondes sont générées directement dans la couche mince, avec des longueurs d'onde très inférieures à l'épaisseur de la couche. Le changement d'impédance acoustique présent à l'interface couche-substrat divise l'impulsion initiale en une partie transmise qui se propage dans le substrat et une partie réfléchi (écho) qui se redirige vers la surface [32]. Notons qu'il existe un déphasage de  $180^\circ$  entre l'onde incidente et l'onde réfléchi induit par la réflexion elle-même. Ce phénomène est illustré sur la figure 1.13. Dès que l'écho a atteint la surface, cela provoque une légère perturbation de la réflectivité optique. La détection de cet écho se fait grâce à l'emploi d'une seconde impulsion laser, appelée « sonde », moins énergétique que la première. Le retard induit entre le faisceau pompe et le faisceau sonde permet alors 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, notamment ses paramètres élastiques ou encore son épaisseur. En effet, l'écho de l'onde de volume a parcouru l'équivalent de deux fois l'épaisseur de la couche. Ainsi, connaissant l'épaisseur de la couche déposée, il est alors possible de déterminer la vitesse des ondes acoustiques longitudinales, et vice-versa.

En pratique, les faisceaux pompe et sonde proviennent d'une même impulsion laser. L'impulsion de pompe et l'impulsion de sonde pourraient venir de lasers différents, mais il est difficile de synchroniser deux lasers avec une très bonne précision et sans introduire d'incertitude sur les

mesures. C'est pourquoi, un cube séparateur est utilisé afin de séparer en deux parties le faisceau d'origine. Le schéma classique du montage optique pompe-sonde est présenté à la figure 1.14.

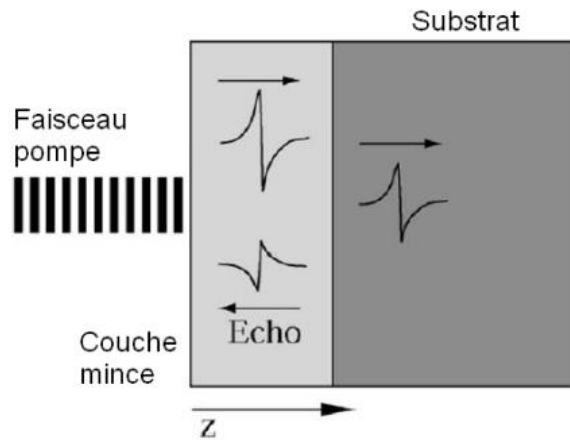


Figure 1.13 : Excitation et propagation des ondes acoustiques de volume [33].

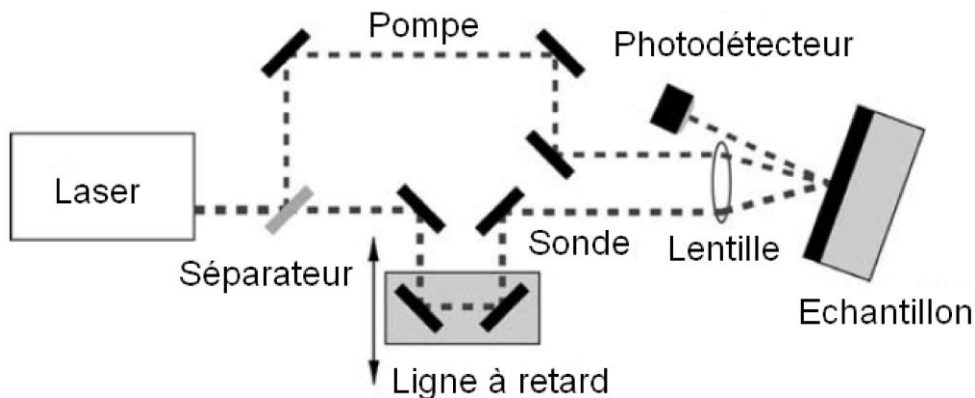


Figure 1.14 : Schéma de principe de la méthode pompe-sonde [33].

De manière à obtenir des impulsions de très courte durée, l'utilisation de lasers femtosecondes est souvent privilégiée. Le faisceau pompe est dirigé vers l'échantillon via des miroirs pour être ensuite focalisé sur celui-ci à l'aide d'une lentille ou d'un objectif de microscope. Le faisceau sonde passe quant à lui par une ligne à retard qui est généralement composée de tables de déplacements. Ainsi, le retard appliqué à ce faisceau est totalement maîtrisé. Le faisceau sonde est ensuite redirigé vers l'échantillon sur lequel il est également focalisé, éventuellement par la même lentille ou le même objectif de microscope que celui emprunté par le faisceau pompe. L'intensité du faisceau sonde réfléchi est finalement mesurée à l'aide d'un photodétecteur, pour différentes valeurs de retard entre les faisceaux sonde et pompe.

Un exemple de courbes expérimentales obtenues à l'aide de cette méthode est donné à la figure 1.15. Le changement de réflectivité est dû à deux effets physiques majeurs [34]. Premièrement, l'effet le plus important provient de la dilatation thermique causée par l'impulsion pompe. Ce changement est visible dès que l'impulsion atteint la surface (à zéro picoseconde sur la courbe), puis décroît progressivement. Deuxièmement, les légers changements de réflectivité observés sont causés par l'effort mécanique induit par l'arrivée des échos à la surface de l'échantillon. Les trois courbes présentes sur la figure 1.15 montrent que l'épaisseur de la couche détermine le temps de vol de l'onde sur un aller-retour à l'intérieur du film mince. En éliminant l'effet de la dilatation thermique, on peut quantifier l'impédance acoustique du substrat ou d'une couche en mesurant l'amplitude des échos.

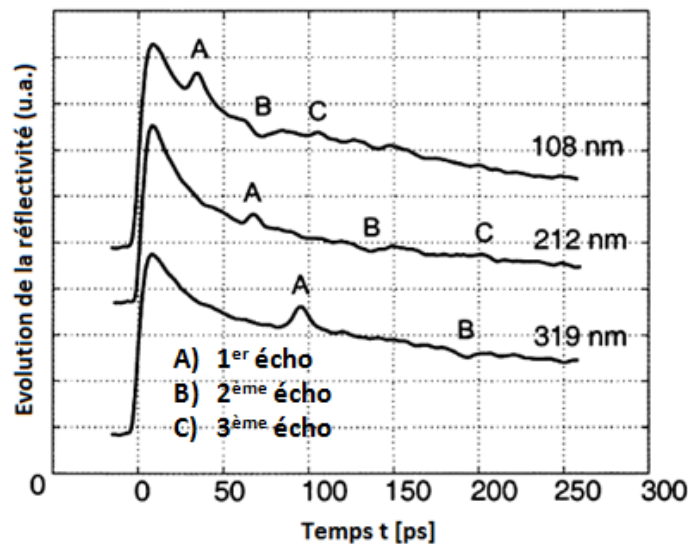


Figure 1.15 : Evolution de la réflectivité pour trois échantillons composés d'une couche d'aluminium d'épaisseur 108 nm, 212 nm ou 319 nm déposée sur substrat de saphir [34].

Cette méthode a l'avantage d'être sans contact et non destructive mais nécessite la connaissance préalable de certaines caractéristiques de la structure étudiée, comme la vitesse des ondes longitudinales ou encore l'épaisseur de la couche. De plus, la mise en œuvre d'un laser impulsif femtoseconde n'est pas toujours aisée dans certains cas, en termes de coût et d'encombrement notamment.

#### 1.4.4.3 La méthode point source/point récepteur

Contrairement à la méthode pompe-sonde où un seul laser impulsif suffisait au bon fonctionnement du banc expérimental, ici deux lasers sont nécessaires. Le premier est un laser impulsif permettant de générer les ondes acoustiques dans la structure couche sur substrat. Le

second est en général un laser continu, intégré dans un système d'interférométrie. Ce dernier permet de mesurer, au point où il est focalisé, le déplacement normal dû au passage de l'onde acoustique à la surface de l'échantillon [36-42]. La figure 1.16 présente la configuration classique de cette méthode.

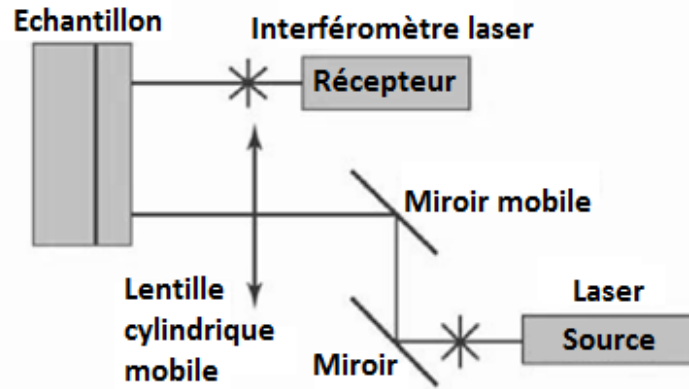
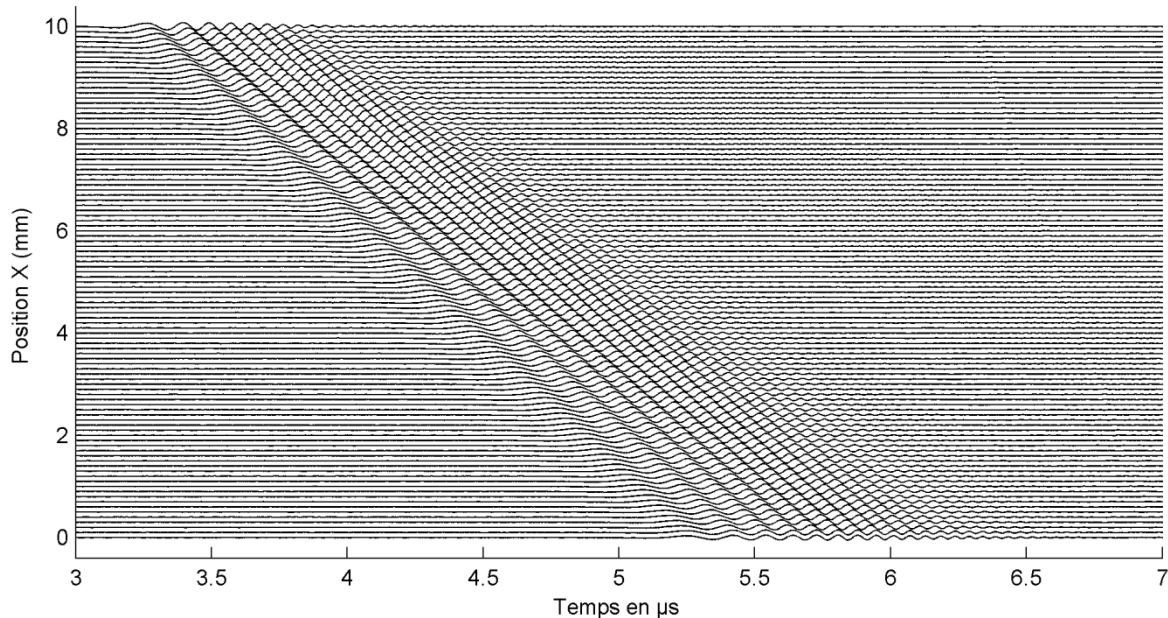


Figure 1.16 : Schéma de principe de la méthode point source/point récepteur [36].

La méthode point source/point récepteur (*point-source/point-receiver*) consiste à enregistrer et étudier les signaux temporels au niveau du détecteur, pour une ou plusieurs configurations d'émission et de réception, afin d'obtenir avec précision les temps d'arrivée des différentes ondes acoustiques générées ainsi que ceux de leurs réflexions. Après l'identification du trajet de chaque onde et de chaque réflexion dans la structure, les vitesses ou les distances de parcours peuvent être obtenues, permettant à nouveau la mesure soit de l'épaisseur de la couche, soit des caractéristiques élastiques.

Cette méthode permet de générer aussi bien des ondes de surface, comme par exemple les ondes de Rayleigh, que des ondes de volume. Pour des structures du type couche sur substrat, les ondes de surface sont dispersives et présentent une nature modale. Lorsque le substrat devient d'épaisseur finie, en plus des ondes de volume, des ondes de plaque peuvent faire leur apparition. Ces ondes, qui proviennent de la recombinaison des nombreuses réflexions des ondes de volume, font vibrer la structure sur toute son épaisseur. Tout comme les ondes de surface, elles sont dispersives et présentent plusieurs modes de propagation. Il est donc nécessaire d'appliquer un traitement numérique aux signaux temporels afin de distinguer les différentes ondes qui se propagent dans la structure. Les résultats du traitement numérique appliqué sont en général présentés sous forme de courbes de dispersion. La caractérisation de la couche se fait alors en faisant correspondre les courbes de dispersion expérimentales avec celles obtenues à partir d'un modèle théorique.

La figure 1.17 présente un exemple de signaux temporels obtenus avec la méthode point source/point récepteur sur une structure de type couche mince sur substrat pour des distances source-récepteur différentes. La dispersion des ondes de surface  $y$  est clairement observée.



**Figure 1.17 : Représentation de 100 signaux temporels acquis sur une couche d'or micrométrique déposée sur un substrat de silicium de 2 cm d'épaisseur. La distance émetteur-récepteur est réduite de 100  $\mu\text{m}$  entre chaque prise de signal. La position de l'émetteur est initialement fixée à  $X = 0$  mm et la fin de l'acquisition se fait à  $X = 10$  mm.**

Afin de s'affranchir du problème de dispersion et donc du traitement numérique, des techniques de génération laser, dites LIG (*Laser Induced Gratings*), mettant en œuvre un réseau de sources linéiques thermoélastiques sont parfois utilisées [43-44]. L'impulsion laser est dans ce cas focalisée sous la forme d'un réseau de franges et il est alors possible de générer une onde de surface quasi-monochromatique de longueur d'onde égale à la distance entre chaque frange. Une autre méthode consiste à observer la résonance à vitesse de groupe nulle de certains modes de Lamb afin de déterminer directement, à partir des signaux expérimentaux, certaines caractéristiques de la structure étudiée [45-46].

## Conclusion

Dans ce premier chapitre, les notions générales sur l'élaboration, les applications et la caractérisation des couches minces ont été présentées. Leurs méthodes de fabrication sont diverses et variées. Elles peuvent être fabriquées soit par un procédé purement physique (PVD) ou, au contraire, par un procédé utilisant une ou plusieurs réactions chimiques (CVD). Ces deux méthodes de dépôt

possèdent chacune leurs avantages et leurs inconvénients. Le choix particulier d'une méthode dépend donc souvent de critères non techniques tels que la disponibilité du matériel, le coût d'utilisation ou bien encore l'application pour laquelle se destine la couche mince.

La plupart des défauts rencontrés dans les couches minces sont soit dus aux méthodes de fabrication, soit dus aux contraintes internes qui sont elles-mêmes liées aux techniques de dépôt. L'utilisation des couches minces dans des systèmes de plus en plus performants et complexes oblige à une bonne connaissance des caractéristiques structurelles, optiques, électriques et surtout mécaniques de celles-ci. La variation des paramètres élastiques ou de l'épaisseur du film entraîne un changement des propriétés physiques. Il s'avère alors nécessaire d'effectuer un contrôle de ces paramètres et de savoir détecter les différents défauts qui peuvent être présents au sein de la couche mince.

Pour ce faire, différentes méthodes existent. Parmi celles-ci, les ultrasons-lasers présentent plusieurs avantages. En effet, ils ne nécessitent aucun contact mécanique avec la structure considérée et permettent ainsi de travailler à distance et sans destruction sur des pièces à haute température et/ou présentant des géométries complexes. L'utilisation d'un milieu de couplage est également évitée. De plus, le côté large bande de cette technique permet la génération d'ondes de natures différentes. Nous étudierons, dans les prochains chapitres, la génération et la détection par sources lasers des ondes ultrasonores et la propagation des ondes de surface dans les structures du type couche mince sur substrat.



# Références bibliographiques du chapitre 1

- [1] J. J. BESSOT, « Dépôt par évaporation sous vide », Technique de l'ingénieur, M 1 655, 1985.
- [2] F. LEFEVRE, « Caractérisation de structures du type plaque par ondes guidées générées et détectées par laser », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2010.
- [3] Y. M. JIANG, « Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur », Thèse de Doctorat, Université Paris XI Orsay, 1992.
- [4] C. MANASTERSKI, « La pulvérisation cathodique industrielle », PPUR presses polytechniques, ISBN-10 : 2880746248, ISBN-13 : 978-2880746247, 2005.
- [5] J. MACHET, « Dépôts ioniques », Technique de l'ingénieur, M 1 663, 1986.
- [6] Y. PAULEAU, « Procédés chimiques de dépôt à partir d'une phase gazeuse », Hermes Science Publications, ISBN-10 : 2746209489, ISBN-13 : 978-2746209480, 2004.
- [7] T. BELMONTE, « Dépôts chimiques à partir d'une phase gazeuse », Technique de l'ingénieur, M 1 660v2, 1985.
- [8] M. LEMAIRE, « Caractérisation de structures du type couche sur substrat par ultrasons lasers », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2008.
- [9] G. BERANGER, H. MAZILLE, « Revêtements et traitements de surface. Approche technologique », Technique de l'ingénieur, M 1 426, 2005.
- [10] P. LE DUC, « Etudes des contraintes mécaniques dans les édifices d'interconnexions d'un procédé submicronique », Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 1999.
- [11] N. SCHWARZER, T. CHUDOBA, F. RICHTER, « Investigation of ultra thin coatings using nanoindentation », Surface & Coatings Technology 200, 5566 – 5580, 2006.
- [12] D. A. LUCCA, K. HERRMANN, M. J. KLOPFSTEIN, « Nanoindentation: Measuring methods and applications », CIRP Annals - Manufacturing Technology 59, 803–819, 2010.
- [13] 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.

- [14] A. PERRIOT, « Nanoindentation de couches minces déposées sur substrat de verre de silice », Thèse de Doctorat, Université de Paris VI, 2005.
- [15] B. CLAIR, G. DESPAUX, B. CHANSON, B. THIBAUT, « Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux », *Ann. For. Sci.* 57, 335-343, 2000.
- [16] A. BENBELGHIT, D. BOUTASSOUNA, B. HELIFA, I. K. LEFKAIER, « Determination of the elastic properties of some coated materials by simulation of the analogue signal of the reflection acoustic microscope », *NDT&E International* 39, 76–81, 2006.
- [17] T. TAHRAOUI, A. BOUDOUR, Y. BOUMAÏZA, « Étude par microscopie acoustique de l'effet d'atténuation transversale et longitudinale sur les modes de propagation dans les structures monocouches et multicouches », *C. R. Physique* 10, 227–235, 2009.
- [18] L. ROBERT, N. BRUNET, T. FLAHERTY, T. RANGLES, E. MATTHAEI-SCHULZ, H. VETTERS, D. RATS, J. VON STEBUT, « Characterisation of TiN and carbon-doped chromium thin film coatings by acoustic microscopy », *Surface and Coatings Technology* 116–119, 327–334, 1999.
- [19] G. DESPAUX, C. MAUREL, D. BARJON et J. ATTAL, « Signature  $V(z)$  en microscopie acoustique : influence de la non-uniformité de l'illumination du capteur », *JOURNAL DE PHYSIQUE IV Colloque CS*, supplément au Journal de Physique III, Volume 4, 1994.
- [20] W. J. XU, M. OURAK, « Angular measurement of acoustic reflection coefficient for substrate materials and layered structure by  $V(z)$  technique », *NDT&E International*, Vol. 30, No. 2 pp. 75-83, 1997.
- [21] J. ATTAL, « Microscopie acoustique », *Technique de l'ingénieur*, R 1 402, 1998.
- [22] N. NAKAMURA, T. NAKASHIMA, S. OURA, H. OGI, M. HIRAO, « Resonant-ultrasound spectroscopy for studying annealing effect on elastic constant of thin film », *Ultrasonics*, doi:10.1016/j.ultras.2009.08.013, 2009.
- [23] K. A. PESTKA, J. D. MAYNARD, D. GAO, C. CARRARO, « Measurement of the Elastic Constants of a Columnar SiC Thin Film », *PRL* 100, 055503, DOI: 10.1103/PhysRevLett.100.055503, 2008.
- [24] J. R. GLADDEN, « Characterization of thin films and novel materials using resonant ultrasound spectroscopy », PhD, Pennsylvania State University, 2003.

- [25] F. DENEUVILLE, « Caractérisation de billes en céramique par spectroscopie de résonances de modes sphéroïdaux – Application au contrôle non-destructif de roulements du secteur aéronautique et spatial », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2007.
- [26] R. E. GREEN, « Non-contact ultrasonic techniques », *Ultrasonics* 42, 9–16, 2004.
- [27] P. BABILOTTE, O. DIALLO, L. P. TRAN HU HUE, M. KOSEC, D. KUSCER, G. FEUILLARD, « Electrical excitation and optical detection of ultrasounds in PZT based piezoelectric transducers », *Journal of Physics : Conference Series*. IOP Publishing, p. 012027, 2011.
- [28] A. G. EVERY, B. A. MATHE, J. D. COMINS, « The study of guided waves in surfaces and thin supported films using surface Brillouin scattering and acoustic microscopy », *Ultrasonics* 44, e929–e934, 2006.
- [29] P. ZININ, M. H. MANGHNANI, S. TKACHEV, V. ASKARPOUR, O. LEFEUVRE, A. EVERY, « Brillouin spectroscopy of surface modes in thin-film Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> on GaAs », *Phys. Rev. B* 60 (4), 2844–2850, 1999.
- [30] J. C. BEUGNOT, « La diffusion Brillouin dans les fibres optiques microstructurées », Thèse de Doctorat, Université Franche-Comté, 2007.
- [31] C. MECHRI, « Techniques d'optique et d'acoustique ultra-rapides pour la caractérisation des propriétés des matériaux nano/méso-poreux et des opales synthétiques », Thèse de Doctorat, Université du Maine, 2008.
- [32] J. BRYNER, D. M. PROFUNSER, J. VOLLMANN, E. MUELLER, J. DUAL, « Characterization of Ta and TaN diffusion barriers beneath Cu layers using picosecond ultrasonics », *Ultrasonics* 44, e1269–e1275, 2006.
- [33] D. M. PROFUNSER, J. VOLLMANN, J. DUAL, « Determination of the material properties of microstructures by laser based ultrasound », *Ultrasonics* 42, 641–646, 2004.
- [34] J. VOLLMANN, D. M. PROFUNSER, J. DUAL, « Sensitivity improvement of a pump–probe set-up for thin film and microstructure metrology », *Ultrasonics* 40, 757–763, 2002.
- [35] A. DEVOS, R. COTE, G. CARUYER, A. LEFEVRE, « A different way of performing picoseconds ultrasonic measurements in thin transparent films based on laser-wavelength effects », *Appl. Phys. Lett.* 86, 211903, 2005.
- [36] F. REVERDY, B. AUDOIN, « Evaluation de l'élasticité d'une couche de revêtement anisotrope par technique ultrason-laser », *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées* 239, 4427, 93-103, 2002.

- [37] P. BURGHOLZER, C. HOFER, B. REITINGER, A. MOHAMMED, H. P. DEGISCHER, D. LOIDL, P. SCHULZ, R. NUSTER, G. PALTAUF, « Laser Ultrasonics for Non-Contact Determination of Material Properties of Continuous Fiber Reinforced or Layered Materials », ECNDT - Th.4.7.2, 2006.
- [38] F. LEFEVRE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, M. DUQUENNOY, P. POUSSOT, M. OURAK, « Laser ultrasonics and neural networks for the characterization of thin isotropic plates », Review of scientific instruments 80, 014901, 2009.
- [39] T. W. MURRAY, O. BALOGUN , T. L. STEEN, S. N. BASU, V. K. SARIN, « Inspection of compositionally graded mullite coatings using laser based ultrasonics », International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 23, 322–329, 2005.
- [40] A. HAIM, S. BAR-AD, A. AZOULAY, « Elastic characterization of Au thin films utilizing laser induced acoustic Rayleigh waves », Journal of Physics: Conference Series 278, 012005, 2011.
- [41] T. W. MURRAY, S. KRISHNASWAMY, J. D. ACHENBACH, « Laser generation of ultrasound in films and coatings », Appl. Phys. Lett., Vol. 74, No. 23, 7 June 1999.
- [42] G. ROSA, P. PSYLLKI, R. OLTRA, S. COSTIL, C. CODDET, « Simultaneous laser generation and laser ultrasonic detection of the mechanical breakdown of a coating-substrate interface », Ultrasonics 39, 355-365, 2001.
- [43] Y. H. LIU, T. T. WU, C. K. LEE, « Application of narrow band laser ultrasonics to the nondestructive evaluation of thin bonding layers », J. Acoust. Soc. Am. 111 (6), 2638-2643, 2002.
- [44] M. LEMAIRE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, W. J. XU, M. DUQUENNOY, M. OURAK, R. COTE, R. SALENBIEN, B. SARENS, W. LAURIKS, C. GLORIEUX, « Film thickness determination by laser ultrasonics », The Journal of the Acoustical Society of America 123(5), 3285-3285, 2008.
- [45] D. CLORENNEC, C. PRADA, D. ROYER, T. W. MURRAY, « Laser impulse generation and interferometer detection of zero group velocity Lamb mode resonance », Appl. Phys. Lett. 89, 024101, 2006.
- [46] C. PRADA, O. BALOGUN, T. W. MURRAY, « Laser-based ultrasonic generation and detection of zero-group velocity Lamb waves in thin plates », Appl. Phys. Lett. 87, 194109, 2005.



# Chapitre 2

## Génération et détection d'ondes élastiques par sources lasers

### Introduction

Aujourd'hui, le laser est utilisé dans de nombreux domaines tels que l'optique et la photonique, la médecine la métrologie ou encore l'astronomie. On le retrouve également dans les secteurs industriels, allant du divertissement à la construction civile en passant par le développement durable. Cette découverte importante du 20<sup>ème</sup> siècle est, dans notre cas, employée pour la génération et la détection d'ondes ultrasonores.

Dans une première partie, nous introduirons le principe général des ultrasons-lasers et énumérerons leurs avantages. Quelques caractéristiques des lasers les plus couramment utilisés seront également présentées. Les principaux modes d'interaction laser-matière qui conduisent à la génération d'ondes ultrasonores dans les solides seront ensuite exposés dans une seconde partie. Nous y décrirons successivement les modes thermoélastique, ablation et cumulés avant de nous intéresser plus particulièrement à la génération thermoélastique. La troisième partie sera quant à elle consacrée à la détection optique où les méthodes interférométriques hétérodyne et holographique seront abordées. Pour terminer ce chapitre, les dispositifs expérimentaux utilisés au sein du laboratoire seront détaillés.

## 2.1 Généralités sur la méthode ultrasons-lasers

### 2.1.1 Génération et détection des ultrasons par lasers

Les lasers peuvent émettre de manière continue ou impulsionnelle. Le mode continu est utilisé pour la détection des ultrasons mais c'est le mode impulsionnel déclenché (*Q-switched*) ainsi que le couplage de mode (*mode locking*) qui servent à la génération. En mode déclenché, l'énergie peut être délivrée par une seule impulsion ou par une série d'impulsions répétitives. Ces impulsions laser de courte durée vont engendrer une élévation locale de la température de la structure étudiée et

ainsi provoquer des phénomènes d'interaction laser-matière à la base de la génération des ondes élastiques. Le principe de fonctionnement du mode déclenché réside dans l'augmentation artificielle des pertes de la cavité dans le but d'obtenir un seuil d'amorçage de l'oscillation laser très élevé. Pour cela, un des miroirs de la cavité est masqué temporairement par l'intermédiaire d'une porte optique afin que l'inversion de population devienne très importante sans qu'il y ait oscillation. Lorsque le pompage a atteint un niveau suffisant, la porte s'ouvre et le faisceau laser s'amorce en l'espace de quelques allers-retours dans la cavité. L'impulsion obtenue est alors courte, d'une durée généralement comprise entre 5 et 100 nanosecondes, ce qui permet d'atteindre des puissances crêtes élevées (supérieures au MégaWatt), même si l'énergie totale délivrée reste faible. Le choix de la longueur d'onde du laser dépend de l'absorptivité du matériau à la fréquence considérée. De plus, la durée de l'impulsion laser fait également partie des paramètres à prendre en compte dans la génération des ondes ultrasonores. Les lasers Nd:YAG (acronyme de *Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet*) et CO<sub>2</sub> permettent de couvrir un large spectre de fréquence et représentent les sources les plus utilisées [1].

En ce qui concerne la détection par laser des ondes ultrasonores dans les matériaux, celle-ci est dépendante de l'ensemble des propriétés du faisceau laser, à savoir la monochromaticité, la cohérence, la directivité et la densité de puissance. Les techniques optiques sont basées sur différents principes : interaction acousto-optique dans un milieu transparent, déflexion ou diffraction d'un faisceau laser par une onde de surface et l'interférométrie. Dans la dernière technique citée, la phase d'un faisceau lumineux réfléchi, sous incidence normale, par la surface d'un objet est modulée par le déplacement de cette surface engendré par une onde acoustique. Cette méthode est vue plus en détail au paragraphe 2.3.

Les tableaux 2.1 et 2.2 donnent les principales caractéristiques de quelques lasers utilisés pour la génération et la détection des ultrasons.

Milieu actif	Longueurs d'onde (μm)	Durée de l'impulsion	Fréquence de répétition (Hz)	Energie (J)
CO <sub>2</sub>	10.6	6 ns – 1100 μs	< 10 <sup>4</sup>	< 2200
Argon-Fluor	0.193	5.5 ns – 25 ns	< 500	< 0.6
Krypton-Fluor	0.248	30 ps – 200 ns	< 500	< 1.5
Nd:YAG	1.06, 0.532*, 0.355*, 0.266*	30 ps – 20 ms	< 5.10 <sup>4</sup>	< 150
Rubis	0.694	15 ns – 3 ms	< 120	< 400

\* : Fréquences harmoniques de la fréquence fondamentale.

**Tableau 2.1 : Caractéristiques de lasers impulsionnels utilisés pour la génération des ultrasons [2].**

Milieu actif	Longueurs d'onde ( $\mu\text{m}$ )	Puissance
Argon	0.488 ou 0.514	< 20 W
Hélium-Néon	0.633	< 50 mW
Nd:YAG	1.06, 0.532*, 0.355*, 0.266*	< 1 kW

\* : Fréquences harmoniques de la fréquence fondamentale.

Tableau 2.2 : Caractéristiques de lasers continus utilisés pour la détection des ultrasons [2].

### 2.1.2 Les avantages des ultrasons-lasers

Le laser est largement utilisé en industrie, on le retrouve notamment pour des utilisations de découpe, de perçage, d'usinage assisté, de soudage, de traitements de surface, ou encore pour la gravure et le marquage [3]. Ses nombreux atouts en font aussi un outil en plein essor pour le contrôle non destructif des structures par ultrasons. En effet, les ultrasons-lasers dont le principe repose sur l'interaction laser-matière afin de générer les ondes acoustiques, possèdent les avantages suivants [1] :

- Par rapport aux méthodes traditionnelles (transducteurs piezoélectriques), la génération photoacoustique n'exige aucun contact mécanique. L'inspection de matériaux placés dans des environnements difficiles (températures très élevées ou très basses,...), de géométries complexes (formes cylindriques,...) est rendu possible.
- Le contrôle de la structure peut se faire à distance sans créer d'endommagement ni de conditions favorables au développement de la corrosion, puisqu'aucun couplant n'est utilisé.
- La position et la forme de la source sont facilement modifiables.

## 2.2 Génération d'ondes élastiques par effet photothermique

Dans cette partie, nous passerons en revue les différents modes de génération photothermique. Nous verrons qu'il nous est nécessaire de travailler en régime thermoélastique et par conséquent nous nous intéresserons uniquement à ce dernier cas. Ainsi, la théorie de la génération thermoélastique et les diagrammes de directivité pour une source linéique et une source ponctuelle seront présentés dans le cas d'un solide semi-infini, homogène et isotrope. Nous modéliserons également cette dernière source par éléments finis afin de prédire le comportement d'une onde de Rayleigh générée dans un substrat de silicium.

### 2.2.1 Les modes de génération

Selon la densité de puissance incidente, l'impulsion lumineuse, focalisée à la surface d'un solide



opaque, engendre des ondes élastiques selon différents mécanismes [1,4-6]. Les deux principaux phénomènes sont la dilatation thermique (régime thermoélastique) et la vaporisation de matière à la surface de l'échantillon (régime d'ablation). D'autres types d'interactions existent mais ne seront pas évoqués dans cette partie.

### 2.2.1.1 Le régime thermoélastique

Lorsqu'une impulsion lumineuse rencontre la surface libre d'un solide opaque, une partie de son énergie est absorbée par l'échantillon et est convertie en chaleur par effet Joule. Si la densité de puissance incidente est faible, l'élévation de température qui en résulte ne permet pas d'atteindre le point de fusion du matériau et aucun changement d'état de la matière n'est observé. Dans ce cas, le phénomène d'interaction laser-matière est non destructif, c'est le régime thermoélastique. Cet échauffement est suffisant pour engendrer au sein du matériau des contraintes mécaniques qui permettront ensuite la génération d'ondes acoustiques. La direction de ces contraintes est parallèle à la surface irradiée et lorsque la focalisation du faisceau laser est circulaire, la source est assimilable à un disque d'épaisseur faible qui se dilate de façon radiale (figure 2.1). Pour les métaux, l'énergie absorbée reste localisée dans quelques nanomètres sous la surface, dans l'épaisseur de peau.

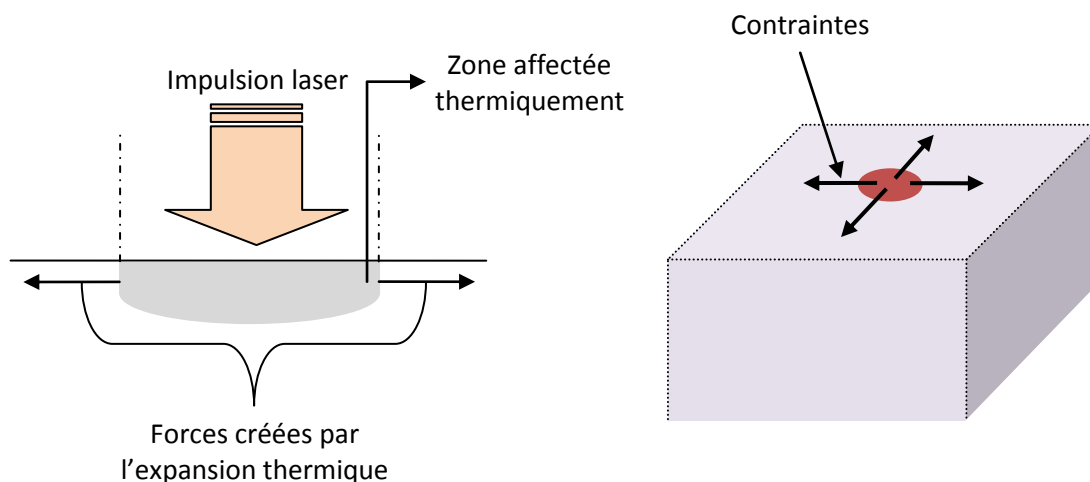


Figure 2.1 : Régime thermoélastique.

### 2.2.1.2 Le régime d'ablation

A partir du régime thermoélastique, en augmentant la densité de puissance incidente, la focalisation de l'impulsion laser engendre la fusion puis la vaporisation de la matière se situant dans la zone irradiée : c'est le régime d'ablation. L'éjection des particules produit une force essentiellement normale à la surface de l'échantillon et la source peut alors être assimilée à un piston (figure 2.2).

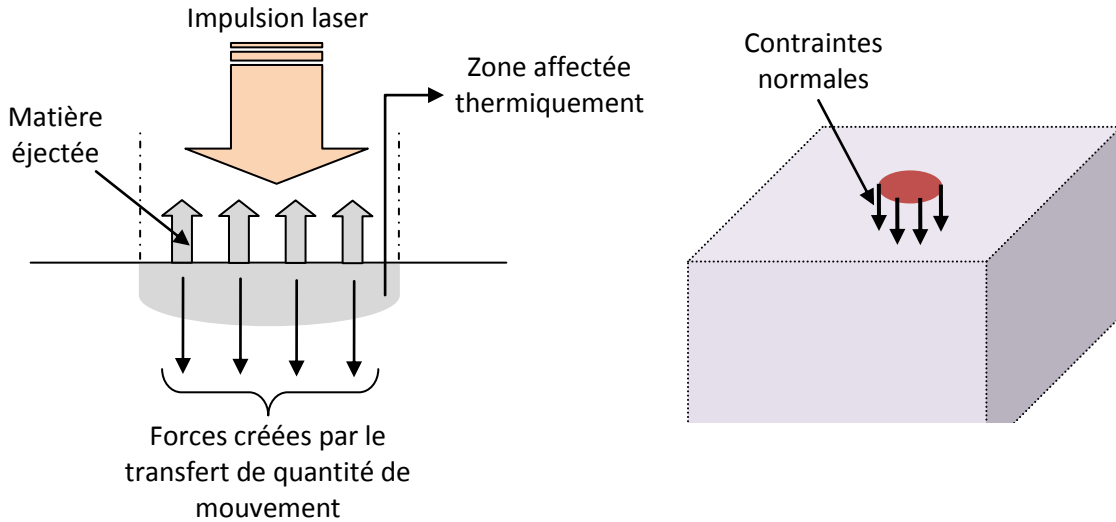


Figure 2.2 : Régime d'ablation.

Le seuil  $I_S$  au-delà duquel apparaît le régime d'ablation et la contrainte normale  $T_n$  produite par la vaporisation du matériau peuvent être calculés à partir des expressions suivantes [6] :

$$I_S = \sqrt{\frac{\pi \cdot K \cdot \rho \cdot C}{\Delta t} \cdot (\theta_v - \theta_i)} \quad (2.1)$$

$$T_n = \frac{I_a^2}{\rho \cdot L_v \cdot (L_v + C \cdot (\theta_v - \theta_i))} \quad (2.2)$$

Avec :

$K$  (W/m.K) : Conductivité thermique.

$\rho$  (kg/m<sup>3</sup>) : Masse volumique.

$C$  (J/kg.K) : Capacité thermique massique.

$\Delta t$  (s) : Durée de l'impulsion laser.

$\theta_v$  (K) : Température de vaporisation du matériau.

$\theta_i$  (K) : Température initiale du matériau.

$L_v$  (J/kg) : Chaleur latente de vaporisation du matériau.

$T_n$  (N/m<sup>2</sup>) : Contrainte normale.

$I_S$  (W/m<sup>2</sup>) : Seuil d'ablation du matériau.

$I_a$  (W/m<sup>2</sup>) : Densité de puissance absorbée.

Notons que dans le domaine du contrôle non destructif sans contact mécanique, le régime thermoélastique s'impose face au régime d'ablation pour éviter tout endommagement de la surface de l'échantillon. Seul le cas de la génération thermoélastique est par conséquent traité par la suite.

### 2.2.1.3 Les régimes cumulés

Lorsque les effets du mode thermoélastique et du mode ablation se superposent, nous parlons de régimes cumulés [7,8]. Ces régimes apparaissent à des densités de puissance incidentes intermédiaires entre le régime thermoélastique et le régime d'ablation mais certains cas particuliers permettent d'observer des phénomènes similaires.

Prenons pour exemple la surface d'un échantillon recouverte d'un film liquide comme de l'huile. La densité de puissance lumineuse incidente permettra de vaporiser ce dernier provoquant ainsi la formation de contraintes normales relatives au régime d'ablation et se superposant au régime thermoélastique [1,9,10].

Un autre exemple est celui d'une couche transparente déposée à la surface d'un matériau. La surface de l'échantillon n'étant plus libre, des contraintes normales vont aussi être engendrées sur cette dernière et un effet similaire à celui décrit précédemment sera observé.

Il faut noter que l'apparition du régime d'ablation permet notamment d'améliorer le rapport signal sur bruit. Il est aussi possible d'obtenir cette amélioration en régime thermoélastique en constituant un réseau de sources fixes ou mobiles [1,11]. Un réseau de sources thermoélastiques peut par exemple être créé à la surface de l'échantillon par un laser Nd:YAG multivoie qui produit plusieurs impulsions indépendantes. En introduisant une loi de retard appropriée entre chaque impulsion laser, des interférences constructives sont réalisées en tout point du solide.

## 2.2.2 Génération thermoélastique et diagrammes de directivité

Nous considérons dans cette partie un solide homogène, isotrope et semi-infini où plusieurs ondes élastiques sont capables de se propager. Celles-ci peuvent notamment être engendrées par les impulsions d'un faisceau laser focalisé à la surface du matériau sous la forme d'un point ou d'une ligne et agissant alors respectivement comme une source ponctuelle ou linéique.

Une source thermoélastique ne crée que des ondes longitudinales si elle se situe à l'intérieur du solide. La présence de la surface est à l'origine d'une conversion en ondes transversales. La combinaison des modes longitudinaux et transversaux engendre une onde de Rayleigh qui se propage à la surface du matériau [1]. La figure 2.3 représente les fronts d'ondes à un instant  $t$  suite à une impulsion laser.

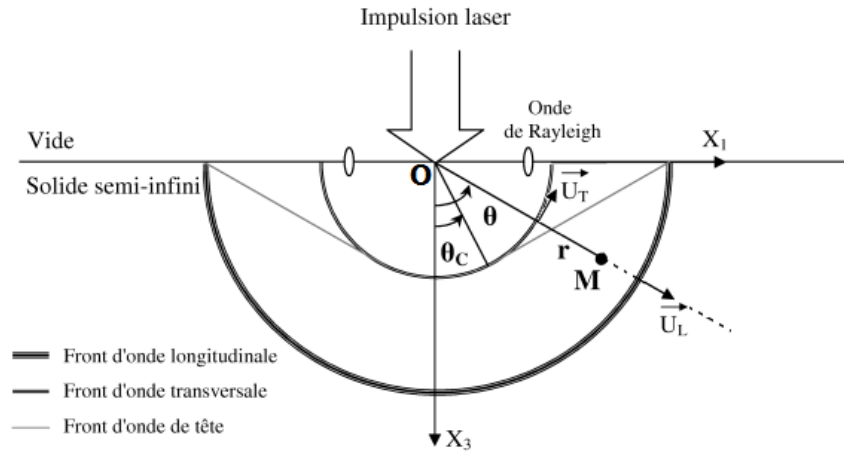


Figure 2.3 : Fronts d'ondes associés à une source ponctuelle ou linéique dans un solide isotrope semi-infini à un instant  $t$ .

A partir de cette figure, nous pouvons résumer les différentes perturbations mécaniques observées en un point  $M(r, \theta, t)$  dans le cas d'une interface vide-solide. Nous observons :

- Une onde longitudinale se propageant à la vitesse  $V_L$ .
- Une onde transversale se propageant à la vitesse  $V_T$  ( $V_T < \frac{1}{\sqrt{2}}V_L$ ).
- Une onde de surface se propageant à la vitesse  $V_R$  appelée onde de Rayleigh et dont la polarisation est elliptique. Cette onde possède une composante longitudinale et une composante transversale déphasées de  $90^\circ$  et contenues dans le plan sagittal qui est formé par le vecteur d'onde et la normale à la surface.
- Lorsque le point d'observation  $M$  se situe à un angle  $\theta$  tel que  $|\theta| > \theta_C$  avec :

$$\theta_C = \sin^{-1}\left(\frac{V_T}{V_L}\right) \quad (2.3)$$

Il existe une onde de tête dont le temps d'arrivée du front d'onde au point  $M$  est donné par :

$$t_{LT} = \frac{r \cdot \cos(\theta - \theta_C)}{V_T} \quad (2.4)$$

### 2.2.2.1 Cas d'une source ponctuelle

Selon le critère de AKI et RICHARDS [12], le faisceau laser focalisé à la surface de l'échantillon peut être considéré comme une source ponctuelle d'onde élastique si :

$$\frac{V_A}{3 \cdot F_A} > d \quad (2.5)$$

où  $V_A$  est la vitesse de l'onde acoustique considérée, générée par la source ponctuelle et se propageant dans l'échantillon,  $F_A$  sa fréquence et  $d$  le diamètre de la source laser.

Comme le montre la figure 2.4, lorsque l'impulsion laser est focalisée à la surface libre d'un solide homogène, isotrope et semi-infini, la source ponctuelle peut être modélisée par deux dipôles de forces perpendiculaires entre eux (notés  $D_{11}$  et  $D_{22}$ ). Une telle représentation de la source laser est appelée SCOE (Surface Center Of Expansion) [2,13].

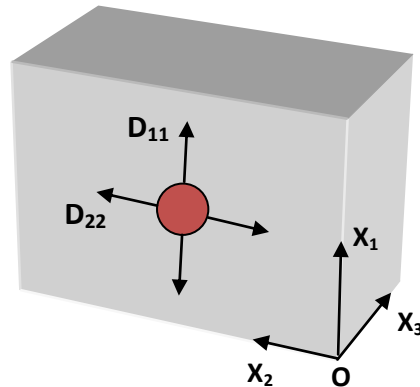


Figure 2.4 : Modélisation de la source thermoélastique par deux dipôles de forces.

A partir de ce modèle, l'effet de la focalisation d'une impulsion laser sur un substrat de silicium considéré comme isotrope a été simulé par la méthode des éléments finis. Celle-ci est utilisée pour résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles dont on cherche une solution approchée. Elle est de plus bien adaptée à l'étude de structures dispersives et/ou de géométries complexes. Ainsi, dans les chapitres suivants, cette méthode sera privilégiée afin de rendre compte notamment de l'interaction des ondes de surface avec certains défauts.

Comme représenté sur la figure 2.5, nous avons considéré une distribution dipolaire de forces à la surface du substrat ( $\vec{F}_1$  et  $\vec{F}_2$ ). La source laser est considérée comme ponctuelle. Le diamètre  $d$  de celle-ci est déterminé de telle manière à respecter le critère d'AKI et RICHARDS.

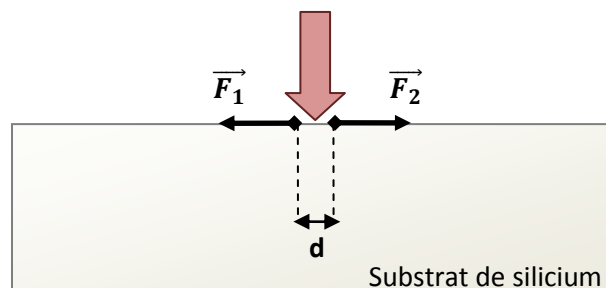


Figure 2.5 : Représentation du modèle utilisé avec la méthode des éléments finis.

Les critères d'échantillonnage temporel et spatial de la modélisation par éléments finis sont

importants afin de minimiser les erreurs de résolution. En général le critère temporel adéquat est donné par [14] :

$$\Delta t = \frac{1}{20f_{max}} \quad (2.6)$$

où  $f_{max}$  est la fréquence maximale de l'onde acoustique susceptible d'être observée.

De plus, pour obtenir une résolution spatiale acceptable du champ de déplacement associé à l'onde ultrasonore considérée, le critère d'au moins 20 nœuds par longueur d'onde a été retenu. Cette condition s'exprime par [14] :

$$L_e = \frac{\lambda_{min}}{20} \quad (2.7)$$

où  $L_e$  est la distance entre chaque nœud et  $\lambda_{min}$  la plus petite longueur d'onde considérée.

La figure 2.6 représente le déplacement normal des ondes générées par laser dans un substrat de silicium obtenu au temps  $t = 0,3 \mu s$ . Le substrat est considéré comme isotrope.

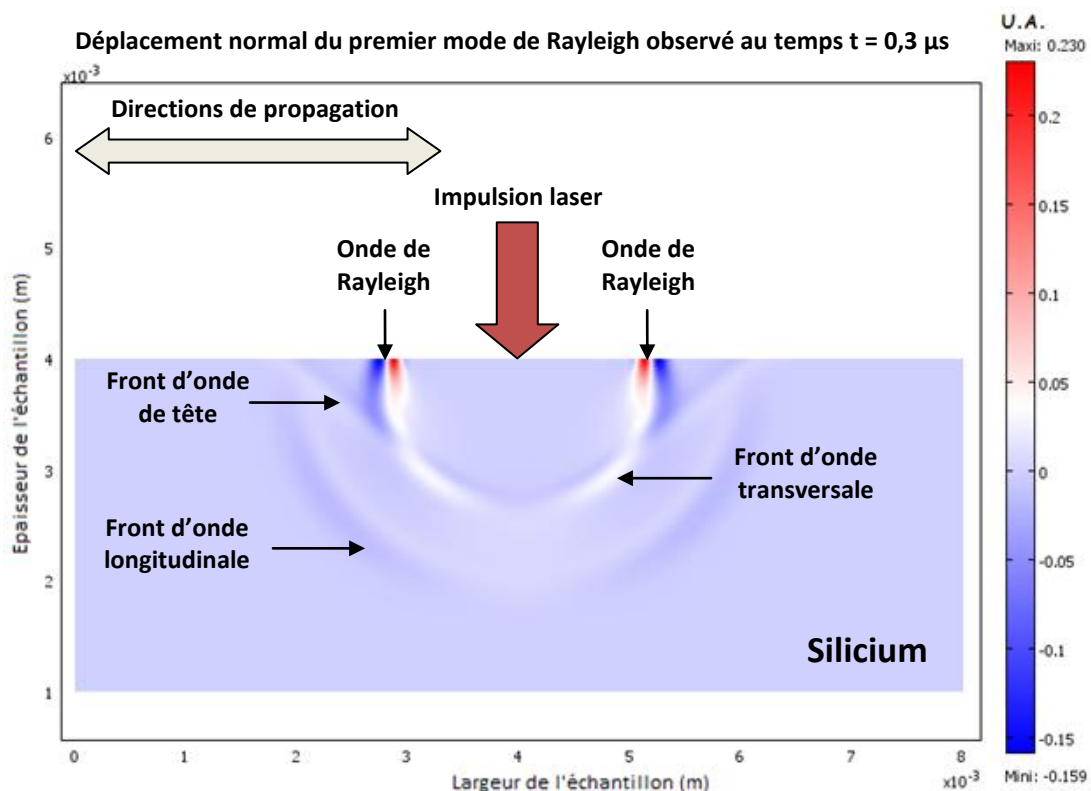


Figure 2.6 : Simulation par éléments finis du déplacement normal des ondes acoustiques engendrées dans un substrat de silicium considéré comme isotrope en régime thermoélastique.

Sur ce modèle l'échantillon a pour dimensions 3 mm x 8 mm. Le maillage utilisé est uniforme et comporte 240 000 éléments. Comme évoqué précédemment, le critère d'au moins 20 nœuds par

longueur d'onde a été retenu. En considérant que nous avons 300 éléments sur 3 mm, la plus petite longueur d'onde pouvant être modélisée est de 0,2 mm. La vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh dans le silicium étant supposée égale à 4887 m/s, la fréquence maximale susceptible d'être observée sera de l'ordre de 24 MHz. De ce fait, un pas temporel de 2 ns a été choisi pour la simulation. Afin de respecter le critère d'AKI et RICHARDS, le diamètre de la source laser a été fixé à 20  $\mu\text{m}$ . Cette représentation nous permet de rendre compte du déplacement normal des ondes acoustiques. L'amplitude de celui-ci est associée à la chaleur des couleurs : les couleurs chaudes correspondent aux fortes amplitudes tandis que les couleurs froides correspondent aux faibles amplitudes. Ce code de couleur montre que l'onde de surface est mieux générée que les ondes de volume en régime thermoélastique. Nous observons aussi clairement la présence de l'onde de tête. Le déplacement normal de l'onde de Rayleigh se propageant sur le substrat de silicium, obtenu à partir de cette simulation, est représenté à la figure 2.7.

Par la suite, afin de limiter le temps de calcul, et grâce à la symétrie du problème, seule une moitié de l'échantillon sera modélisée (figure 2.8).

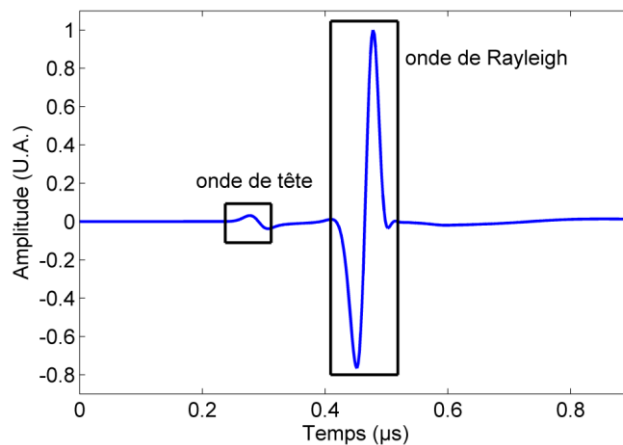


Figure 2.7 : Déplacement normal associé à l'onde de Rayleigh calculé par éléments finis sur un substrat de silicium considéré comme isotrope.

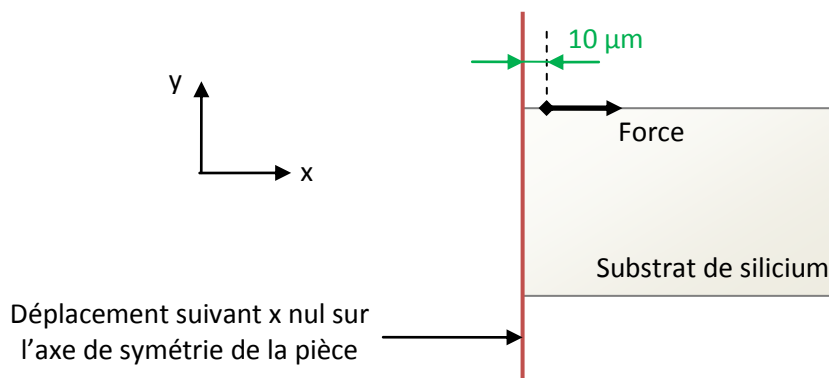


Figure 2.8 : Représentation réduite du modèle éléments finis. La symétrie du problème est ici prise en compte.

Les diagrammes de directivité permettent de connaître l'énergie rayonnée par une source dans différentes directions.

A partir des expressions des fonctions de GREEN, ROSE [13] a établi les fonctions de directivité des ondes longitudinale et transversale dans le cas d'une source ponctuelle. Ces fonctions sont respectivement données par les équations (2.8) et (2.9).

$$L(\theta) = \frac{\sin \theta \cdot \sin 2\theta \cdot \sqrt{k_\theta^2 - \sin^2 \theta}}{(k_\theta^2 - 2 \sin^2 \theta)^2 + 2 \sin \theta \cdot \sin 2\theta \cdot \sqrt{k_\theta^2 - \sin^2 \theta}} \quad \text{avec } k_\theta = \frac{V_L}{V_T} \quad (2.8)$$

$$T(\theta) = \frac{\sin 2\theta \cdot \cos 2\theta}{\cos^2 2\theta + 2 \sin \theta \cdot \sin 2\theta \cdot \sqrt{k_\theta^{-2} - \sin^2 \theta}} \quad \text{avec } k_\theta = \frac{V_L}{V_T} \quad (2.9)$$

Ces formules permettent ainsi d'obtenir les diagrammes de directivité des ondes longitudinale et transversale pour un solide isotrope.

La figure 2.9 représente les diagrammes de directivité des ondes de volume engendrées dans le silicium (considéré comme isotrope) en régime thermoélastique ( $V_L = 8945$  m/s,  $V_T = 5341$  m/s). Chaque figure est normalisée par rapport à son maximum.

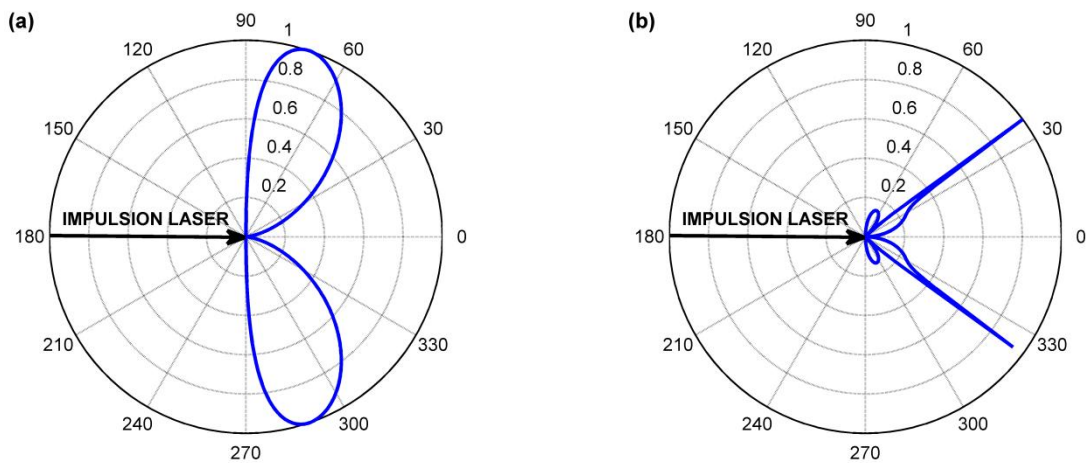


Figure 2.9 : Diagrammes de directivité d'une source ponctuelle dans le silicium, considéré comme isotrope, en régime thermoélastique pour (a) l'onde longitudinale et (b) l'onde transversale.

On constate que l'énergie rayonnée aussi bien pour l'onde transversale que pour l'onde longitudinale est nulle à l'épicentre ( $\theta = 0^\circ$ ). Le maximum d'énergie rayonnée se situe dans une direction  $\theta \approx \pm 65^\circ$



pour l'onde longitudinale et  $\theta \approx \pm 35^\circ$  pour l'onde transversale. Dans le cas de cette dernière, les lobes secondaires possèdent un maximum pour  $\theta \approx \pm 70^\circ$ . Afin de détecter une onde ultrasonore donnée avec le maximum d'énergie, le bon positionnement du point récepteur est donc primordial.

### 2.2.2.2 Cas d'une source linéique

Dans l'ensemble du paragraphe précédent, la source laser pour la génération des ondes ultrasonores était ponctuelle. D'autres études ont permis d'analyser l'influence de la forme de la source sur la directivité du rayonnement engendré [15]. Pour une focalisation ponctuelle du faisceau laser, la propagation de l'onde de Rayleigh est omnidirectionnelle. Dans ce cas, l'énergie associée à l'onde de surface est répartie uniformément autour de la source. Au contraire, l'emploi d'une source linéique permet, pour cette onde, de favoriser fortement une direction pour le maximum d'énergie.

Pour une source thermoélastique focalisée sous la forme d'une ligne, la fonction de directivité de l'onde de surface est donnée par [16] :

$$R(\theta) = \frac{\sin\left(\frac{\pi b f}{V_R} \cdot \sin \theta\right)}{\frac{\pi b f}{V_R} \cdot \sin \theta} \quad (2.10)$$

où  $f$  est la fréquence de l'onde de Rayleigh générée,  $b$  la longueur de la source et  $V_R$  la vitesse de l'onde de Rayleigh.

La figure 2.10 représente les diagrammes de directivité de l'onde de Rayleigh se propageant dans un substrat de silicium ( $V_R = 4887$  m/s) pour trois longueurs différentes de ligne source. La fréquence considérée est de 10 MHz.

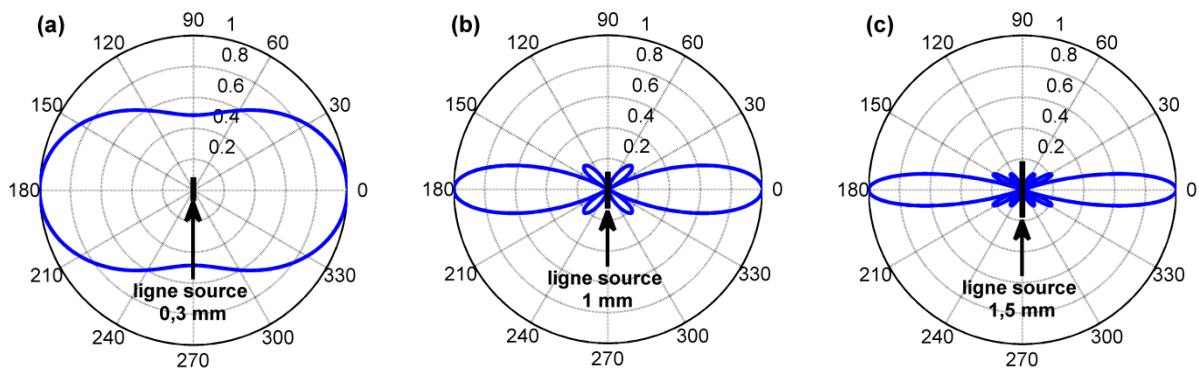


Figure 2.10 : Diagrammes de directivité de l'onde de Rayleigh se propageant à une fréquence  $f = 10$  MHz dans un substrat de silicium (considéré comme isotrope) pour plusieurs longueurs de source linéique - (a)  $b = 0,3$  mm, (b)  $b = 1$  mm, (c)  $b = 1,5$  mm.

## 2.3 L'interférométrie pour la détection des ondes élastiques par laser

Il existe de nombreuses méthodes de détection optique présentant l'avantage de mesurer localement et avec une large bande passante les déplacements mécaniques normaux à la surface d'un échantillon. Parmi celles-ci, nous retrouvons des méthodes non interférométriques dont la plus connue étant celle utilisant une « lame de couteau », exploitant la réflexion du faisceau laser incident au passage de l'onde de surface [17,18]. D'autres méthodes sont quant à elles interférométriques et exploitent les interférences intervenant entre plusieurs ondes nécessairement cohérentes entre elles.

Le principe général de l'interférométrie consiste à mesurer la différence de trajet entre un faisceau lumineux de référence et un faisceau lumineux perturbé par une surface vibrante puis réfléchi (faisceau sonde). Les interféromètres peuvent être séparés en deux catégories [4,7,19] :

- Les interféromètres homodynes : les deux faisceaux (sonde et référence) interfèrent à la même fréquence.
- Les interféromètres hétérodynes : Les deux faisceaux qui interfèrent sont à des fréquences différentes et présentent une différence de fréquence fixe. L'hétérodynage consiste donc à décaler en fréquence l'un ou l'autre de ces faisceaux ou bien même les deux.

Ces techniques d'interférométrie sont le plus souvent dédiées aux échantillons ayant une surface plane (ou de révolution) polie ou observée en réflexion spéculaire. Afin d'étendre les mesures interférométriques à des objets diffusants, le principe de l'holographie est mis en œuvre [20].

Dans cette partie, nous nous intéressons plus particulièrement à l'interférométrie hétérodyne et abordons l'interférométrie holographique.

### 2.3.1 L'interférométrie hétérodyne

L'interféromètre hétérodyne développé par D. ROYER et E. DIEULESAINT, dont le principe est schématisé à la figure 2.11 est le système de détection utilisé lors de nos expérimentations. Celui-ci présente une structure compacte et asymétrique de type Mach-Zehnder.

Contrairement aux équipements reposant sur le principe de détection homodyne, ce système utilise un signal laser modulé en haute fréquence (70 MHz). La détection hétérodyne ainsi effectuée est très peu sensible aux conditions de lumière ambiante et a l'avantage d'être moins sensible aux perturbations basse fréquence.

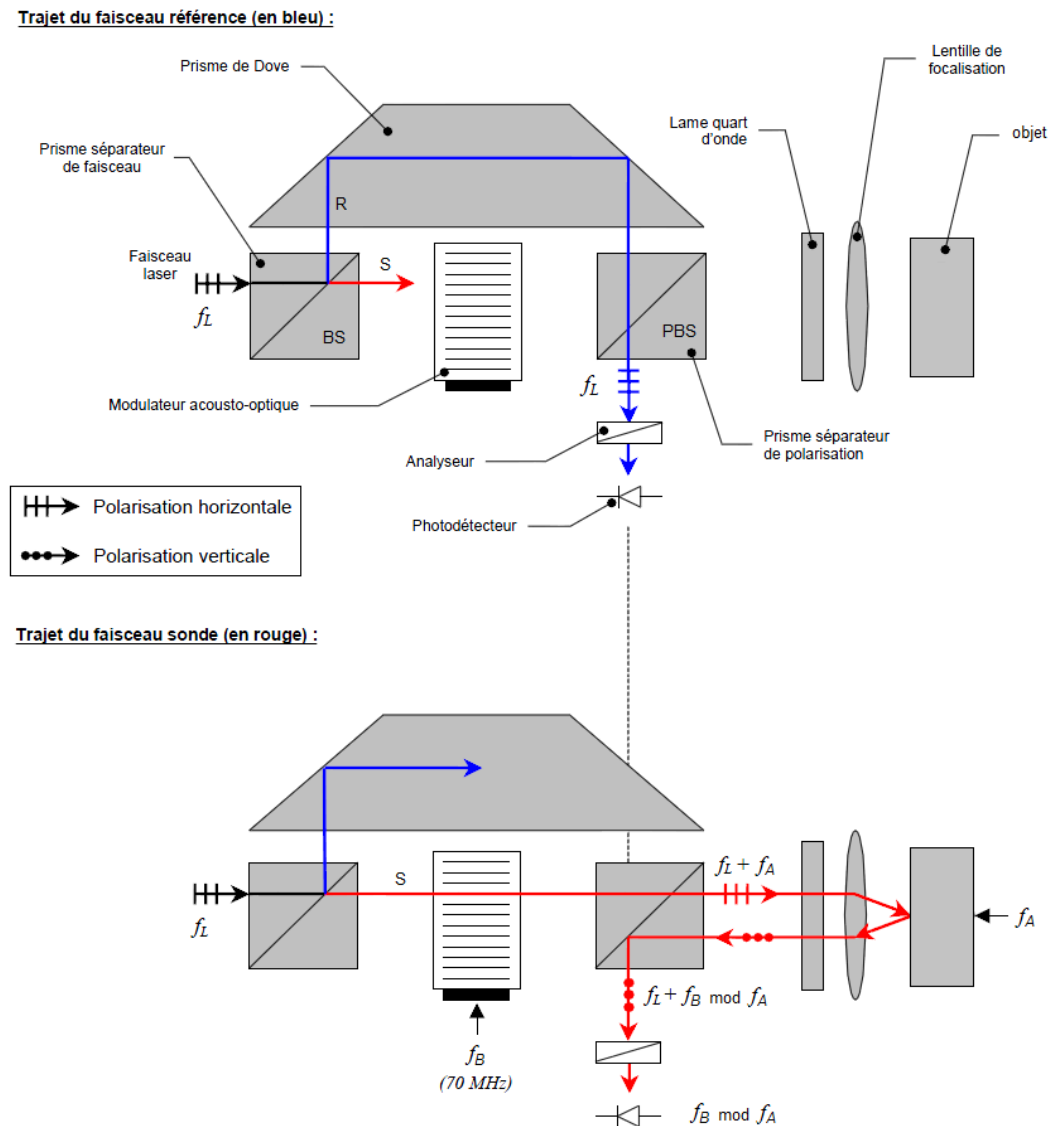


Figure 2.11 : Principe de la sonde interférométrique hétérodyne [21].

Le faisceau source de fréquence  $f_L$  polarisé horizontalement est divisé à l'aide d'un cube (ou prisme) séparateur (BS) en un faisceau de référence (R) et un faisceau sonde (S).

Le faisceau de référence est ensuite guidé grâce à un prisme de Dove vers un cube séparateur de polarisation (PBS). Ce cube est conçu pour transmettre de manière quasi-totale un faisceau de polarisation horizontale et réfléchir de la même façon un faisceau de polarisation verticale. Le faisceau de référence poursuit donc son trajet vers le photodétecteur.

Le faisceau sonde est quant à lui décalé en fréquence de  $f_B$  (70 MHz) par une cellule de Bragg et est à son tour transmis par le cube séparateur de polarisation (PBS). Sa polarisation devient circulaire lors de son passage dans la lame quart d'onde, avant d'être focalisé sur la surface vibrante de l'échantillon par une lentille. Il est alors réfléchi, subissant une modulation à la fréquence de l'onde acoustique  $f_A$ . De plus sa polarisation s'inverse. A son second passage dans la lame quart d'onde, sa

polarisation redevient rectiligne mais n'est plus la même par rapport à sa polarisation rectiligne avant réflexion sur l'échantillon : elle est maintenant verticale. Ce changement implique qu'en rencontrant de nouveau le cube séparateur de polarisation, il n'est pas transmis mais réfléchi vers la photodiode. Après ce dernier cube, le faisceau sonde et le faisceau de référence n'ayant pas la même polarisation, ne peuvent pas interférer. Un analyseur dont la direction fait un angle égal à  $\pi/4$  par rapport aux polarisations incidentes est donc utilisé. Le battement obtenu sur le photodétecteur correspond par conséquent à la somme des projections suivant l'axe de l'analyseur.

Les polarisations étant orthogonales, les composantes  $f_L$  de chaque faisceau s'annulent afin de ne laisser que les composantes  $f_B$  et  $f_B \pm f_A$  du faisceau sonde. Le courant en sortie du photodétecteur peut se mettre sous la forme [1,7,22] :

$$i_1(t) = k \cdot \cos(2\pi f_B t + \Phi(t)) \quad (2.11)$$

où  $\Phi(t)$  correspond à la perturbation introduite par le déplacement normal dû au passage de l'onde acoustique à la surface de l'échantillon.

L'information utile est donc contenue sous forme d'une modulation de phase. Un dispositif électronique du traitement du signal est présent à la sortie de la photodiode afin de restituer un signal électrique directement proportionnel au déplacement normal de l'objet. Pour ce faire, une partie du courant  $i_1(t)$  est prélevée, filtrée à la fréquence  $f_B$  et déphasée de  $\pi/2$ . Elle est ensuite recombinaée à la partie non prélevée pour donner  $i_2(t)$  tel que :

$$i_2(t) \propto \cos(2\pi f_B t + \Phi(t)) \cdot \cos\left(2\pi f_B t + \frac{\pi}{2}\right) \quad (2.12)$$

qui s'écrit encore :

$$i_2(t) \propto \frac{1}{2} \cdot \left[ \cos\left(4\pi f_B t + \Phi(t) + \frac{\pi}{2}\right) + \cos\left(\Phi(t) + \frac{\pi}{2}\right) \right] \quad (2.13)$$

La composante du signal à la fréquence  $f_B$  est alors supprimée à l'aide d'un filtre passe bas pour donner  $s(t)$  :

$$s(t) \propto \sin(\Phi(t)) \quad (2.14)$$

Si le déplacement de la surface est petit devant la longueur d'onde du faisceau sonde  $\lambda_{opt}$ , le signal de sortie peut alors se mettre sous la forme suivante [1,7,22] :

$$s(t) = \kappa \cdot \frac{4\pi}{\lambda_{opt}} \cdot u(t) \quad (2.15)$$

avec  $u(t)$  le déplacement normal et  $\kappa$  une constante.

Le signal électrique final est donc directement proportionnel au déplacement normal présent à la surface de l'échantillon.

Cette technique est très performante en ce qui concerne les surfaces planes et polies. Cependant elle voit ses performances fortement réduites dans le cas où la surface de la structure étudiée est rugueuse. En effet, si le faisceau sonde est réfléchi par un matériau rugueux, il présentera un front d'onde extrêmement déformé, autrement dit le faisceau sera tavelé. L'interférence ne s'effectuera plus en teinte plate (éclairage quasi uniforme) et la sensibilité chutera dramatiquement [23]. La solution consisterait à avoir un faisceau de référence identique au faisceau sonde. Ceci est rendu possible par l'intermédiaire de l'interférométrie holographique.

### **2.3.2 L'interférométrie holographique**

Le principe de l'holographie a été découvert en 1947 par D. GABOR [24] et repose sur des phénomènes d'interférence et de diffraction. L'interférométrie holographique s'est ensuite développée à la fin des années 1960 par les contributions de K. A. STETSON, R. L. POWELL [25] et d'autres chercheurs. Depuis, cette dernière fait l'objet de nombreuses recherches, notamment pour son application dans le domaine du contrôle non destructif sans contact. Elle permet de mesurer le déplacement de la surface diffusante avec une sensibilité d'une fraction de micromètres.

Dans une première étape, l'enregistrement holographique consiste à figer sur un support bidimensionnel un réseau de franges qui est le résultat d'interférences entre deux faisceaux lasers : un faisceau de référence et un faisceau sonde diffracté par l'objet. Le support porteur d'informations obtenu lors de cette phase d'enregistrement constitue l'hologramme. Dans une seconde étape, appelée restitution, l'hologramme développé est éclairé par le même faisceau de référence utilisé lors de l'enregistrement pour restituer l'image de l'objet. Ainsi, le faisceau sonde (potentiellement tavelé) et le faisceau de référence issu de l'hologramme interfèrent en teinte plate, comme dans le cas de l'interférométrie homodyne [23]. Les interférences observées sont caractéristiques des déplacements micrométriques subis par l'objet. La mesure de celles-ci permet de les quantifier.

Il existe plusieurs méthodes d'interférométrie holographique dont nous pouvons mentionner quelques exemples [20,23,26] :

- L'interférométrie en temps réel : l'enregistrement est réalisé avec l'objet au repos. A la restitution, l'hologramme est à nouveau éclairé avec le faisceau de référence et l'objet est observé à travers l'hologramme. Les interférences traduisent en temps réel les différences entre l'objet à l'état actuel et l'objet au repos.

- La vibrométrie holographique numérique : on enregistre des hologrammes successifs d'un objet en vibration. La période entre l'enregistrement de chaque hologramme est fixe mais différente de la période de vibration de l'objet. Ceci permet d'obtenir des hologrammes déphasés. L'amplitude et la phase de vibration peuvent de ce fait être déterminées numériquement.

Certains dispositifs dédiés à la détection des ondes ultrasonores sont basés sur l'interférométrie holographique. Comme le montre la figure 2.12, Ils utilisent notamment un hologramme dynamique enregistré dans un cristal photoréfractif. Cet hologramme est constitué par les interférences entre le faisceau sonde et le faisceau de référence [27].

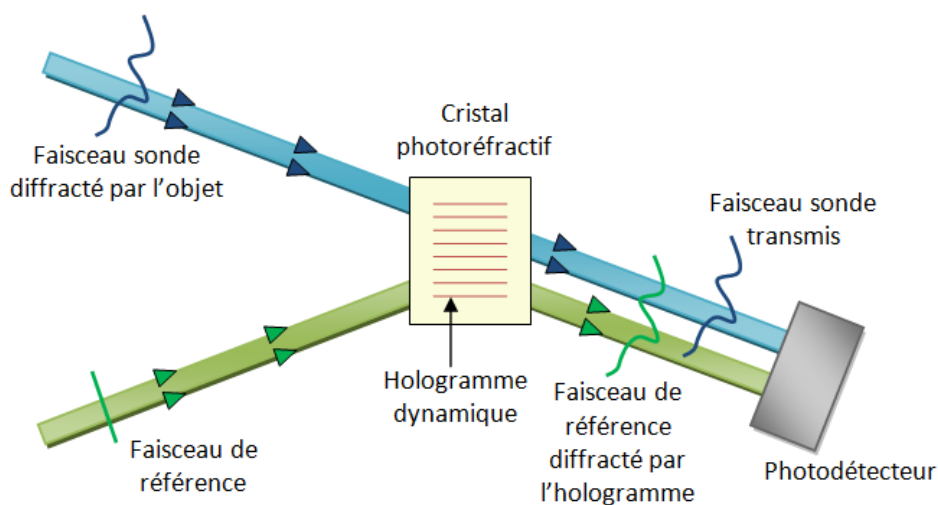


Figure 2.12 : Principe d'une détection de vibrations ultrasonores basée sur l'interférométrie holographique.

L'interférométrie holographique permet une analyse sans contact avec une grande sensibilité et une bonne résolution spatiale et temporelle. Cependant, elle nécessite d'avoir un objet aux propriétés diffusantes satisfaisantes et n'est pas très bien adaptée aux surfaces réfléchissantes. La prise d'un hologramme est également fortement contrainte par la nécessité d'un noir absolu autour du système afin d'éviter à toute source lumineuse parasite de créer des interférences supplémentaires non désirées.

## 2.4 Dispositifs expérimentaux de génération et de détection optiques des ondes acoustiques utilisés pour nos essais

Dans cette dernière partie, nous présentons les dispositifs de génération et de détection lasers développés au sein du laboratoire et utilisés dans nos expériences pour la caractérisation des couches minces.

### 2.4.1 La méthode point source/point récepteur

Ce dispositif de génération et de détection est représenté à la figure 2.13. Un laser Nd:YAG « Surelite I-10 » nommé SL I-10 YAG et fabriqué par la société Continuum est utilisé pour la génération des ondes acoustiques. Ce laser émet un faisceau de longueur d'onde 1064 nm. Grâce au doubleur de fréquence qu'il possède, il est aussi possible de travailler à une longueur d'onde de 532 nm. Ce doubleur de fréquence est par ailleurs ajusté afin d'avoir un maximum d'énergie à cette longueur d'onde. Ce maximum d'énergie est de 265 mJ, pour une ouverture de la cellule de Pockels (porte optique) après un temps de 180  $\mu$ s (*Q-Switched Delay*). La variation de l'énergie en sortie du laser en fonction du temps de déclenchement est représentée sur la figure 2.14. Celle-ci est valable pour une tension d'alimentation du système de pompage (lampe à éclairs) de 1,3 kV. La largeur à mi-hauteur de la courbe représentant la variation de l'énergie émise est comprise entre 5 à 7 ns pour une durée Q-switch de 180  $\mu$ s. Le profil spatial de l'impulsion lumineuse est gaussien en champ lointain [22].

En sortie du laser Nd:YAG, le faisceau lumineux est une première fois réfléchi à l'aide d'un miroir fixe vers un second miroir qui le renvoie à travers une lentille cylindrique. Cette dernière permet de focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon sous la forme d'une ligne source. Le second miroir et la lentille cylindrique sont placés sur une table de déplacement de haute précision permettant ainsi de déplacer horizontalement la source laser vis-à-vis de l'échantillon. Ce dernier est lui aussi rendu mobile par l'emploi de tables de déplacement permettant trois translations et une rotation. Les commandes des déplacements sont gérées par un ordinateur à travers un contrôleur.

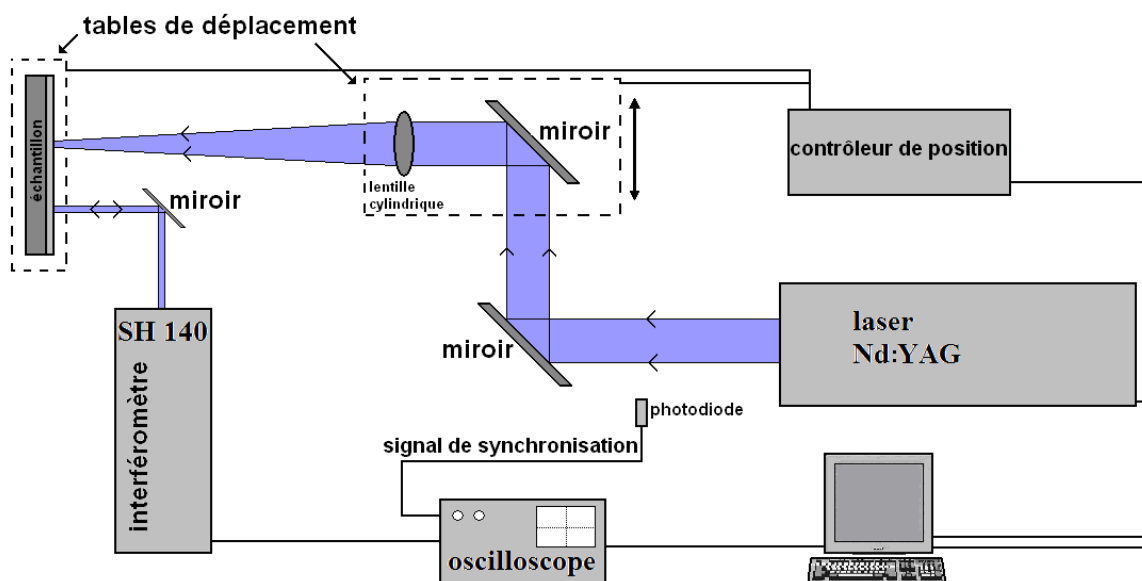


Figure 2.13 : Représentation schématique du dispositif ultrasons-lasers.

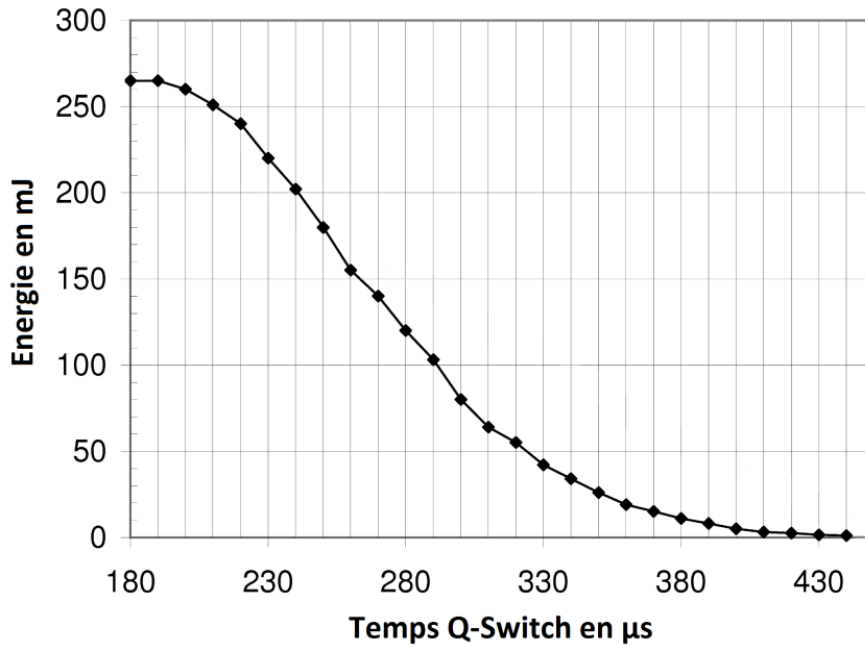


Figure 2.14 : Energie émise par le laser Nd:YAG en fonction du délai Q-Switch pour la longueur d'onde 532 nm [22].

Pour la détection des ultrasons, une sonde interférométrique SH-140 qui reprend le dispositif optique de type Mach-Zehnder décrit au paragraphe 2.3 est utilisée. 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 de 10 mV/Å.

L'acquisition des signaux se fait au moyen d'un oscilloscope Lecroy 9350A dont la fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz. La synchronisation de l'oscilloscope numérique avec le laser impulsionnel est réalisée à l'aide d'une photodiode au silicium de haute sensibilité ( $1,2 \mu\text{A}/\text{mW}/\text{cm}^2$ ), dont le temps de réponse est inférieur à la nanoseconde. Ces données sont ensuite récupérées sur un ordinateur qui pilote aussi les tables de déplacement ainsi que le laser Nd:YAG. Les mesures peuvent ainsi être automatisées.

#### 2.4.2 La méthode utilisant un réseau de sources linéiques thermoélastiques

En parallèle à nos travaux de recherche, une autre méthode de génération laser, présentée à la figure 2.15, a été développée au sein du laboratoire. Cette technique, nommée LIG pour *Laser Induced Gratings* permet, contrairement à la précédente, de générer une onde de surface quasi-monochromatique dont la longueur d'onde est égale à la distance entre chaque frange [28,29].



Afin d'obtenir les franges d'interférences le faisceau lumineux en sortie du laser Nd:YAG est premièrement divisé à l'aide d'un cube séparateur en deux faisceaux lasers de même fréquence. Un des faisceaux (représenté en vert sur le schéma) est premièrement réfléchi à l'aide d'un miroir fixe vers un second miroir qui le renvoie directement sur l'échantillon. Le second faisceau (bleu) est quant à lui réfléchi sur un troisième miroir avant d'être lui aussi réfléchi à l'aide du miroir fixe vers le second miroir qui le renvoie à son tour sur l'échantillon où les deux faisceaux finissent par interférer. Ils forment ainsi un réseau de franges planes et parallèles d'interfrange :

$$\Lambda = \frac{\lambda_{\text{opt}}}{2 \sin \theta} = \frac{V_R}{f} \quad (2.16)$$

où  $\lambda_{\text{opt}}$  est la longueur d'onde du faisceau laser,  $\theta$  le demi-angle d'intersection entre les deux faisceaux,  $V_R$  la vitesse de l'onde de surface quasi-monochromatique et  $f$  la fréquence de l'onde acoustique considérée. Nous constatons que plus les faisceaux feront un angle faible entre eux, plus le pas du réseau sera grand et inversement. Notre dispositif permet la variation de cet angle via une vis micrométrique placée sur le troisième miroir.

Comme précédemment, le second miroir et l'échantillon sont rendus mobiles à l'aide de tables de déplacement. La détection des signaux s'effectue toujours à l'aide de la sonde interférométrique SH-140 et l'acquisition des signaux est identique.

Notons que pour générer des ondes de surface quasi-monochromatiques dans la gamme de fréquence correspondant à la bande passante de l'interféromètre (200 kHz - 45 MHz), le demi-angle  $\theta$  doit être très faible. En effet, prenons pour exemple, un faisceau laser Nd:YAG de longueur d'onde 532 nm générant une onde de surface sur un substrat de silicium, la vitesse de l'onde de Rayleigh dans ce matériau est supposée égale à 4887 m/s. Dans ce cas, le demi-angle  $\theta$  est calculé pour différentes fréquences acoustiques, à l'aide de la relation (2.16), dans le tableau 2.3.

Fréquence (MHz)	Demi-angle $\theta$ (degrés)
5	$16 \cdot 10^{-3}$
15	$47 \cdot 10^{-3}$
25	$78 \cdot 10^{-3}$
35	$109 \cdot 10^{-3}$
45	$140 \cdot 10^{-3}$

**Tableau 2.3 : Calcul du demi-angle  $\theta$  en fonction de la fréquence permettant de générer une onde de surface se propageant sur un substrat de silicium à une vitesse de 4887 m/s.**

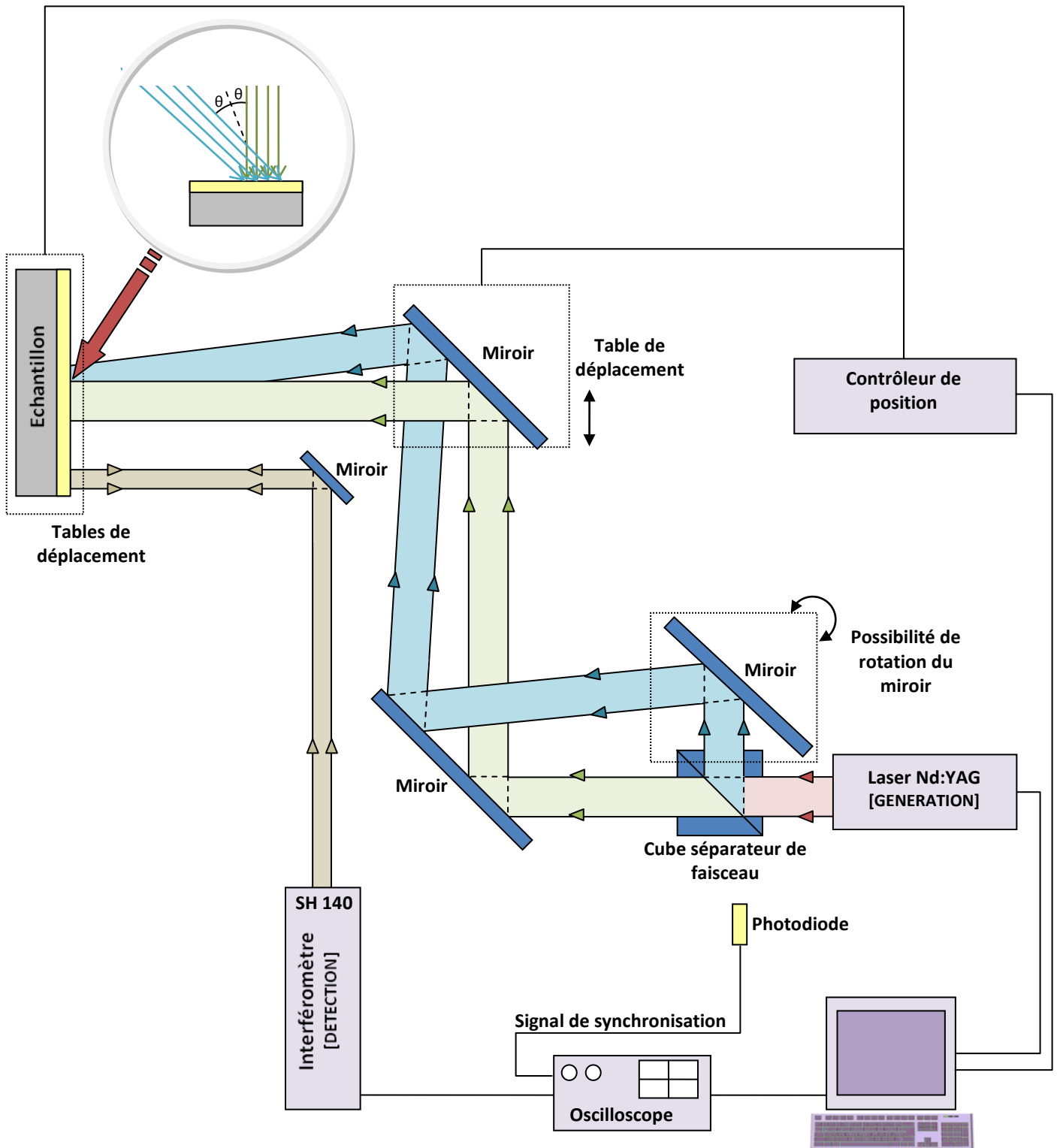


Figure 2.15 : Représentation schématique du dispositif LIG.

## Conclusion

Dans ce second chapitre, nous nous sommes intéressés à la génération et à la détection d'ondes élastiques par sources lasers. Les ultrasons-lasers ont été brièvement présentés et leurs principaux avantages ont été énumérés.

Dans une seconde partie, nous avons exposé les principaux modes d'interaction laser-matière qui conduisent à la génération d'ondes acoustiques dans les solides. Nous y avons distingué trois cas : le régime thermoélastique, le régime d'ablation et les régimes cumulés. Le régime thermoélastique de génération des ondes ultrasonores étant non destructif, une attention particulière lui a été accordée. Nous avons également noté que les régimes cumulés, ainsi que l'utilisation d'un réseau de sources permettaient d'accroître l'efficacité de la génération acoustique sans pour autant détériorer l'échantillon.

La détection optique des ondes élastiques a été abordée à la troisième partie où les principes de détection par interférométries hétérodyne et holographique y ont été explicités.

Dans la quatrième partie, les dispositifs expérimentaux utilisés lors de nos expérimentations ont été détaillés. Pour la détection des ondes de surface, une sonde interférométrique de type Mach-Zehnder, avec une bande passante de 200 kHz à 45 MHz est utilisée. Cette sonde est couplée avec un laser impulsif nanoseconde pour la génération, ce qui offre un bon compromis entre qualité de détection, rapport signal sur bruit faible et facilité d'utilisation.

Dans le prochain chapitre, la propagation des ondes de surface dans les structures du type couche mince sur substrat sera étudiée.

## Références bibliographiques du chapitre 2

- [1] D. ROYER et E. DIEULESAINT, « Ondes élastiques dans les solides. Tome 2 : Génération, interaction acousto-optique, applications », Dunod, ISBN-10 : 2225834415, ISBN-13 : 978-2225834417, 1999.
- [2] C. B. SCRUBY et L. E. DRAIN, « Laser Ultrasonics : Techniques and Applications », Institute of Physics Publishing, ISBN-10 : 0750300507, ISBN-13 : 978-0750300506, 1990.
- [3] B. VANNES, « Les lasers de puissance et leurs utilisations industrielles », Hermes Sciences Publicat., Technologies de pointe, ISBN-10 : 2866011627, ISBN-13 : 978-2866011628, 1988.
- [4] D. ROYER, E. DIEULESAINT, « Génération et détection optique d'ondes élastiques », Techniques de l'ingénieur, ref. E4415, 1996.
- [5] D. A. HUTCHINS, « Mechanisms of pulsed photoacoustic generation », Can. J. Phys., 64, p.1247, 1985.
- [6] D. CLORENNEC, « Génération et détection optiques d'ondes guidées sur une pièce cylindrique. Application au contrôle non destructif sans contact », Thèse de Doctorat, Université Paris 7 – Denis Diderot UFR de Physique, 2002.
- [7] F. JENOT, « Génération et détection d'ondes élastiques par sources lasers. Application au contrôle non destructif », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2003.
- [8] B. CASTAGNEDE, Y. BERTHELOT, « Photoacoustic interactions by modulation and laser impact: applications in mechanics and physics of anisotropic solids », J. Acoustique, Vol.5, p. 417, 1992.
- [9] J. C. BUSHNELL, D. J. McCLOSKEY, « Thermoelastic stress production in solids », J. Applied Physics, Vol. 39, N°12, p. 5541, 1968.
- [10] R. J. DEWHURST, D. A. HUTCHINS, S. B. PALMER, et C. B. SCRUBY, « Quantitative measurements of laser generated acoustic waveforms », J. Applied Physics, Vol. 53, N°6, p. 4064, 1982.
- [11] Y. H. BERTHELOT et I. J. BUSCH-VISHNIAC, « Thermoacoustic radiation of sound by a moving laser source », J. Acoust. Soc. Am., 81, P. 317, 1987.
- [12] K. AKI, G. RICHARDS, « Quantitative seismology », Vol. 1, Chap. 6, sec. 3-4, W.H.Freeman & Co Ltd, ISBN-10: 0716710587, ISBN-13: 978-0716710585, 1980.

- [13] L. R. F. ROSE, « Point source representation for laser generated ultrasound », J. Acoust. Soc. Am. Volume 75, Issue 3, pp. 723-732, 1984.
- [14] J. WANG, Z. SHEN, X. NI, B. XU, J. GUAN, J. LU, « Numerical simulation of laser-generated surface acoustic waves in the transparent coating on a substrate by the finite element method », Optics & Laser Technology 39 21–28, 2007.
- [15] M. PERTON « Ultrasons rayonnés par une source laser ponctuelle dans des milieux isotropes transverses et applications à la mesure du tenseur d'élasticité de cylindres et de couches minces », Thèse de Doctorat, Université Bordeaux I, 2006.
- [16] A. M. AINDOW et al., « Laser generation of directional surface acoustic wave pulses in metals », Optics communications, Vol 42 (2), p. 116, 1982.
- [17] R. L. WHITMAN, A. KORPEL, « Probing of Acoustic Surface Perturbations by Coherent Light », Applied optics, Vol. 8, N°8, 1969.
- [18] D. KARABACAK, T. KOUH, C. C. HUANG, K. L. EKINCI, « Optical knife-edge technique for nanomechanical displacement detection » Applied physics letters 88, 193122, 2006.
- [19] D. ROYER, M. H. NOROY et M. FINK, « Optical generation and detection of elastic waves in solids », Journal de physique IV, Colloque C7, supplément au Journal de Physique III, 1994.
- [20] P. SMIGIELSKI, « Holographie optique Interférométrie holographique », Techniques de l'ingénieur, ref. R6330, 2001.
- [21] F. DENEUVILLE, « Caractérisation de billes en céramique par spectroscopie de résonances de modes sphéroïdaux – Application au contrôle non-destructif de roulements du secteur aéronautique et spatial », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2007.
- [22] F. LEFEVRE, « Caractérisation de structures du type plaque par ondes guidées générées et détectées par laser », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 2010.
- [23] S. DE ROSI, « Etude et réalisation d'un vibromètre holographique », Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie Paris VI, 2001.
- [24] D. GABOR, « A new microscopic principle », Nature, Vol. 161, pp. 777-778, 1948.
- [25] R. L. POWELL, K. A. STETSON, « Interferometric Vibration Analysis by Wavefront Reconstruction », Journal of the Optical Society of America, Issue 12, Vol. 55, pp. 1593-1598, 1965.

- [26] I. T. NISTEA, « Développement des techniques optiques et acoustiques de mesure de champs orientées vers la vibroacoustique », Thèse de Doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rouen, 2010.
- [27] B. POUET, N. LEFAUDEUX, P. CLEMENCEAU, S. BREUGNOT, « Laser Ultrasonic Inspection Based on In-Plane Detection and Shear Wave Generation », 1<sup>st</sup> International Symposium on Laser Ultrasonics : Science, Technology and Applications, 2008.
- [28] Y. H. LIU, T. T. WU, et C. K. LEE, « Application of narrow band laser ultrasonics to the nondestructive evaluation of thin bonding layers », J. Acoust. Soc. Am. 111 (6), 2638-2643, 2002.
- [29] M. LEMAIRE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, W. J. XU, M. DUQUENNOY, M. OURAK, R. COTE, R. SALENBIEN, B. SARENS, W. LAURIKS, C. GLORIEUX, « Film thickness determination by laser ultrasonics », The Journal of the Acoustical Society of America 123(5), 3285-3285, 2008.



# Chapitre 3

## Propagation d'ondes élastiques dans les milieux isotropes

### Introduction

Nous venons de voir, au chapitre précédent, que les sources lasers permettaient la génération de différents types d'ondes acoustiques. Des ondes de volume, telles que les ondes longitudinales et transversales mais également des ondes de surface telles que les ondes de Rayleigh peuvent ainsi être générées par de telles sources. Ainsi, il apparaît nécessaire d'étudier la propagation de ces ondes élastiques afin d'en connaître leurs propriétés. Pour ce faire, nous nous limiterons ici aux cas des milieux homogènes et isotropes.

Nous commencerons, dans une première partie, par un bref rappel sur la propagation des ondes ultrasonores dans le cas d'un milieu homogène et isotrope. La loi de Hooke et l'équation de propagation des ondes élastiques de volume seront alors exposées. Nous nous intéresserons ensuite plus particulièrement aux propriétés de l'onde de Rayleigh. Cette dernière, découverte par Lord Rayleigh en 1885 [1] se propage à la surface d'un milieu semi-infini et devient dispersive lorsqu'une couche est déposée sur celui-ci. La vitesse de propagation de cette onde dépend alors de sa fréquence.

C'est pourquoi, dans une seconde partie, nous nous attarderons sur l'étude de la propagation des ondes de surface dans les structures du type couche mince sur substrat. La relation de dispersion sera déterminée et divers exemples de résolutions numériques seront présentés. Dans cet objectif, les courbes de dispersion théoriques de structures isotropes du type couche/substrat seront obtenues via un programme que nous avons développé et validé au sein de notre laboratoire. Afin de compléter cette étude, la propagation d'ondes élastiques dans de telles structures sera modélisée à l'aide des éléments finis. Ceci, nous permettra de simuler numériquement les phénomènes de dispersion s'y produisant. L'analyse de l'influence des divers paramètres de la couche et du substrat sur la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh sera également effectuée.

Nous terminerons ce chapitre par l'étude théorique de la propagation des ondes de Rayleigh dans les



structures multicouches. Pour cela, la méthode des matrices de transfert sera présentée et utilisée pour établir la nouvelle relation de dispersion. Un programme permettant d'obtenir les courbes de dispersion pour ce type de structure a également été développé au cours de nos travaux. Celui-ci nous permettra entre autres de connaître l'influence d'une couche d'accroche.

## 3.1 Rappels sur les ondes élastiques dans les solides

### 3.1.1 Loi de Hooke

Les ondes élastiques se propageant dans une direction  $\vec{x}$  au sein d'un solide résultent du déplacement des particules  $\vec{u}$  sous l'action d'une force engendrant des contraintes. Un exemple basique est la mise en vibration de la peau d'un tambour suite à l'application d'un choc. Si les déformations dans un milieu élastique non piézoélectrique sont petites et réversibles, la relation entre les contraintes et les déformations est décrite par la loi de Hooke [2] :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \cdot S_{kl} \quad \text{avec } i, j = 1, 2, 3 \quad (3.1)$$

$T_{ij}$  et  $S_{kl}$  sont respectivement appelés tenseur des contraintes et tenseur des déformations. Les coefficients  $C_{ijkl}$  ainsi définis forment un tenseur appelé tenseur des constantes élastiques ou des rigidités élastiques. Dans cette relation, la convention de sommation sur un indice répété (convention d'Einstein) est convenue.

### 3.1.2 Equation de propagation des ondes élastiques de volume

L'équation de propagation s'obtient en appliquant le principe de la dynamique et la loi de Hooke,  $\rho$  étant la masse volumique du milieu :

$$\rho \cdot \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \cdot \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \quad (3.2)$$

Dans le cas particulier des solides homogènes et isotropes, en introduisant les coefficients de Lamé  $\mu$  et  $\lambda$ , l'équation du mouvement pour un déplacement  $\vec{u}$  peut se mettre sous la forme vectorielle :

$$\rho \cdot \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \cdot \overrightarrow{grad}(\text{div}(\vec{u})) - \mu \cdot \overrightarrow{rot}(\overrightarrow{rot}(\vec{u})) \quad (3.3)$$

Le champ du vecteur déplacement  $\vec{u}$  peut toujours être mis sous la forme d'une combinaison d'un champ newtonien dérivant d'un potentiel scalaire  $\Phi$  et d'un champ laplacien dérivant d'un potentiel

vecteur  $\vec{\psi}$  de telle sorte que :

$$\begin{aligned} \vec{u} = \vec{v} + \vec{w} \quad \text{avec} \quad & \vec{v} = \overrightarrow{\text{grad}}(\Phi) \\ & \vec{w} = \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{\psi}) \\ & \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{v}) = \vec{0} \\ & \text{div}(\vec{w}) = 0 \end{aligned} \quad (3.4)$$

Chaque vecteur vérifie l'équation de propagation d'où :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 \vec{v}}{\partial t^2} - V_L^2 \cdot \Delta \vec{v} = \vec{0} \quad \text{avec} \quad V_L = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \\ \frac{\partial^2 \vec{w}}{\partial t^2} - V_T^2 \cdot \Delta \vec{w} = \vec{0} \quad \text{avec} \quad V_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \end{aligned} \quad (3.5)$$

En fonction des potentiels  $\Phi$  et  $\vec{\psi}$  on trouve :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial t^2} - V_L^2 \cdot \Delta \Phi = 0 \\ \frac{\partial^2 \vec{\psi}}{\partial t^2} - V_T^2 \cdot \Delta \vec{\psi} = \vec{0} \end{aligned} \quad (3.6)$$

On obtient ainsi deux types d'ondes qui peuvent se propager avec des vitesses différentes dans un milieu homogène et isotrope. L'une se propage à la vitesse  $V_L$ , elle correspond à une onde longitudinale dont la polarisation est parallèle à son vecteur d'onde. L'autre se propage à la vitesse  $V_T$  et est relative à une onde transversale de polarisation orthogonale à la direction de propagation. Dans ce dernier cas, le coefficient de Lamé  $\lambda$  n'intervient pas et par conséquent il n'y a pas de contraction ou d'expansion du milieu. Notons que les coefficients de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$ , caractéristiques des milieux isotropes, sont reliés aux modules d'élasticité, à savoir le module de Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$ . Les différentes relations existantes sont répertoriées en annexe A. Pour un solide isotrope de masse volumique  $\rho$ , on a :

$$\begin{aligned} V_L = \sqrt{\frac{E \cdot (1 - \nu)}{\rho \cdot (1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)}} \\ V_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho \cdot (1 + \nu)}} \end{aligned} \quad (3.7)$$

### 3.1.3 Ondes de Rayleigh à la surface d'un solide homogène et isotrope

La propagation d'ondes élastiques à la surface d'un milieu semi-infini a premièrement été étudiée par Lord Rayleigh en 1885 [1]. Ces ondes, appelées ondes de Rayleigh, trouvent de nombreuses applications dans le contrôle non destructif des matériaux. Elles sont notamment utilisées pour l'évaluation aussi bien des contraintes résiduelles que des propriétés thermiques et mécaniques mais également pour la détection de défauts surfaciques ou subsurfaciques [3-9].

L'onde de Rayleigh ne présente pas d'effet de dispersion puisque sa vitesse de propagation est indépendante de la fréquence [3,10]. Cette vitesse ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau à la surface duquel l'onde se propage. En effet, l'équation donnant la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh, notée  $V_R$ , est :

$$\eta^6 - 8\eta^4 + 8\eta^2(3 - 2\xi^2) + 16(\xi^2 - 1) = 0 \quad \text{avec} \quad \eta = \frac{V_R}{V_T} \quad \text{et} \quad \xi = \frac{V_T}{V_L} \quad (3.8)$$

Rappelons que  $V_L$  et  $V_T$  désignent respectivement les vitesses de propagation de l'onde longitudinale et de l'onde transversale.

La relation ci-dessus, souvent appelée équation de Rayleigh, possède six racines qui dépendent uniquement du coefficient de Poisson  $\nu$  du milieu considéré. Ainsi, l'équation suivante, est une approximation proposée par BERGMANN permettant de calculer  $V_R$  [11] :

$$\eta_R = \frac{0,87 + 1,12\nu}{1 + \nu} \quad \text{avec} \quad \eta_R = \frac{V_R}{V_T} \quad (3.9)$$

La figure 3.1 permet de comparer les résultats obtenus à partir de la formule approchée de BERGMANN et la résolution numérique de l'équation (3.8). Nous pouvons observer une très bonne concordance entre les deux courbes pour les coefficients de Poisson de la majorité des métaux ( $\nu \approx 0,3$ ).

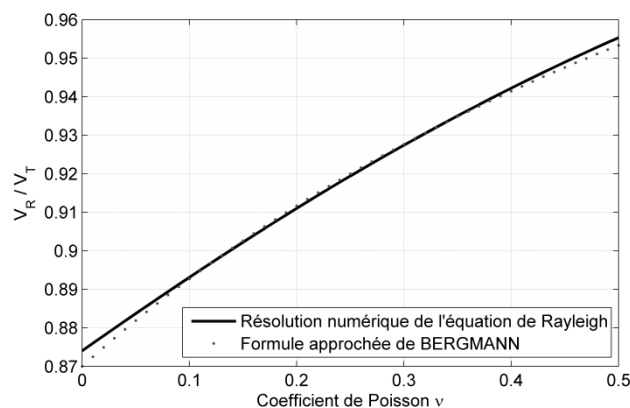


Figure 3.1 : Comparaison de la résolution numérique de l'équation de Rayleigh avec la formule approchée de BERGMANN.

Le mouvement des particules provoqué par l'onde de Rayleigh est contenu dans le plan sagittal défini par le vecteur d'onde et la normale à la surface. Les contraintes mécaniques étant nulles sur une surface libre, ceci implique un couplage entre l'onde longitudinale et l'onde transversale à la surface du matériau. Les deux composantes, relatives aux déplacements longitudinal et transversal, sont déphasées de  $\pi/2$  et, comme le montre la figure 3.2, leurs amplitudes varient différemment avec la profondeur. Ainsi, l'onde de Rayleigh possède une polarisation elliptique, les particules décrivent donc une ellipse qui se déforme en fonction de la profondeur dans l'échantillon. Notons que l'amplitude de ces ondes décroît rapidement avec la profondeur [12]. L'énergie de l'onde se concentre essentiellement sur une profondeur de l'ordre d'une longueur d'onde  $\lambda_R$  et le déplacement est quasi nul à partir d'une profondeur de deux longueurs d'onde (figure 3.2).

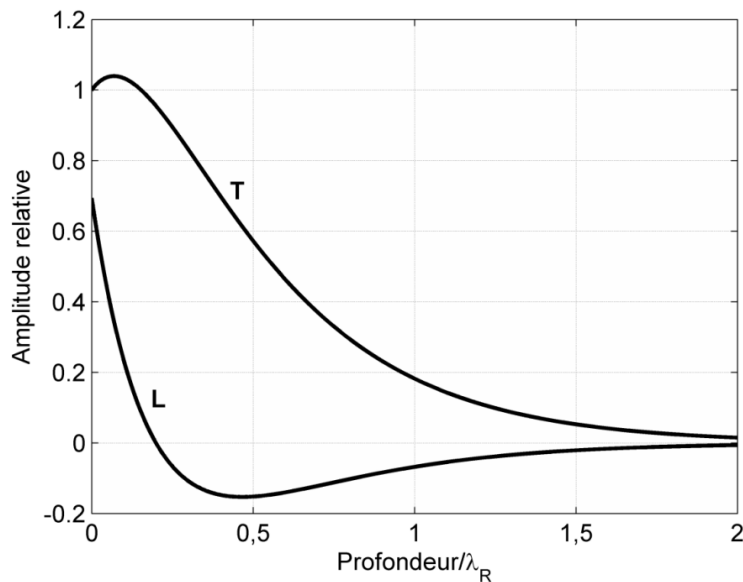


Figure 3.2 : Décroissance des amplitudes des composantes longitudinale (L) et transversale (T) de l'onde de Rayleigh dans le silicium considéré comme isotrope.

### 3.2 Ondes de Rayleigh dans les structures du type couche mince sur substrat

Dans la partie précédente, nous avons rappelé les caractéristiques de l'onde de Rayleigh se propageant sur un substrat isotrope semi-infini. Dans cette partie, nous allons étudier les effets mécaniques sur la propagation de ces ondes de surface lorsque nous déposons une couche sur ce même substrat. En effet, la présence d'un film sur la surface d'un substrat semi-infini perturbe l'onde de Rayleigh qui devient dispersive. Sa vitesse de propagation dépend alors de la fréquence. La dispersion des ondes de surface dans les structures du type couche sur substrat a premièrement été analysée par BROMWHICH [13] et a largement été étudiée depuis [14,15].

### 3.2.1 Equations de propagation et conditions aux limites

La configuration de la structure couche mince sur substrat considérée est illustrée à la figure 3.3. L'interface entre la couche et le substrat se trouve en  $x_3 = 0$  et la surface libre en  $x_3 = h$ . Dans cette partie, la couche et le substrat sont considérés comme isotropes et homogènes.

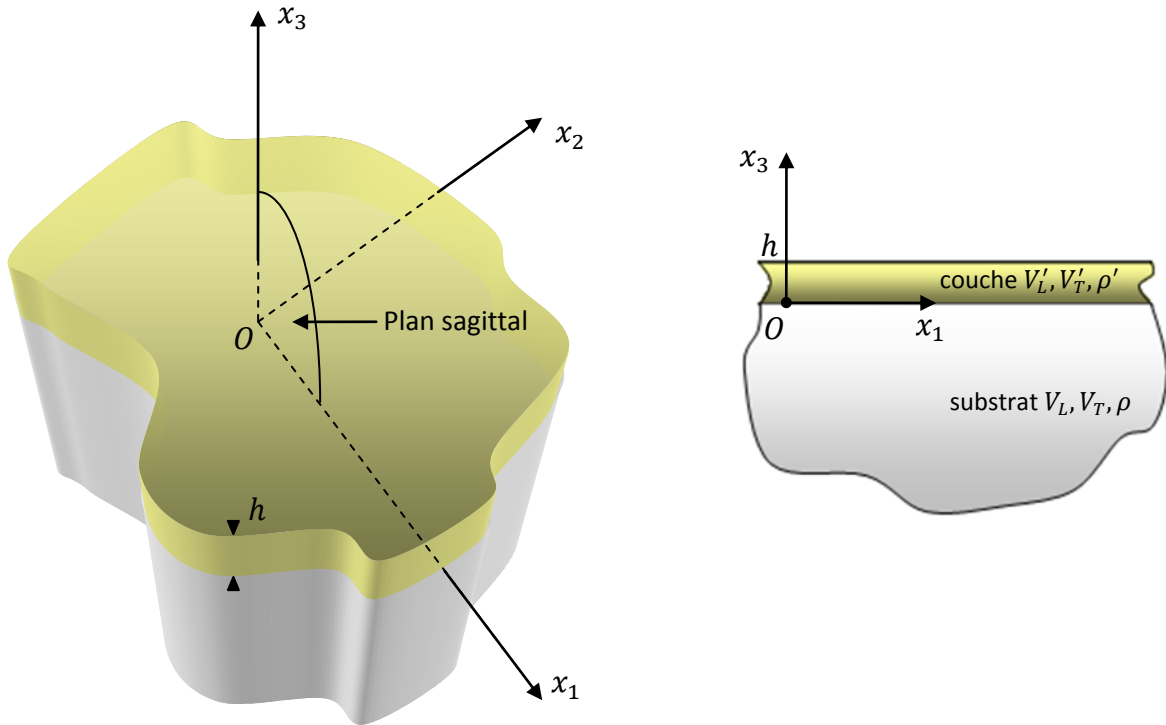


Figure 3.3 : Configuration de la structure couche mince sur substrat et système de coordonnées dans le cas de la propagation des ondes de surface dans les couches minces. Le plan  $(Ox_1x_3)$  définit le plan sagittal.

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

A partir de l'équation de propagation (3.2), les solutions pour les ondes de surface peuvent se mettre sous la forme [10,16] :

$$u_j = \alpha_j \cdot e^{ikbx_3} \cdot e^{ik(x_1 - V_p t)} \quad (3.10)$$

où  $u_j$  est la composante  $j$  du déplacement des particules,  $\alpha_j$  la composante  $j$  de l'amplitude,  $V_p$  la vitesse de phase des ondes de Rayleigh se propageant dans la direction  $x_1$  et  $k$  le nombre d'onde. La variation de l'amplitude suivant la profondeur de pénétration ( $x_3 < 0$ ) est représentée par le coefficient  $b$ . Celui-ci doit être purement imaginaire pour que l'expression (3.10) soit celle d'une onde de surface.

Pour que le mouvement des particules soit contenu dans le plan sagittal ( $Ox_1x_3$ ), le champ de déplacement doit être de la forme  $(u_1, 0, u_3)$  [17]. Par substitution de (3.10) dans l'équation (3.2) et en tenant compte de la simplification du tenseur d'élasticité  $C_{ijkl}$  pour les milieux isotropes, il est possible de déduire un système caractéristique contenant les différentes inconnues du milieu considéré :

$$\begin{pmatrix} C_{44}b^2 + C_{11} - \rho V_p^2 & (C_{11} - C_{44})b \\ (C_{11} - C_{44})b & C_{11}b^2 + C_{44} - \rho V_p^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.11)$$

Les solutions non triviales de ce système s'obtiennent par annulation du déterminant de la matrice 2x2. Nous trouvons :

$$(C_{44}b^2 + C_{44} - \rho V_p^2) \cdot (C_{11}b^2 + C_{11} - \rho V_p^2) = 0 \quad (3.12)$$

D'après l'équation (3.5), les vitesses des ondes transversales se propageant respectivement dans le substrat et dans la couche sont :  $V_T = (C_{44}/\rho)^{1/2}$  et  $V'_T = (C'_{44}/\rho')^{1/2}$ . De même, celles des ondes longitudinales se propageant respectivement dans le substrat et dans la couche sont :  $V_L = (C_{11}/\rho)^{1/2}$  et  $V'_L = (C'_{11}/\rho')^{1/2}$ . A partir de ces formules, il est possible d'extraire le paramètre  $b$  de l'expression (3.12) pour les deux milieux considérés. On obtient alors, dans le plan sagittal :

Pour le déplacement dans la couche :

$$\begin{aligned} b_{(1)} &= i \left[ 1 - (V_p/V'_T)^2 \right]^{1/2} \\ b_{(2)} &= i \left[ 1 - (V_p/V'_L)^2 \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (3.13)$$

Les vecteurs propres associés à ces deux valeurs sont déduits de l'équation (3.11) :

$$\begin{aligned} \alpha_{(1)} &= (-b_{(1)}, 0, 1) \\ \alpha_{(2)} &= (1, 0, b_{(2)}) \end{aligned} \quad (3.14)$$

Pour le déplacement dans le substrat :

$$\begin{aligned} b_{(c)} = b_{(3)} &= -i \left[ 1 - (V_p/V_T)^2 \right]^{1/2} \\ b_{(d)} = b_{(4)} &= -i \left[ 1 - (V_p/V_L)^2 \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (3.15)$$

De même, les vecteurs propres associés à ces deux valeurs sont déduits de l'équation (3.11) :

$$\begin{aligned}\alpha_{(c)} = \alpha_{(3)} &= (-b_{(3)}, 0, 1) \\ \alpha_{(d)} = \alpha_{(4)} &= (1, 0, b_{(4)})\end{aligned}\quad (3.16)$$

A chacune des quatre racines de  $b$  correspond une onde partielle. La linéarité de l'équation (3.2) implique que l'onde de surface est une combinaison linéaire des ondes partielles, pondérée par des coefficients déterminés par les conditions aux limites spécifiques à la topologie du problème considéré [17].

### 3.2.1.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites dépendent essentiellement de la nature de l'interface entre la couche mince et le substrat. Ici, on suppose un contact parfait entre les deux milieux. Les déplacements et les contraintes sont alors continus le long de l'interface entre les deux matériaux. De plus, la surface de la structure est considérée libre de toute contrainte mécanique.

Les conditions aux limites sont données ci-dessous [16]. Les apostrophes à côté des symboles de la contrainte et du déplacement caractérisent la couche mince.

- Continuité du déplacement longitudinal à l'interface :

$$u_1 = u'_1 \quad \text{pour } x_3 = 0 \quad (3.17)$$

- Continuité du déplacement transverse à l'interface :

$$u_3 = u'_3 \quad \text{pour } x_3 = 0 \quad (3.18)$$

- Continuité des contraintes à l'interface :

$$\begin{aligned}T_{31} &= T'_{31} \\ T_{33} &= T'_{33}\end{aligned} \quad \text{pour } x_3 = 0 \quad (3.19)$$

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

$$\begin{aligned}T'_{31} &= 0 \\ T'_{33} &= 0\end{aligned} \quad \text{pour } x_3 = h \quad (3.20)$$

Remarquons que dans la couche, quatre ondes partielles sont combinées tandis que dans le substrat, seulement deux le sont [17].

Ainsi, le champ de déplacement de l'onde dans la couche  $u'_j$  s'exprime comme une somme d'ondes partielles d'amplitudes  $A_m$  à l'aide des  $\alpha_{(m)}$  et  $b_{(m)}$  définis par les relations (3.13) à (3.16) avec  $m = 1, 2, 3$  et  $4$ , en utilisant les vitesses des ondes longitudinale et transversale se propageant dans la couche :

$$u'_j = \left[ \sum_{m=1}^4 A_m \cdot \alpha_{j(m)} \cdot e^{ikb_m x_3} \right] \cdot e^{ik(x_1 - V_p t)} \quad (3.21)$$

De même, le champ de déplacement de l'onde dans le substrat  $u_j$  s'exprime comme une somme d'ondes partielles d'amplitudes  $A_m$  à l'aide des  $\alpha_{(m)}$  et  $b_{(m)}$  définis par les relations (3.15) et (3.16) avec  $m = c$  et  $d$ , en utilisant les vitesses des ondes longitudinale et transversale se propageant dans le substrat :

$$u_j = \left[ \sum_{m=c}^d A_m \cdot \alpha_{j(m)} \cdot e^{ikb_m x_3} \right] \cdot e^{ik(x_1 - V_p t)} \quad (3.22)$$

A partir des conditions aux limites dans le plan sagittal, nous pouvons injecter les différentes solutions trouvées précédemment dans (3.21) et (3.22) et obtenir ainsi le système d'équations suivant :

$$MX = 0 \quad (3.23)$$

Avec  $X$  un vecteur, égal à :

$$X = \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \\ A_3 \\ A_4 \\ A_c \\ A_d \end{pmatrix} \quad (3.24)$$

Et  $M$  la matrice suivante :

$$\begin{pmatrix} 2b_{(1)} \cdot e^{ikb_{(1)}h} & -(1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{ikb_{(2)}h} & -2b_{(1)} \cdot e^{-ikb_{(1)}h} & -(1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{-ikb_{(2)}h} & 0 & 0 \\ (1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{ikb_{(1)}h} & 2b_{(2)} \cdot e^{ikb_{(2)}h} & (1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{-ikb_{(1)}h} & -2b_{(2)} \cdot e^{-ikb_{(2)}h} & 0 & 0 \\ b_{(1)} & -1 & -b_{(1)} & -1 & -b_{(3)} & 1 \\ -1 & -b_{(2)} & -1 & b_{(2)} & 1 & b_{(4)} \\ 2b_{(1)} & -(1 - b_{(1)}^2) & -2b_{(1)} & -(1 - b_{(1)}^2) & -2rb_{(3)} & r(1 - b_{(3)}^2) \\ 1 - b_{(1)}^2 & 2b_{(2)} & 1 - b_{(1)}^2 & -2b_{(2)} & -r(1 - b_{(3)}^2) & -2rb_{(4)} \end{pmatrix} \quad (3.25)$$

avec  $r = C_{44}/C'_{44}$



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

Nous venons de voir que pour les ondes de Rayleigh, les solutions calculées dans le plan sagittal et les équations basées sur les conditions aux limites nous donnent un ensemble de six équations. Celles-ci permettent de calculer dans le plan  $(Ox_1x_3)$  le déplacement associé. Leurs solutions non triviales sont obtenues lorsque le déterminant de la matrice  $M$  est égal à zéro [16] :

$$\det(M) = 0 \quad (3.26)$$

Nous pouvons remarquer que ce déterminant dépend du nombre d'onde  $k$  de l'onde de Rayleigh, de sa vitesse de phase  $V_p$  et donc des paramètres élastiques de la structure, mais aussi de l'épaisseur  $h$  de la couche. La dépendance fréquentielle de la vitesse de propagation de l'onde de surface est clairement mise en évidence. Les solutions calculées correspondent ainsi aux ondes de surface, appelées, du fait de leur dispersion, modes de Rayleigh. Cette équation nous donne donc la relation de dispersion d'une onde de surface se propageant dans une structure du type couche mince sur substrat. Elle est par la suite résolue à l'aide d'un logiciel de calcul matriciel afin d'obtenir les différentes courbes de dispersion.

Notons que les conditions aux limites dans le plan transverse, non présenté ici, et le plan sagittal nous donnent deux types de solutions indépendantes : la solution avec seulement les déplacements transverses appelée « onde de love » et la solution avec les déplacements dans le plan sagittal appelée « mode de Rayleigh ».

Tiersten a démontré que le signe de la pente de la courbe de dispersion est positif si [18] :

$$4 \left[ 1 - \left( \frac{V'_T}{V'_L} \right)^2 \right] \cdot V_T'^2 > V_p^2 \cdot \left[ 1 + \sqrt{\frac{1 - (V_p/V_L)^2}{1 - (V_p/V_T)^2}} \right] \quad (3.27)$$

Après simplification on trouve :

$$\frac{V'_T}{V_T} > \sqrt{\frac{1 - V^2}{1 - V'^2}} \quad \text{avec } V = V_T/V_L \quad \text{et } V' = V'_T/V'_L \quad (3.28)$$

Les limites extrêmes de cette équation pour déterminer le signe de la pente de la courbe de dispersion sont  $\sqrt{2}$  et  $1/\sqrt{2}$ . Sur la figure 3.4, les limites en fonction des vitesses de propagation des ondes transversales de la couche et du substrat sont représentées. Ces limites sont :  $V'_T = \sqrt{2} \cdot V_T$  et  $V'_T = V_T/\sqrt{2}$ . Pour une combinaison couche sur substrat se trouvant au dessus de la première limite, la couche est dite « stiffening » autrement dit, elle « raidit » le substrat car la présence de cette

dernière augmente la vitesse de propagation de l'onde de surface au-delà de celle du substrat. En ce qui concerne la deuxième limite, la couche est dite « loading » car elle « charge » le substrat. Dans ce cas, la présence de la couche entraîne une diminution de la vitesse de propagation de l'onde de surface par rapport à celle dans le substrat seul. Lorsque l'on se trouve entre les deux limites, nous pouvons difficilement prédire la pente de la courbe de dispersion car cette dernière n'est pas strictement monotone. Par la suite, les différents cas que nous venons de présenter seront étudiés.

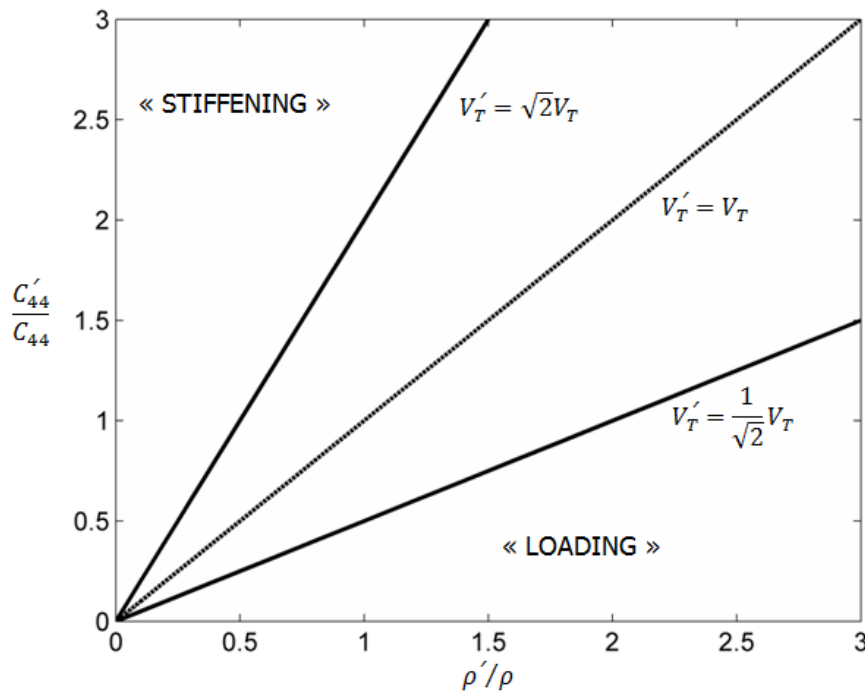


Figure 3.4 : Domaines d'existence des cas « loading » et « stiffening » en fonction des rapports  $C'_{44}/C_{44}$  et  $\rho'/\rho$ .

### 3.2.3 Les différents modes de Rayleigh

Pour les différents cas illustrés, les caractéristiques des matériaux utilisés et considérés comme isotropes sont données dans le tableau 3.1.

	$C_{11} \times 10^{11} \text{ N/m}^2$	$C_{12} \times 10^{11} \text{ N/m}^2$	$V_L \text{ (m/s)}$	$V_T \text{ (m/s)}$
Aluminium	1,113	0,591	6422	3110
Or	2,202	1,604	3361	1239
Nickel	3,115	1,257	5894	3219
Silicium	1,865	0,535	8945	5341
Tungstène	5,120	2,060	5231	2860
Oxyde de zinc	2,043	1,113	6000	2831

Tableau 3.1 : Paramètres des matériaux, considérés comme isotropes, utilisés dans cette partie [16].

### 3.2.3.1 Le cas « stiffening »

#### 3.2.3.1.1 Présentation du cas « stiffening »

Pour illustrer le cas pour lequel on se trouve dans les conditions « stiffening », c'est-à-dire, au dessus de la limite  $V_T' = \sqrt{2} \cdot V_T$ , nous avons pris comme combinaison de matériaux une couche de silicium d'épaisseur  $1 \mu\text{m}$  déposée sur un substrat d'oxyde de zinc. Pour cette structure, la pente de la courbe est positive car :  $V_T'/V_T \approx 1,89 > \sqrt{2}$ .

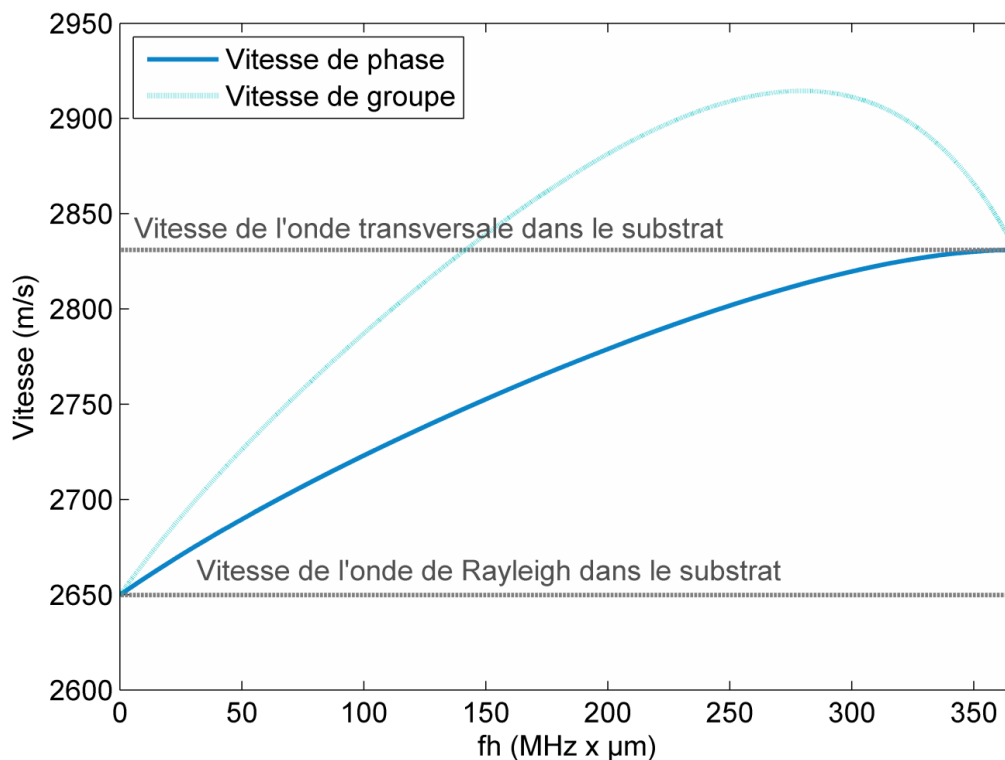


Figure 3.5 : Vitesses de phase et de groupe du mode de Rayleigh se propageant sur un substrat d'oxyde de zinc recouvert d'une couche de silicium de  $1 \mu\text{m}$  d'épaisseur en fonction du produit fréquence x épaisseur.

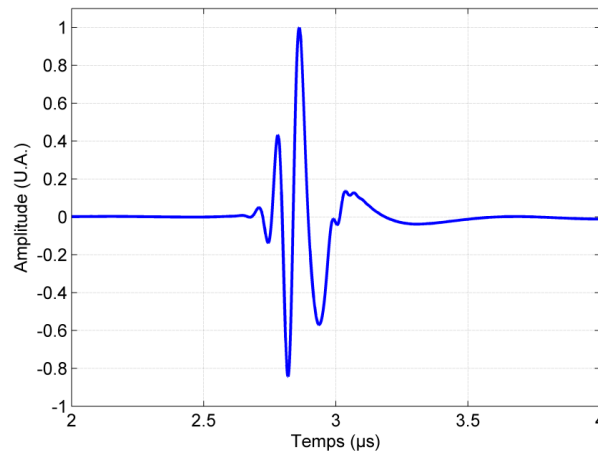
La figure 3.5, montrant l'évolution des vitesses de phase  $V_p$  et de groupe  $V_g$  en fonction du produit fréquence x épaisseur ( $fh$ ), est caractéristique des combinaisons de matériaux respectant le cas « stiffening ». Nous pouvons observer que pour cette combinaison de matériaux, un seul mode de Rayleigh peut se propager et ceci jusqu'à un certain produit fréquence x épaisseur. La courbe de dispersion en vitesse de phase commence à la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat et croît de façon monotone jusqu'à atteindre celle de l'onde transversale se propageant dans ce même matériau. Concernant la courbe de dispersion en vitesse de groupe, elle suit premièrement l'évolution de celle en vitesse de phase, et pour un produit fréquence x épaisseur

donné, elle décroît jusqu'à atteindre la vitesse de propagation de l'onde transversale dans le substrat. La vitesse de groupe est reliée à la vitesse de phase par l'équation suivante :

$$V_g = \frac{\partial \omega}{\partial k} = V_p + k \cdot \left( \frac{\partial V_p}{\partial k} \right) \quad \text{avec } k, \text{ le nombre d'onde de l'onde de Rayleigh} \quad (3.29)$$

### 3.2.3.1.2 Modélisation par éléments finis

Modélisons maintenant ce cas à l'aide des éléments finis. Pour ce faire, nous reprenons le modèle de forces dipolaires en surface décrit au chapitre 2. Afin de mieux visualiser le phénomène de dispersion le modèle sera constitué d'une couche de silicium de 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat d'oxyde de zinc. Les deux matériaux sont supposés isotropes et homogènes. Le résultat de cette modélisation est présenté à la figure 3.6.



**Figure 3.6 : Déplacement normal de la surface de l'échantillon associé au mode de Rayleigh obtenu par éléments finis à 8 mm de la source. L'échantillon est constitué d'une couche de silicium de 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat d'oxyde de zinc.**

Sur cette figure, nous pouvons observer l'étalement temporel du signal dû à la dispersion de l'onde de surface. Notons que ce phénomène de dispersion est peu marqué. Cela s'explique par le fait que la variation de la vitesse de phase du mode de Rayleigh se propageant dans la structure n'est pas très importante. En effet, rappelons que pour le cas « stiffening », cette dernière est comprise entre les vitesses des ondes de Rayleigh et transversale se propageant dans le substrat.

La simulation par éléments finis du déplacement normal à la surface de l'échantillon est présentée à la figure 3.7. Nous pouvons y constater que les composantes haute fréquence arrivent avant les composantes basse fréquence. La vitesse de phase du mode de Rayleigh est donc plus élevée en haute fréquence qu'en basse fréquence, ce qui concorde avec la courbe de dispersion théorique de la figure 3.5.

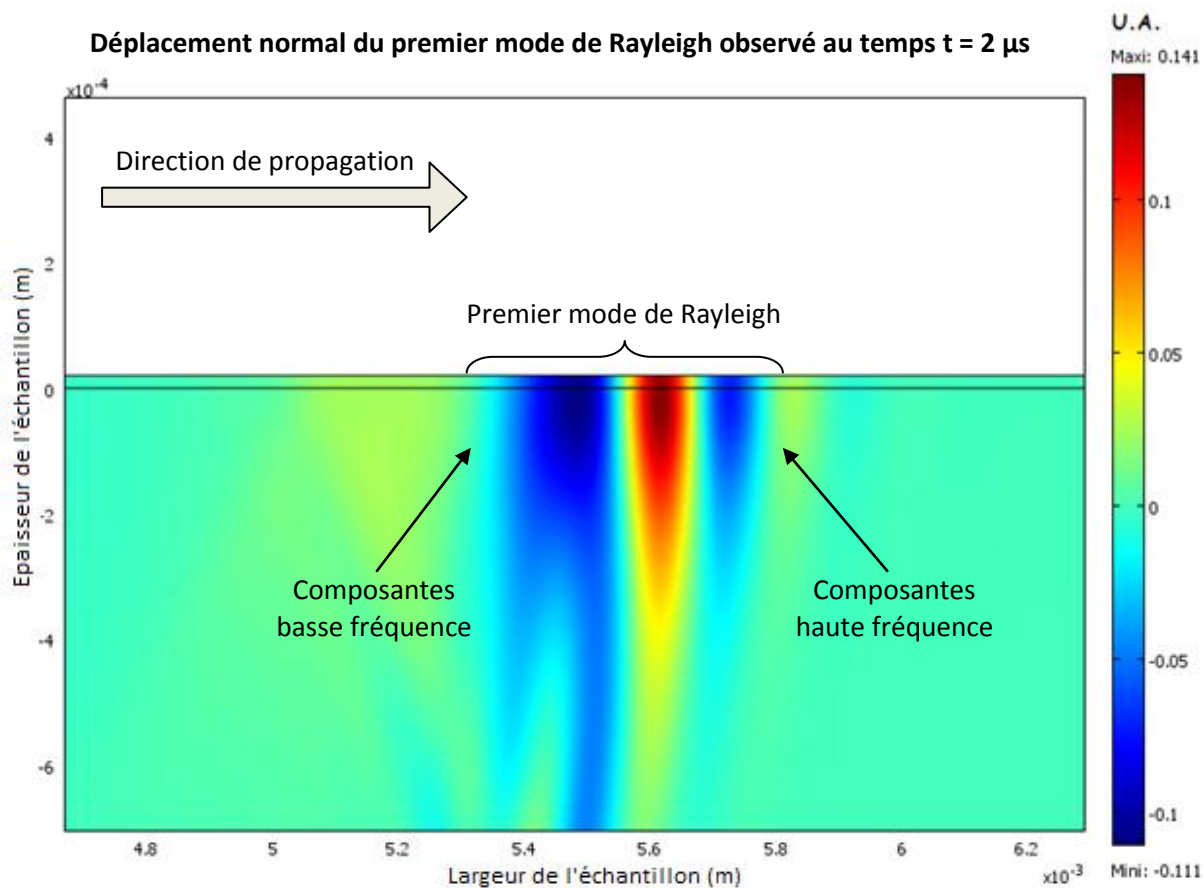


Figure 3.7 : Simulation par éléments finis du déplacement normal associé au premier mode de Rayleigh. L'échantillon modélisé est constitué d'une couche de silicium de  $20 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat d'oxyde de zinc.

### 3.2.3.2 Le cas « loading »

#### 3.2.3.2.1 Présentation du cas « loading »

Lorsque la combinaison couche sur substrat se trouve en dessous de la limite  $V_T' = V_T/\sqrt{2}$  (cas « loading »), la couche « charge » le substrat et la vitesse de phase des modes de Rayleigh décroît lorsque le produit fréquence x épaisseur croît. Afin d'illustrer ce cas, nous considérons une couche d'or d'épaisseur  $1 \mu\text{m}$  déposée sur un substrat de silicium. Pour cette combinaison de matériaux, on a :  $V_T'/V_T \approx 0,23 < 1/\sqrt{2}$ , ce qui respecte bien les conditions « loading ». Les courbes de dispersion ainsi obtenues sont tracées à la figure 3.8.

Au contraire de l'effet « stiffening », ici, un nombre infini de modes de Rayleigh peuvent exister dépendant de la combinaison de matériaux et du produit fréquence x épaisseur. Pour le premier mode, la courbe de dispersion en vitesse de phase commence, pour un produit fréquence x épaisseur nul, à la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat. Ensuite, elle décroît asymptotiquement jusqu'à approcher celle de l'onde de Rayleigh se propageant dans la couche [19].

Ceci s'explique par le fait que plus la fréquence augmente, plus la longueur d'onde devient petite et plus l'énergie véhiculée par l'onde se concentre essentiellement dans la couche. Ainsi, à fréquence élevée, la perturbation due à la présence du substrat est insignifiante et l'onde de surface devient non dispersive. La courbe de dispersion en vitesse de groupe suit l'évolution de celle en vitesse de phase et se confond, en haute fréquence, avec cette dernière. Par ailleurs, lorsque le produit fréquence x épaisseur augmente, d'autres modes apparaissent à une fréquence de coupure qui leur est propre. En dessous de cette fréquence de coupure, le mode considéré n'existe plus et on est en présence d'un mode évanescent qui ne se propage pas [14,16,20,21]. L'évolution de ces modes est la même que celle du premier mode de Rayleigh. Cependant, pour ceux-ci, la courbe de dispersion commence à la vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat et leur valeur asymptotique est celle de la vitesse de l'onde transversale se propageant dans la couche. Remarquons que le second mode est souvent appelé mode de Sezawa.

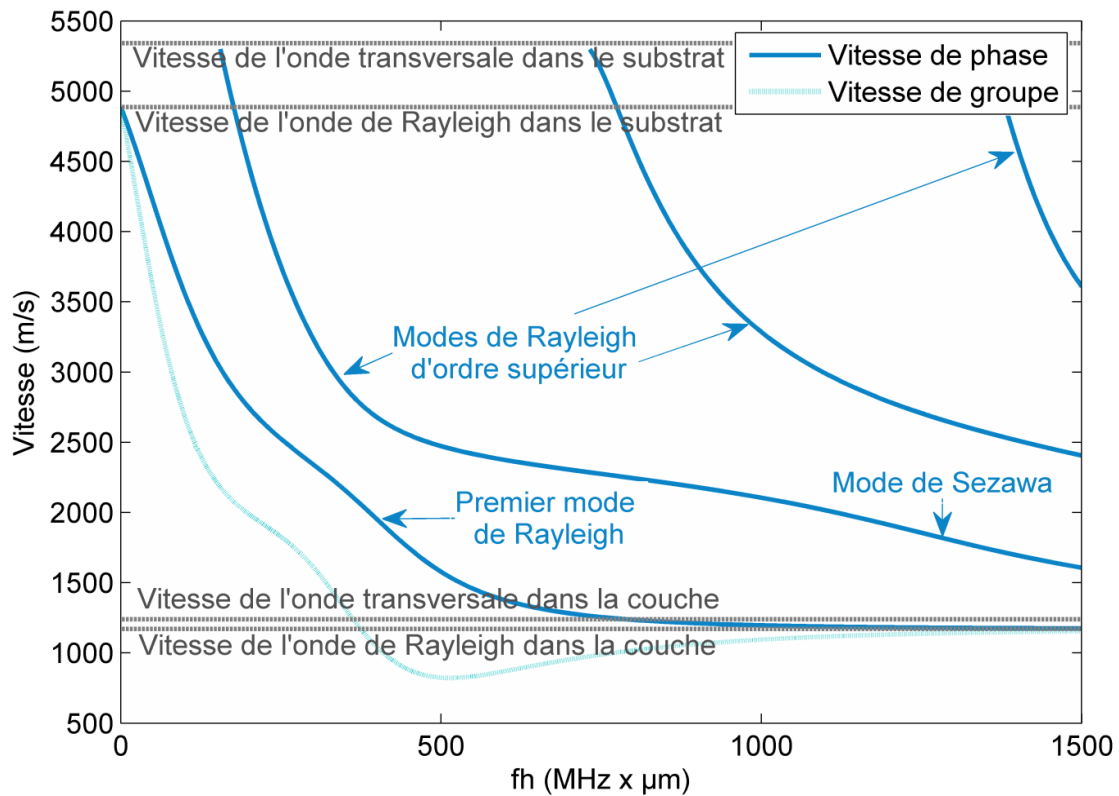


Figure 3.8 : Vitesses de phase et de groupe des différents modes de Rayleigh se propageant sur un substrat de silicium recouvert d'une couche d'or de 1 µm d'épaisseur en fonction du produit fréquence x épaisseur.

### 3.2.3.2.2 Modélisation par éléments finis

De même que pour le cas « stiffening », une modélisation par éléments finis est présentée ci-après. La figure 3.9 illustre ainsi la propagation du premier mode de Rayleigh dans un échantillon composé d'une couche d'or de 1 µm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. Les deux matériaux sont

toujours supposés homogènes et isotropes. La simulation par éléments finis du déplacement normal à la surface de l'échantillon associé à ce même mode est également présentée à la figure 3.10.

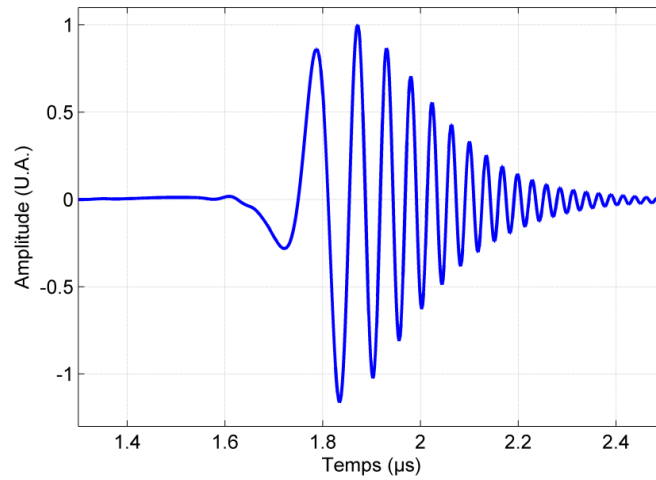


Figure 3.9 : Déplacement normal de la surface de l'échantillon associé au premier mode de Rayleigh obtenu par éléments finis à 8 mm de la source. L'échantillon est constitué d'une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium.

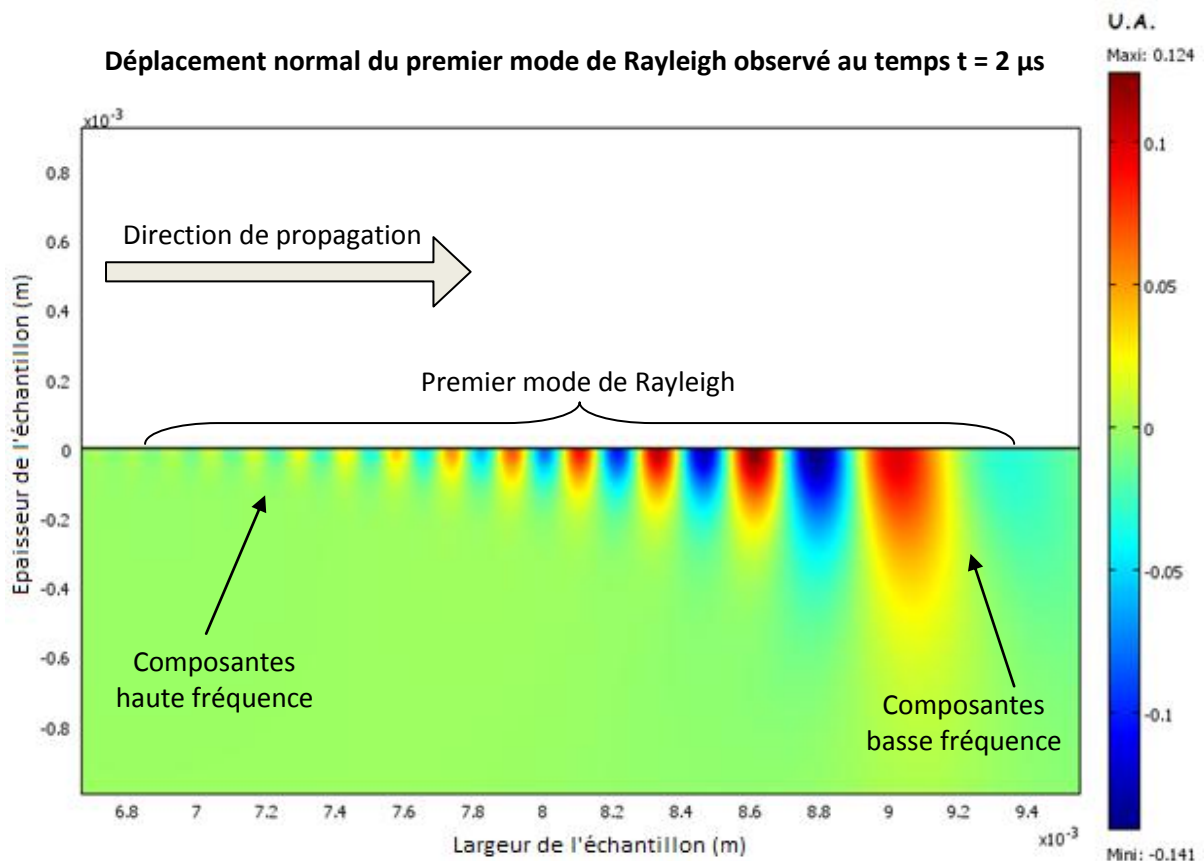


Figure 3.10 : Simulation par éléments finis du déplacement normal du premier mode de Rayleigh. L'échantillon modélisé est constitué d'une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium.

Contrairement au cas précédent, ici nous pouvons remarquer que les composantes haute fréquence arrivent après les composantes basse fréquence. En d'autres termes, plus la fréquence augmente, plus la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh diminue. Nous constatons plus particulièrement l'apparition des composantes basse fréquence puis des composantes fréquentielles de plus en plus élevées. Ce phénomène se traduit par un étalement temporel du signal comme observé à la figure 3.9.

### **3.2.3.2.3 Influence des paramètres de la couche et du substrat sur les courbes de dispersion**

Comme nous le verrons dans les chapitres suivants, les différents échantillons réalisés au cours de nos travaux respectent les conditions « loading ». Pour les caractériser nous nous baserons sur une comparaison des courbes de dispersion théoriques et expérimentales. C'est pourquoi, nous nous intéressons maintenant à l'influence que peuvent avoir les différents paramètres de la structure du type couche sur substrat sur ces courbes de dispersion. Pour cette étude, nous prenons comme référence la structure utilisée pour présenter le cas « loading », à savoir une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium et nous nous positionnons dans une gamme de fréquence allant jusqu'à 45 MHz. Dans ces conditions, un seul mode de Rayleigh peut se propager à la surface de la structure. Pour rappel, les caractéristiques des deux matériaux utilisés sont données au tableau 3.1.

L'influence des différents paramètres de la couche et du substrat sur les courbes de dispersion obtenues en vitesses de phase et de groupe est représentée sur les figures 3.11 à 3.24. Chacune d'entre elles montre l'influence d'un seul paramètre de la structure, lequel est augmenté et diminué de 10 %. A l'exception de la vitesse de l'onde transversale se propageant dans le substrat, les variations de vitesses les plus importantes sont observées à 45 MHz. Ainsi, pour donner un ordre de grandeur de l'influence de chaque paramètre, les variations relatives des vitesses de groupe et de phase obtenues à cette fréquence sont répertoriées dans le tableau 3.2.

L'analyse de ces figures montre que la pente des courbes de dispersion varie fortement en fonction de l'épaisseur de la couche, que ce soit en vitesse de phase ou de groupe. Une diminution de l'épaisseur entraînera une augmentation de la vitesse de propagation du premier mode de Rayleigh et inversement. Remarquons que cet effet sera d'autant plus visible que les fréquences seront élevées.

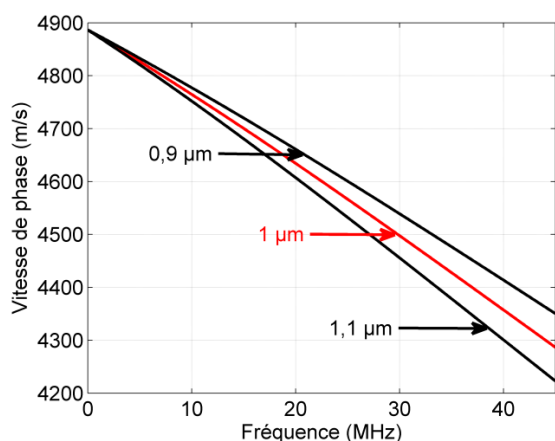
En observant les variations de la pente des courbes de dispersion, nous remarquons également que les masses volumiques des deux matériaux ont une influence similaire à celle de l'épaisseur de la



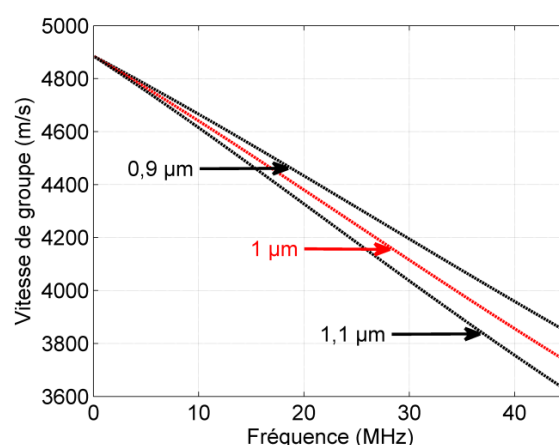
couche. Cependant, ces dernières seront considérées comme connues par la suite.

En ce qui concerne l'influence des vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales, nous pouvons observer que pour les plus faibles fréquences les variations des vitesses de ces ondes de volume se propageant dans la couche peuvent être considérées comme peu influentes sur les courbes de dispersion, contrairement aux variations des vitesses de celles se propageant dans le substrat. En revanche, l'influence des vitesses de ces deux ondes se propageant dans la couche devient non négligeable pour les plus hautes fréquences. Ceci est dû au fait que pour les faibles fréquences la couche est très peu influente par rapport au substrat (grande longueur d'onde) alors qu'au contraire en haute fréquence, elle devient dominante (petite longueur d'onde). Notons également que les variations des vitesses de propagation des ondes transversales de la couche et du substrat ont globalement plus d'influence sur les courbes de dispersion que les variations des vitesses longitudinales de ces mêmes éléments.

De cette étude, il en ressort la conclusion suivante : afin de déterminer les caractéristiques d'une structure du type couche sur substrat, il apparaît primordial de connaître avec précision les vitesses de propagation des ondes longitudinale et transversale de celui-ci. Considérant les masses volumiques des deux matériaux connues, l'épaisseur de la couche pourra être déterminée en basse fréquence en faisant coïncider les courbes de dispersion expérimentale et théorique du premier mode de Rayleigh. De ce fait, connaissant les vitesses des ondes de volume se propageant dans le substrat ainsi que l'épaisseur de la couche, les paramètres élastiques de cette dernière pourront être obtenus en utilisant les plus hautes fréquences du spectre. Cette démarche sera appliquée au chapitre 4.



**Figure 3.11 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. L'épaisseur de la couche est ici considérée comme paramètre variable.**



**Figure 3.12 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. L'épaisseur de la couche est ici considérée comme paramètre variable.**

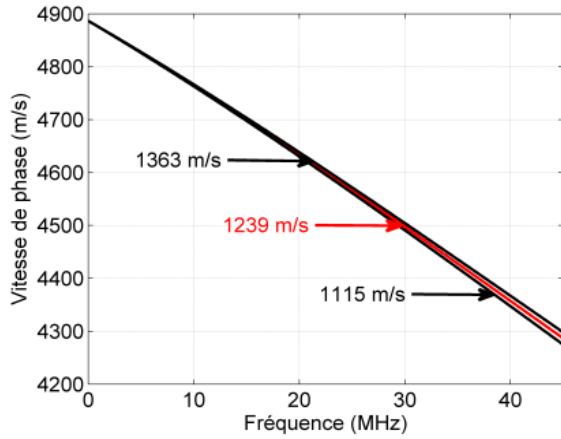


Figure 3.13 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde transversale de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

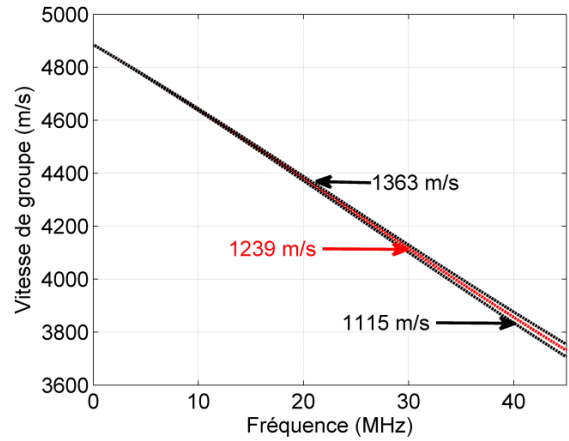


Figure 3.14 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde transversale de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

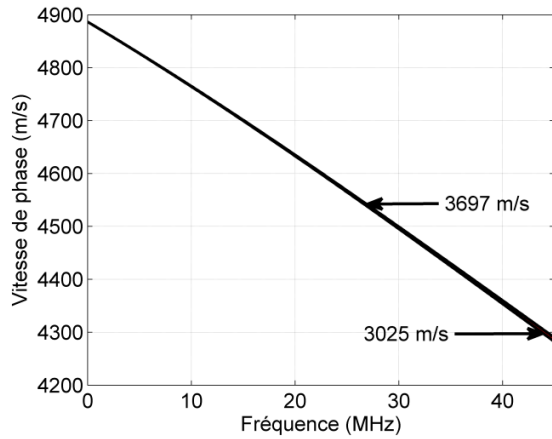


Figure 3.15 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde longitudinale de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

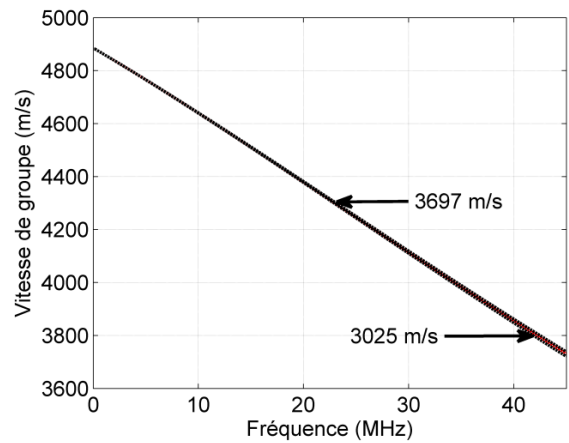


Figure 3.16 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde longitudinale de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

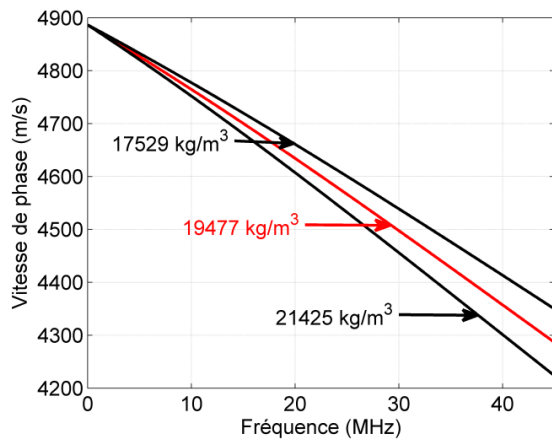


Figure 3.17 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La masse volumique de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

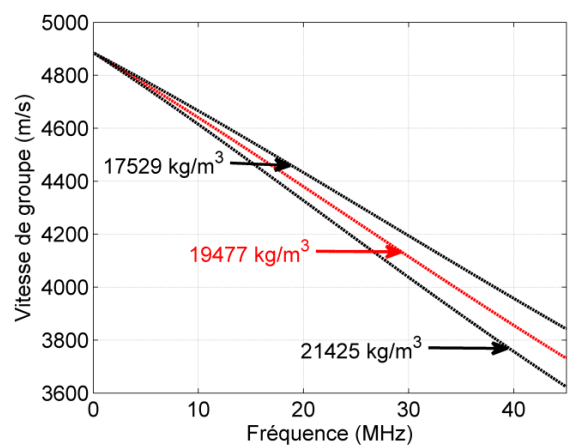


Figure 3.18 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La masse volumique de la couche est ici considérée comme paramètre variable.

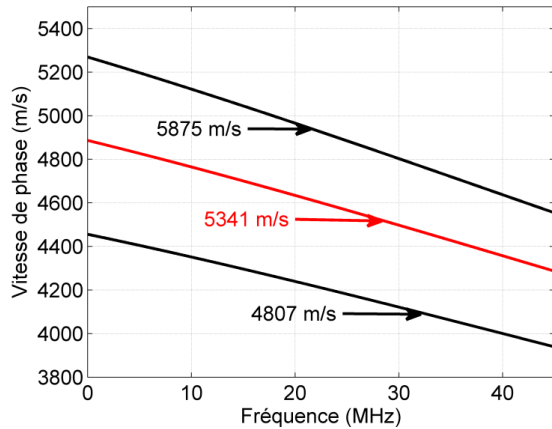


Figure 3.19 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

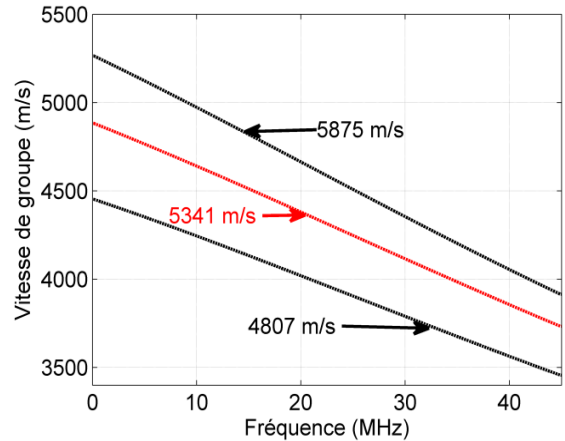


Figure 3.20 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

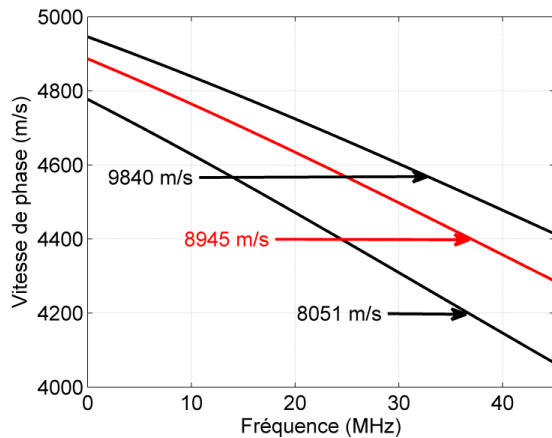


Figure 3.21 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde longitudinale du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

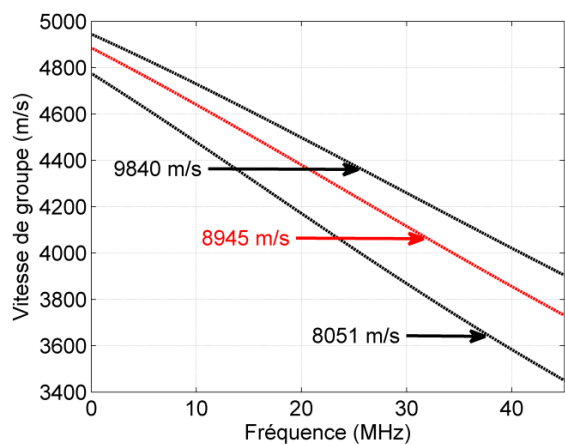


Figure 3.22 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La vitesse de propagation de l'onde longitudinale du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

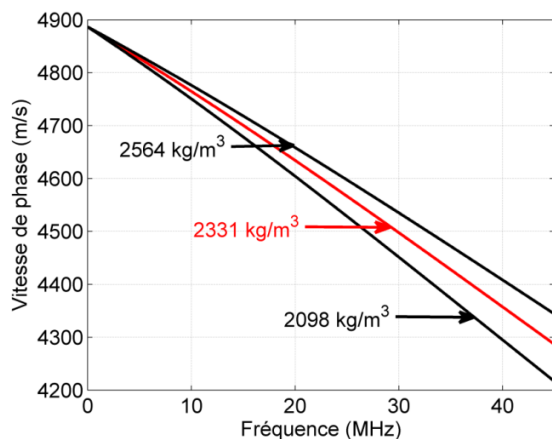


Figure 3.23 : Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La masse volumique du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

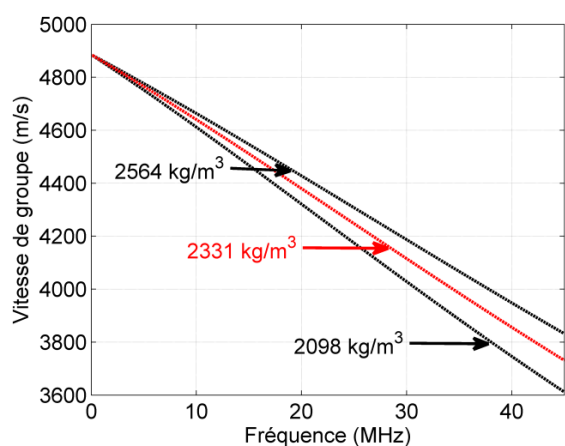


Figure 3.24 : Vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium en fonction de la fréquence. La masse volumique du substrat est ici considérée comme paramètre variable.

Couche d'or				
Paramètres	Variation relative de la vitesse de phase pour une variation des paramètres de :		Variation relative de la vitesse de groupe pour une variation des paramètres de :	
	-10 %	+10 %	-10 %	+10 %
Epaisseur	1,47 %	-1,52 %	3,00 %	-2,95 %
Vitesse de l'onde longitudinale	-0,12 %	0,07 %	-0,29 %	0,19 %
Vitesse de l'onde transversale	-0,28 %	0,26 %	-0,67 %	0,62 %
Masse volumique	1,47 %	-1,49 %	2,98 %	-2,89 %
Substrat de silicium				
Paramètres	Variation relative de la vitesse de phase pour une variation des paramètres de :		Variation relative de la vitesse de groupe pour une variation des paramètres de :	
	-10 %	+10 %	-10 %	+10 %
Vitesse de l'onde longitudinale	-5,18 %	2,88 %	-7,53 %	4,64 %
Vitesse de l'onde transversale	-8,12 %	5,86 %	-7,42 %	4,82 %
Masse volumique	-1,63 %	1,31 %	-3,22 %	2,68 %

**Tableau 3.2 : Influence des paramètres de la couche et du substrat sur les vitesses de phase et de groupe du premier mode de Rayleigh à une fréquence de 45 MHz.**

### 3.2.3.3 Cas particuliers et ondes de Stoneley

Dans les parties précédentes, nous avons présenté les cas « loading » et « stiffening ». Pour cela, nous avons pris soin de prendre des milieux, que sont la couche et le substrat, dont les vitesses des ondes transversales s'y propageant étaient sensiblement différentes et respectaient les conditions décrites à la figure 3.4. Pour rappel, dans le cas « stiffening », la courbe de dispersion a une pente positive et l'unique mode de Rayleigh existe jusqu'à une certaine fréquence. La variation de la vitesse de phase de ce mode est comprise entre les vitesses de propagation de l'onde de Rayleigh et de l'onde transversale dans le substrat. Dans le cas « loading », la pente de la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh dont les variations sont comprises entre les vitesses de l'onde de surface se propageant dans le substrat et de celle se propageant dans la couche est négative. Rappelons également que pour ce cas une infinité de modes existent et que ceux-ci apparaissent à des fréquences de coupure qui leurs sont propres. Dans l'éventualité où les conditions précédentes ne sont pas respectées, les courbes de dispersion n'ont pas une allure générale bien définie et dans certaines conditions, plusieurs modes peuvent se propager. Ainsi, que se passe-t-il lorsque  $V_T' \approx V_T$  ?

Pour répondre à cette question, nous allons présenter rapidement les courbes de dispersion pour une combinaison de matériaux dont les vitesses de propagation des ondes transversales sont proches. Pour ce faire, nous avons choisi une couche d'aluminium de  $10\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de nickel ( $V_T'/V_T \approx 0,97$ ) et inversement une couche de nickel de  $10\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat d'aluminium ( $V_T'/V_T \approx 1,04$ ).

Les courbes de dispersion obtenues pour ces deux combinaisons de matériaux sont représentées aux figures 3.25 et 3.26. Nous pouvons observer, dans les deux cas, que les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh ne sont pas strictement monotones dans l'intervalle fréquence x épaisseur considéré. Ces courbes partent de la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat pour un produit fréquence x épaisseur nul et tendent asymptotiquement, en haute fréquence, vers la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans la couche. Notons également que pour une même vitesse deux fréquences d'excitation existent, ce qui peut rendre difficile l'analyse des signaux. Comme précédemment observé pour le cas « loading », il peut y avoir présence de modes de Rayleigh d'ordres supérieurs. Ceux-ci ne se propagent qu'à partir d'une fréquence de coupure qui leur est propre.

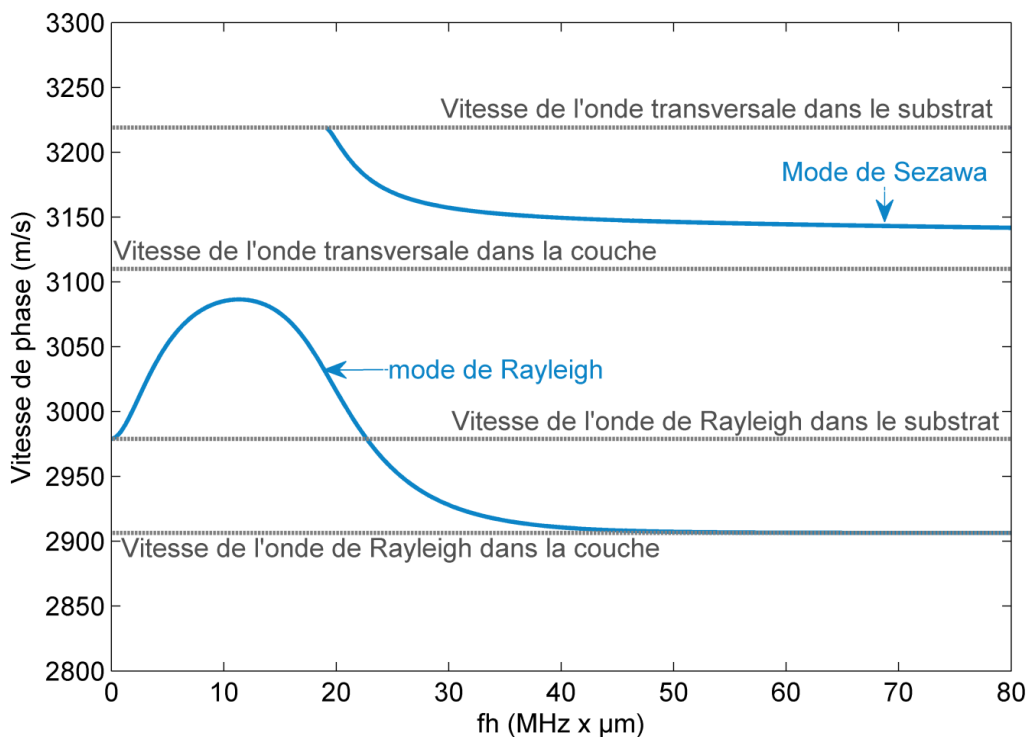


Figure 3.25 : Courbes de dispersion en vitesse de phase des différents modes de Rayleigh se propageant sur une couche d'aluminium ( $10\ \mu\text{m}$ ) déposée sur un substrat de nickel en fonction du produit fréquence x épaisseur.

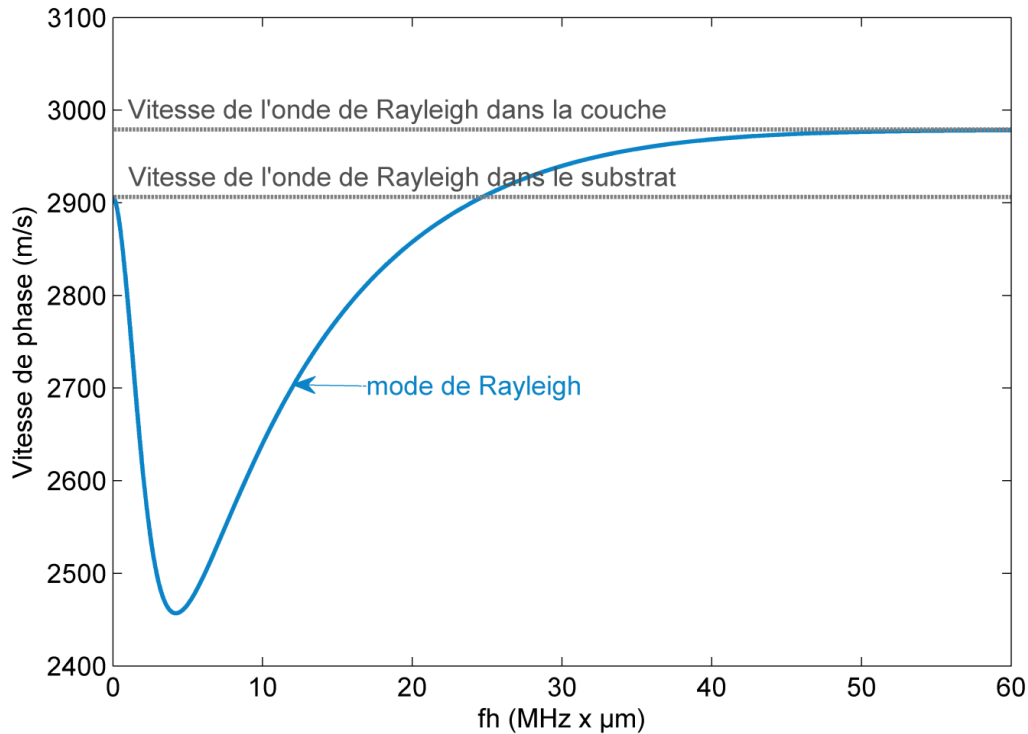


Figure 3.26 : Courbe de dispersion en vitesse de phase du mode de Rayleigh se propageant sur une couche de nickel (10 µm) déposée sur un substrat d'aluminium en fonction du produit fréquence x épaisseur.

L'existence de l'onde de Stoneley, qui prend naissance à l'interface de deux solides semi-infinis, apparaît pour certaines combinaisons de matériaux. Prenons l'exemple d'une couche d'aluminium de 10 µm d'épaisseur déposée sur un substrat de tungstène. La courbe de dispersion obtenue est représentée à la figure 3.27. Ici, contrairement aux cas « loading » et « stiffening », lorsque le produit fréquence x épaisseur devient grand, l'asymptote de la courbe de dispersion n'est ni la vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat, ni celle de l'onde de Rayleigh de la couche mais celle de l'onde de Stoneley comprise entre la vitesse de l'onde de Rayleigh et la vitesse de l'onde transversale se propageant dans le substrat.

Dans cette partie, nous avons étudié la propagation des ondes de Rayleigh dans une structure du type couche sur substrat. Nous avons vu que le comportement et la dispersion du ou des modes de Rayleigh dépendaient directement des rapports des vitesses de propagation des ondes transversales des matériaux considérés. Plus ce rapport est éloigné des limites étudiées ( $\sqrt{2}$  et  $1/\sqrt{2}$ ), plus le phénomène de dispersion est marqué. L'étalement du signal temporel sera alors clairement visible, c'est pourquoi dans la suite de ces travaux, certains matériaux seront préférés à d'autres. Dans la partie suivante nous allons étudier la dispersion des ondes de Rayleigh dans une structure multicouche.

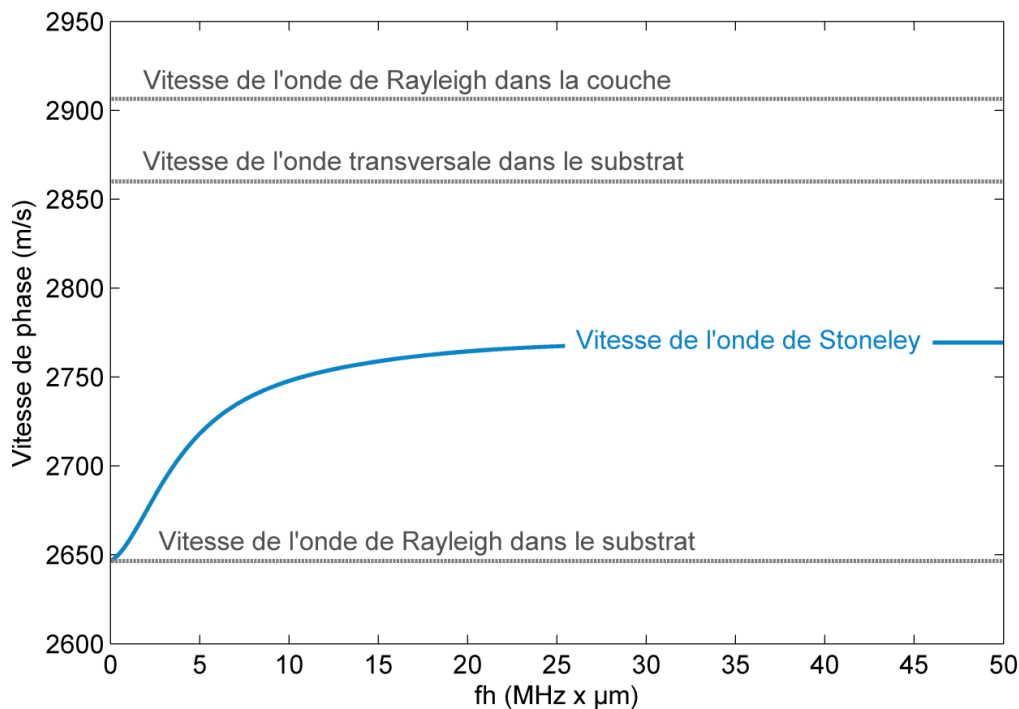


Figure 3.27 : Courbe de dispersion en vitesse de phase de l'onde de Stoneley se propageant sur une couche d'aluminium (10 µm) déposée sur un substrat de tungstène en fonction du produit fréquence x épaisseur.

### 3.3 Ondes de Rayleigh dans les structures multicouches

La propagation des ondes de surface dans les structures multicouches est abordée théoriquement dans cette partie. Pour cela, la méthode des « matrices de transfert » est utilisée.

#### 3.3.1 Méthode générale des matrices de transfert

Cette méthode, développée par THOMSON [22] puis par HASKELL [23], consiste à exprimer dans une matrice dite de transfert les déplacements et contraintes à la surface inférieure d'une couche en fonction des déplacements et contraintes à la surface supérieure de cette même couche. Une matrice de transfert est alors obtenue pour chacune des couches. Le couplage de toutes ces matrices de transfert permet ainsi de décrire les champs de déplacements et de contraintes de la structure globale, en tenant compte des différentes conditions aux limites entre les couches ou sur les surfaces libres. Pour résumer, la méthode des matrices de transfert consiste donc à construire une matrice carrée qui relie un vecteur d'une surface de la structure à celui de l'autre surface. Ce vecteur est généralement appelé vecteur d'état. Il représente le déplacement de la surface considérée et les contraintes qu'elle subit. Notons que cette approche matricielle permet de garder le nombre d'équations à résoudre constant, indépendamment du nombre de couches de la structure. La

méthode des matrices de transfert est présentée de manière détaillée en annexe B. A partir de cette dernière, nous avons développé un programme permettant de calculer les vitesses de phase et de groupe en fonction de la fréquence des modes de Rayleigh se propageant dans une structure constituée au maximum de quatre couches déposées sur un substrat semi-infini. Le contact entre les différents éléments de cette structure est ici considéré comme parfait. Nous verrons, au chapitre 5, comment rendre compte d'un état d'adhésion plus ou moins fort entre ces différents éléments.

### 3.3.2 Exemple de résolution de l'équation de dispersion : étude sur l'influence d'une couche d'accroche entre deux matériaux

Intéressons nous ici au cas d'une structure bicouche constituée d'une couche de chrome et d'une couche d'or, toutes deux déposées sur un substrat semi-infini de silicium. Cette structure, dont les paramètres sont donnés au tableau 3.3 est schématisée sur la figure 3.28.

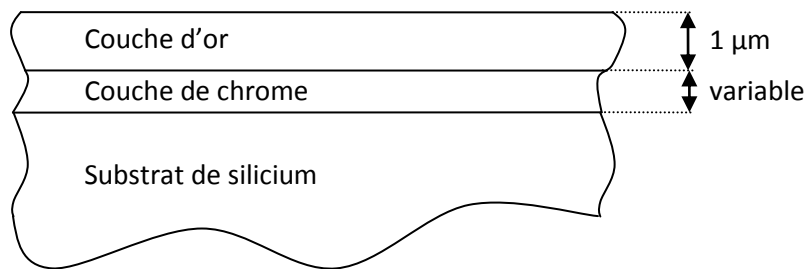


Figure 3.28 : Schéma de la structure bicouche étudiée.

	$V_L$ (m/s)	$V_T$ (m/s)	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
Or	3212	1193	19300
Chrome	6609	4004	7190
Silicium	8382	4705	2330

Tableau 3.3 : Paramètres des matériaux, considérés comme isotropes, de la structure bicouche.

L'or possédant une mauvaise adhérence, le chrome représente la couche d'accroche nécessaire à l'aboutissement d'un contact parfait avec le silicium. Nous faisons l'hypothèse que la présence d'une couche de chrome d'épaisseur 20 nm peut être considérée comme négligeable par rapport aux longueurs d'onde du premier mode de Rayleigh se propageant sur une structure du type couche d'or micrométrique sur substrat de silicium. Pour vérifier cela de manière théorique, nous fixons à 1 µm l'épaisseur de la couche d'or et faisons varier celle de la couche de chrome. Les courbes de dispersion



ainsi obtenues en vitesses de phase et de groupe sont respectivement représentées sur les figures 3.29 et 3.30.

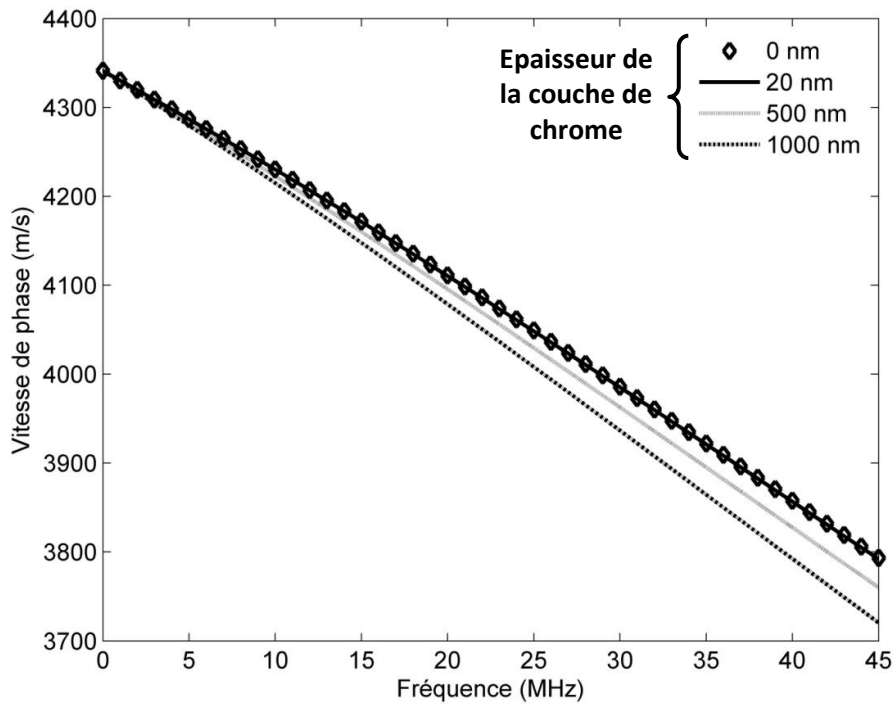


Figure 3.29 : Influence de l'épaisseur de la couche de chrome sur la courbe de dispersion en vitesse de phase du premier mode de Rayleigh en fonction de la fréquence. L'épaisseur de la couche d'or est fixée à 1  $\mu\text{m}$ . Les deux couches reposent sur un substrat de silicium semi-infini.

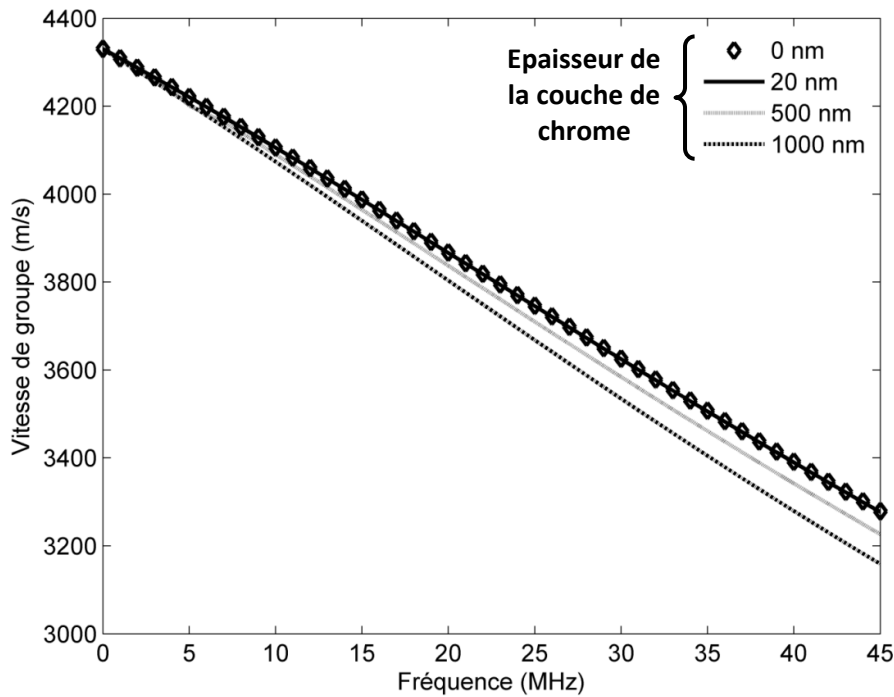


Figure 3.30 : Influence de l'épaisseur de la couche de chrome sur la courbe de dispersion en vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh en fonction de la fréquence. L'épaisseur de la couche d'or est fixée à 1  $\mu\text{m}$ . Les deux couches reposent sur un substrat de silicium semi-infini.

A partir de ces figures, nous pouvons observer que l'épaisseur de la couche de chrome peut avoir un impact non négligeable sur les courbes de dispersion. Cependant, les courbes de dispersion en vitesses de phase et de groupe pour une structure couche sur substrat sans chrome se confondent avec celles d'une structure possédant une couche d'accroche de 20 nm d'épaisseur. Il nous paraît alors fortement raisonnable de conclure que dans le cas d'une couche d'or micrométrique déposée sur un substrat de silicium et dans la gamme de fréquence ici considérée, une couche d'accroche constituée de 20 nm de chrome n'aura aucune influence sur la propagation du premier mode de Rayleigh.

## Conclusion

Dans ce chapitre nous avons détaillé de façon théorique la propagation des ondes élastiques dans le cas de matériaux homogènes et isotropes. Dans une première partie, nous nous sommes particulièrement intéressés aux propriétés de l'onde de Rayleigh. Ainsi, nous avons mis en évidence le fait que cette onde se propage à la surface d'un milieu semi-infini et devient dispersive lorsqu'une couche y est ajoutée. La vitesse de propagation de cette onde dépend alors de la fréquence.

Dans une seconde partie, nous avons étudié la propagation de ces ondes de surface dans les structures du type couche sur substrat. La relation de dispersion a été établie et nous avons distingué trois cas dépendant de la combinaison des matériaux utilisés et notamment du rapport entre les vitesses des ondes transversales s'y propageant. Ainsi, nous avons présenté le cas « stiffening » où la couche « raidit » le substrat, le cas « loading » où elle le « charge » et le cas où les ondes transversales se propageant respectivement dans la couche et dans le substrat possèdent quasiment la même vitesse. Pour ces différents cas, par le biais d'un programme que nous avons développé, des exemples de résolutions numériques de l'équation de dispersion ont été exposés et analysés et pour le cas « loading », une étude sur l'influence des divers paramètres constituant la structure couche/substrat sur les courbes de dispersion a été présentée. Ceci nous a entre autres permis d'établir la démarche à suivre pour caractériser une telle structure. La dispersion du premier mode de Rayleigh pour les cas « loading » et « stiffening » a également été mise en évidence par éléments finis.

Le cas des structures multicouches a été abordé dans une troisième partie. A partir de la méthode dite des « matrices de transfert », nous avons pu donner quelques exemples de courbes de dispersion pour une structure composée de deux couches déposées sur un substrat.

# Références bibliographiques du chapitre 3

- [1] L. RAYLEIGH, « On waves propagating along the plane of an elastic solid », Proc. London Math. Soc., Vol. 17, p. 4-11, 1885.
- [2] D. ROYER et E. DIEULESAINT, « Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée », Dunod, ISBN-10 : 2225834415, ISBN-13 : 978-2225834417, 1999.
- [3] I. A. VIKTOROV, « Rayleigh and Lamb Waves, Physical Theory and Applications », Plenum press, New York, 1967.
- [4] G. HEVIN, O. ABRAHAM, H. A. PEDERSEN, M. CAMPILLO, « Characterisation of surface cracks with Rayleigh waves: a numerical model », NDT&E International, Vol. 31, No. 4, pp. 289-297, 1998.
- [5] D. G. AGGELIS, T. SHIOTANI, D. POLYZOS, « Characterization of surface crack depth and repair evaluation using Rayleigh waves », Cement & Concrete Composites 31, p. 77-83, 2009.
- [6] X. JIAN, Y. FAN, R. S. EDWARDS, et S. DIXON, « Surface-breaking crack gauging with the use of laser-generated Rayleigh waves », Journal of Applied Physics 100, 064907, 2006.
- [7] M. DUQUENNOY, M. OUAFTOUH, M. OURAK, « Ultrasonic evaluation of stresses in orthotropic materials using Rayleigh waves », NDT&E International 32, p. 189-199, 1999.
- [8] F. FAËSE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, M. DUQUENNOY, « Flaws detection using laser-ultrasound and mode conversion », Acoustics 2012, 2012.
- [9] F. FAËSE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, M. DUQUENNOY, « Ondes de Rayleigh générées et détectées par laser – Applications à la détection de défauts », ndt.net, 2012.
- [10] J. L. ROSE, « Ultrasonic Waves in solid Media », Cambridge University Press, ISBN-10 : 0521640431, ISBN-13 : 978-0521640435, 1999.
- [11] L. BERGMANN, « Ultrasonics and Their Scientific and Technical Applications », John Wiley Sons, New York, 1948.
- [12] E. DIEULESAINT et D. ROYER, « Propagation et génération des ondes élastiques », Technique de l'ingénieur, E 3 210, 2001.

- [13] T. J. BROMWHICH, « On the influence of gravity on elastic waves, and, in particular, on the vibrations of an elastic globe », Proc. London Math. Soc., vol. 30, p. 98-120, 1898.
- [14] W. M. EWING, W.S. JARDETSKY et F. PRESS, « Elastic waves in layered media », McGraw-Hill, New York, 1957.
- [15] L. M. BREKHOVSKIKH, « Waves in layered media », Academic Press, New York, 1960.
- [16] G. W. FARNELL et E. L. ADLER, « Elastic wave propagation in thin layers », Physical Acoustics, edited by W.P. Masson and R.N. Thurston, vol. 9, chap. 2, 1979.
- [17] P. RICHARD, « Etude de l'adhésion de films minces par microscopie acoustique », Thèse de Doctorat, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 1996.
- [18] H. F. TIERSTEN, « Elastic surface waves guided by thin films », J. Appl. Phys. Vol. 40, 1969.
- [19] M. LEMAIRE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, W. J. XU, M. DUQUENNOY, M. OURAK, R. COTE, R. SALENBIEN, B. SARENS, W. LAURIKS, C. GLORIEUX, « Film thickness determination by laser ultrasonics », The Journal of the Acoustical Society of America 123(5), 3285-3285, 2008.
- [20] P. MASRI et B. DJAFARI-ROUHANI, « Phonons aux interfaces cristallines », Journal de Physique, Colloque C5, supplément au n°4, Tome 45, 1984.
- [21] F. TAKALI, Y. WALI et M. H. BEN GHOZLEN, « Repérage des Ondes de Plaque dans une Structure Piézoélectrique », 5th International Conference: SETIT, 2009.
- [22]. W. T. THOMSON, « Transmission of elastic waves through a stratified solid medium », J. Appl. Phys. 21, 89, 1950.
- [23] N. A. HASKELL, « The dispersion of surface waves on multi-layered media », Bulletin of the Seismological Society, Vol. 43, p. 17-34, 1953.



# Chapitre 4

## Caractérisation de structures du type couche mince sur substrat

### Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation d'une structure du type couche mince sur substrat par ultrasons-lasers. En effet, une bonne connaissance des paramètres élastiques des matériaux composant une telle structure permet d'en assurer sa durée de vie ou encore sa fonctionnalité. Ainsi, ces paramètres doivent être déterminés avec précision. La maîtrise de l'épaisseur de la couche ou la mise en évidence de microfissures peuvent également être recherchées. Diverses méthodes de contrôle non destructif, mentionnées au chapitre 1, permettent la caractérisation des films minces. Toutefois, la plupart de celles-ci nécessitent un contact direct avec la structure et/ou l'utilisation d'un milieu de couplage. La caractérisation par ondes de surface générées et détectées par sources lasers permet de s'affranchir de ces inconvénients.

Dans une première partie, nous présenterons les échantillons utilisés dans nos expérimentations. Nous justifierons en premier lieu le choix d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium et aborderons aussi l'anisotropie de ce dernier. La méthode de dépôt utilisée au sein du laboratoire sera également exposée.

Dans une seconde partie, nous caractériserons les paramètres élastiques du substrat en utilisant conjointement l'onde de tête et l'onde de Rayleigh s'y propageant. Cette approche nous permettra d'en déduire en basse fréquence l'épaisseur de la couche d'or en faisant correspondre la courbe de dispersion théorique avec celle obtenue expérimentalement. De la même manière, les paramètres élastiques de ce film mince seront déterminés en utilisant les plus hautes fréquences du spectre.

Les effets que peuvent avoir certains défauts sur la propagation des ondes de surface seront étudiés dans une troisième partie. Parmi les différents défauts mentionnés au chapitre 1, nous nous intéresserons plus spécifiquement aux influences, sur la propagation du premier mode de Rayleigh, d'une faible variation d'épaisseur de la couche et de la présence de microfissures. Nous verrons alors que les ultrasons-lasers permettent non seulement de détecter ces types de défauts mais aussi d'en

déduire certaines caractéristiques. Afin de valider nos résultats, diverses simulations par éléments finis seront présentées.

## 4.1 Présentation des échantillons

### 4.1.1 Les matériaux utilisés

Le silicium étant un des matériaux les plus utilisés en électronique et en microélectronique, le choix du substrat s'est naturellement porté vers celui-ci. En effet, le silicium est par exemple employé pour servir de support pour les couches minces, pour la fabrication de circuits intégrés ou de puces électroniques. Il présente notamment l'avantage d'être abondant, stable, facile à purifier et peu coûteux. De plus, à l'état pur, le silicium est un semi-conducteur intrinsèque dont la conductivité électrique est très inférieure à celle des métaux.

La structure cristallographique du silicium monocristallin est de type cubique à faces centrées. Il est produit par un processus de croissance cristalline bien contrôlé. Celui-ci consiste à tirer lentement un cristal d'un bain de silicium ultra-pur. L'ensemble étant en rotation, on obtient un cristal cylindrique dont on découpe des tranches. Suivant l'épaisseur de celles-ci on parlera de wafers (quelques centaines de microns) ou de substrats (quelques dizaines de millimètres). Ces tranches sont ensuite éventuellement polies.

Les directions cristallographiques principales des substrats (ou des wafers) sont repérables par l'intermédiaire d'un méplat dit primaire. Usuellement, la direction de ce dernier est de type  $\langle 110 \rangle$ . Un méplat secondaire peut également être présent, permettant de distinguer facilement le plan dans lequel est situé le substrat (généralement (100), (110) ou encore (111)) et le type de dopant utilisé (substrat de type P ou de type N). Les conventions suivantes sont fréquemment utilisées :

- Un substrat de silicium de type P situé dans le plan (100) est identifiable par un angle de  $90^\circ$  entre les deux méplats.
- Un substrat de silicium de type N situé dans le plan (100) est identifiable par un angle de  $180^\circ$  entre les deux méplats.
- Un substrat de silicium de type P situé dans le plan (111) est identifiable par l'absence du méplat secondaire.
- Un substrat de silicium de type N situé dans le plan (111) est identifiable par un angle de  $45^\circ$  entre les deux méplats.

Ces configurations sont schématisées sur la figure 4.1.

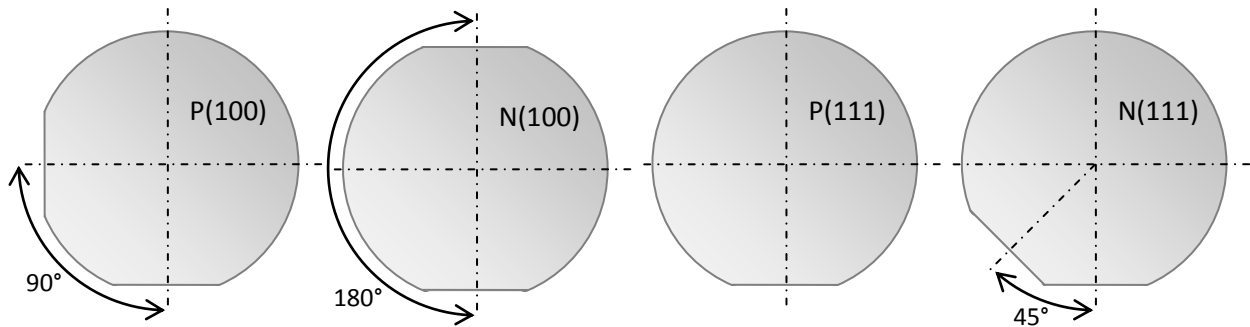


Figure 4.1 : Position des méplats suivant le type de substrat.

En ce qui concerne les couches déposées, l'or a été privilégié du fait qu'il est également un matériau très courant dans le domaine de l'électronique. Il est facile à déposer mais nécessite tout de même l'emploi d'une couche d'accroche. Pour la réalisation de nos échantillons, nous avons choisi d'utiliser 20 nm de chrome pour garantir une bonne adhésion entre la couche et le substrat. L'or bénéficiant de son inaltérabilité et de sa bonne conductivité, celui-ci est souvent employé pour assurer les interconnexions.

La structure ainsi constituée, couche d'or sur substrat de silicium, se trouve en dessous de la limite  $V_T' = V_T/\sqrt{2}$  et respecte donc les conditions « loading » vues au chapitre 3. Les pentes des courbes de dispersion obtenues seront donc négatives. L'épaisseur des différentes couches d'or déposées ne dépassant pas 2  $\mu\text{m}$  et la gamme de fréquence utilisée allant jusqu'à 45 MHz, un seul mode de Rayleigh pourra se propager à la surface de la structure.

#### 4.1.2 L'anisotropie du silicium

Le silicium est un matériau anisotrope. Autrement dit, selon le plan dans lequel est situé le substrat et selon la direction cristallographique considérée, les valeurs numériques des paramètres élastiques seront différentes. Notons cependant que son facteur d'anisotropie  $A$ , exprimé dans la relation (4.1) est faible comparé à d'autres matériaux [1].

$$A = (2C_{44})/(C_{11} - C_{12}) = 1,56 \quad (4.1)$$

Sachant que la propagation des ondes ultrasonores dépend directement des propriétés élastiques du milieu considéré et que dans une direction de propagation donnée, le matériau peut s'apparenter à un matériau isotrope [2], nous pouvons nous poser la question suivante : pour une direction donnée, quelles sont les vitesses des ondes ultrasonores susceptibles de se propager dans le silicium ? Cette question fait l'objet de l'étude suivante.



La propagation des ondes élastiques dans les milieux homogènes et anisotropes est régie par l'équation de Christoffel. Sa résolution donne accès aux vitesses et directions de polarisation des ondes pouvant se propager dans une direction donnée. Ces ondes sont caractérisées par leur direction de propagation  $\vec{n}$ , leur nombre d'onde  $k$ , et leur vecteur de polarisation  $\vec{P}$ . Le système d'équation de Christoffel est défini par [3-6] :

$$\Gamma_{il}u_l - \rho V_x^2 u_i = 0 \quad \text{avec} \quad \Gamma_{il} = C_{ijkl}n_j n_k \quad (4.2)$$

avec  $\Gamma_{il}$  le tenseur de Christoffel,  $\rho$  la masse volumique du milieu considéré,  $V_x$  la vitesse de phase d'une onde pouvant s'y propager,  $u_l$  et  $u_i$  les composantes respectives  $l$  et  $i$  du déplacement des particules. Notons qu'en raison des propriétés de symétrie du tenseur des rigidités élastiques, le tenseur de Christoffel est un tenseur de rang 2 symétrique.

Pour une direction de propagation donnée, les vitesses de phase recherchées sont les racines de l'équation suivante [3] :

$$|\Gamma_{il} - \rho V_x^2 \delta_{il}| = 0 \quad \text{avec} \quad \delta_{il} = \begin{cases} 0 & \Leftarrow i \neq l \\ 1 & \Leftarrow i = l \end{cases} \quad (4.3)$$

où  $\delta_{il}$  est le tenseur unité appelé symbole de Kronecker.

Dans le cas général d'un milieu anisotrope, la résolution de cette équation fait apparaître trois ondes planes de vitesses de propagation différentes et de directions de polarisation perpendiculaires entre-elles. L'une de ces trois ondes a sa direction de polarisation proche de  $\vec{n}$  : c'est l'onde quasi-longitudinale. Les deux autres sont des ondes dites quasi-transversales. Par rapport au plan de propagation considéré, l'une est dite horizontale, tandis que l'autre est dite verticale [3,5].

En conséquence, le cristal est caractérisé par une surface composée de trois nappes. Cette dernière, appelée surface des lenteurs, présente l'intérêt de fournir la vitesse de phase de chacune des trois ondes se propageant dans le milieu anisotrope mais aussi la direction du transport de l'énergie car la vitesse de l'énergie est en tout point normal à cette surface [3,4].

A l'aide d'une matrice de changement de base, la résolution de l'équation de Christoffel peut être effectuée pour les trois principales familles de plans du silicium, à savoir {100}, {110} et {111}. Les surfaces des lenteurs les caractérisant peuvent ensuite en être déduites.

Prenons pour exemple le plan (111) du silicium et notons  $\mathcal{R}_1$ , le repère principal d'anisotropie de ce matériau.  $\mathcal{R}_1$  est orthonormé et les axes, représentés à la figure 4.2, sont définis comme suit :  $X_1$ ,  $Y_1$  et  $Z_1$  sont respectivement suivant les directions [100], [010] et [001].

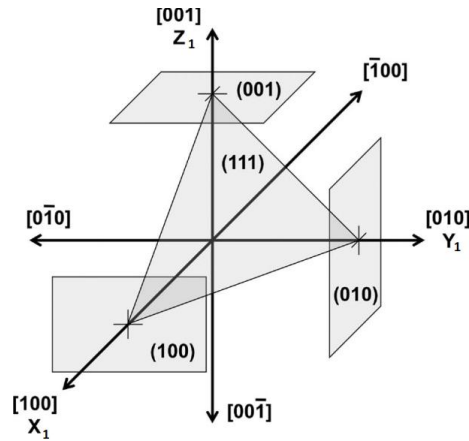


Figure 4.2 : Principaux plans du silicium monocristallin. Le repère principal d'anisotropie du silicium est défini par les axes  $X_1$ ,  $Y_1$  et  $Z_1$  [7].

Comme évoqué au chapitre 3, la relation générale entre les contraintes et les déformations dans  $\mathcal{R}_1$  s'exprime par son tenseur des rigidités élastiques d'ordre quatre. Pour un milieu à symétrie cubique, tel le silicium, en utilisant les symétries des tenseurs et la convention suivante de contraction des indices  $(ij) \rightarrow \gamma$  ;  $(kl) \rightarrow \delta$  :

$$(11) \rightarrow 1 ; (22) \rightarrow 2 ; (33) \rightarrow 3 ; (23) = (32) \rightarrow 4 ; (13) = (31) \rightarrow 5 ; (12) = (21) \rightarrow 6$$

ce dernier s'exprime comme suit :

$$(C_{ijkl}) = (C_{\gamma\delta}) = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix} \quad \text{où } C_{44} = C_{55} = C_{66} \quad (4.4)$$

Les valeurs numériques rencontrées dans la littérature des coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  du silicium sont répertoriées dans le tableau 4.1 [7,8].

$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$
165,7 GPa	63,9 GPa	79,56 GPa

Tableau 4.1 : Valeurs numériques des constantes de rigidité du silicium [7,8].

Notons  $C'_{\gamma\delta}$ , les coefficients de rigidité dans un repère orthonormé quelconque  $\mathcal{R}_q$ . Ces derniers sont respectivement exprimés par le tenseur  $(C'_{\gamma\delta})$  défini par un simple changement de repère [3,4,6,9]. Le repère  $\mathcal{R}_q$  est relié au repère  $\mathcal{R}_1$  par une matrice de changement de base notée  $(A_{q1})$  [6,9] :

$$\mathcal{R}_q = (A_{q1}) \cdot \mathcal{R}_1 \quad \text{avec} \quad (A_{q1}) = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad (4.5)$$

Ainsi, les coefficients des tenseurs des rigidités élastiques s'expriment dans le repère quelconque  $\mathcal{R}_q$  à l'aide de la relation suivante [6,9] :

$$C'_{ijkl} = \sum_{mnpq} a_{im} \cdot a_{jn} \cdot a_{kp} \cdot a_{lq} \cdot C_{mnpq} \quad \text{avec } i, j, k, l, m, n, p, q = 1, 2, 3 \quad (4.6)$$

Prenons le repère  $\mathcal{R}_2$ , lié au plan (111) du silicium, tel que  $X_2$ ,  $Y_2$  et  $Z_2$  soient respectivement suivant les directions  $[11\bar{2}]$ ,  $[\bar{1}10]$  et  $[111]$ .

Dans ce plan, en appliquant la relation (4.6), le tenseur des rigidités (4.4) devient [6] :

$$(C'_{\gamma\delta}) = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & 0 & C'_{15} & 0 \\ C'_{12} & C'_{11} & C'_{13} & 0 & C'_{15} & 0 \\ C'_{13} & C'_{13} & C'_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{44} & 0 & C'_{15} \\ C'_{15} & C'_{15} & 0 & 0 & C'_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{15} & 0 & C'_{66} \end{pmatrix} \quad (4.7)$$

En utilisant ces nouvelles constantes, le système d'équation de Christoffel est résolu numériquement et permet d'aboutir à la section de la surface des lenteurs du silicium par le plan (111). Celle-ci est donnée à la figure 4.3.

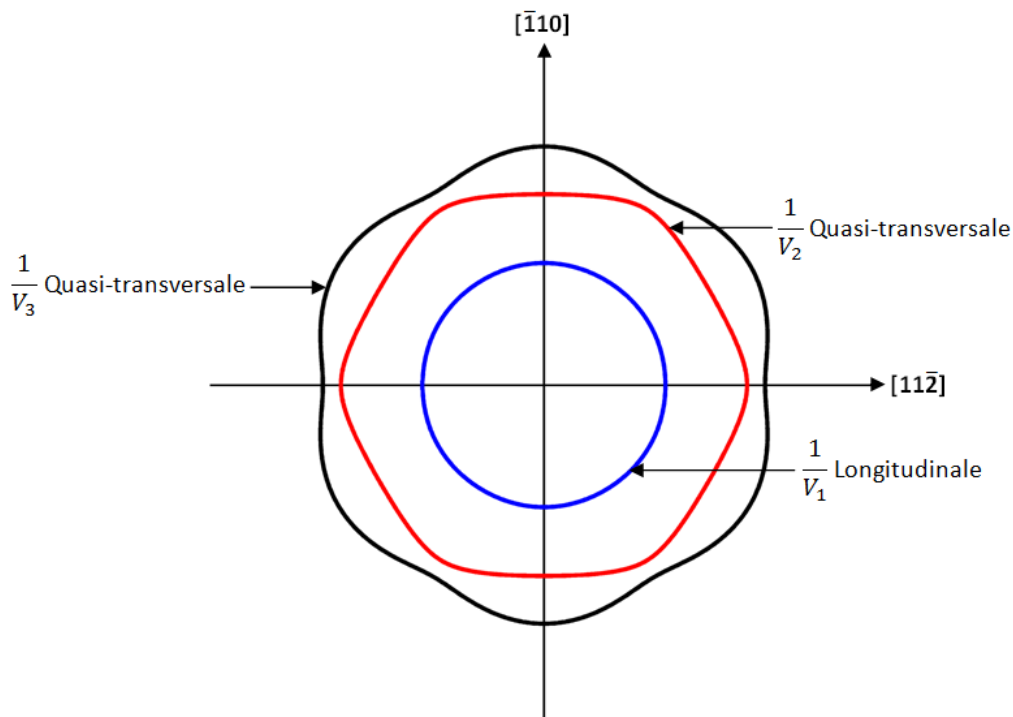


Figure 4.3 : Section de la surface des lenteurs du silicium par le plan (111).

Une résolution similaire permet d'obtenir la surface des lenteurs par rapport à d'autres plans de ce même matériau. Nous présentons aux figures 4.4 et 4.5 les plus couramment rencontrées, à savoir, les sections de la surface des lenteurs par les plans  $(1\bar{1}0)$  et  $(001)$  [3].

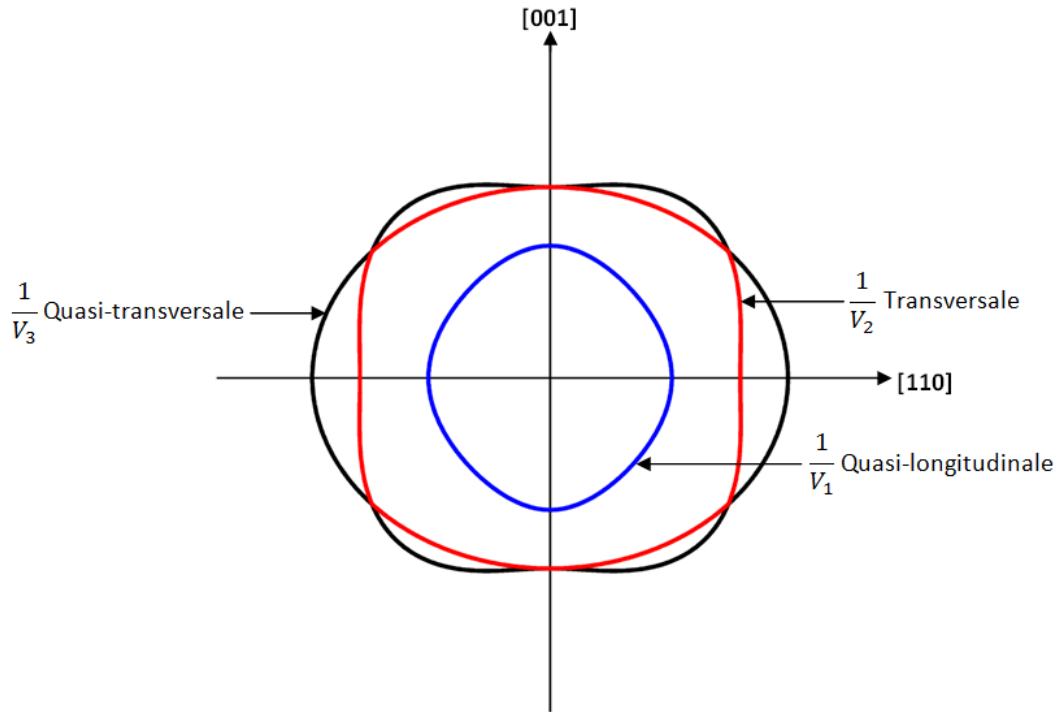


Figure 4.4 : Section de la surface des lenteurs du silicium par le plan  $(1\bar{1}0)$ .

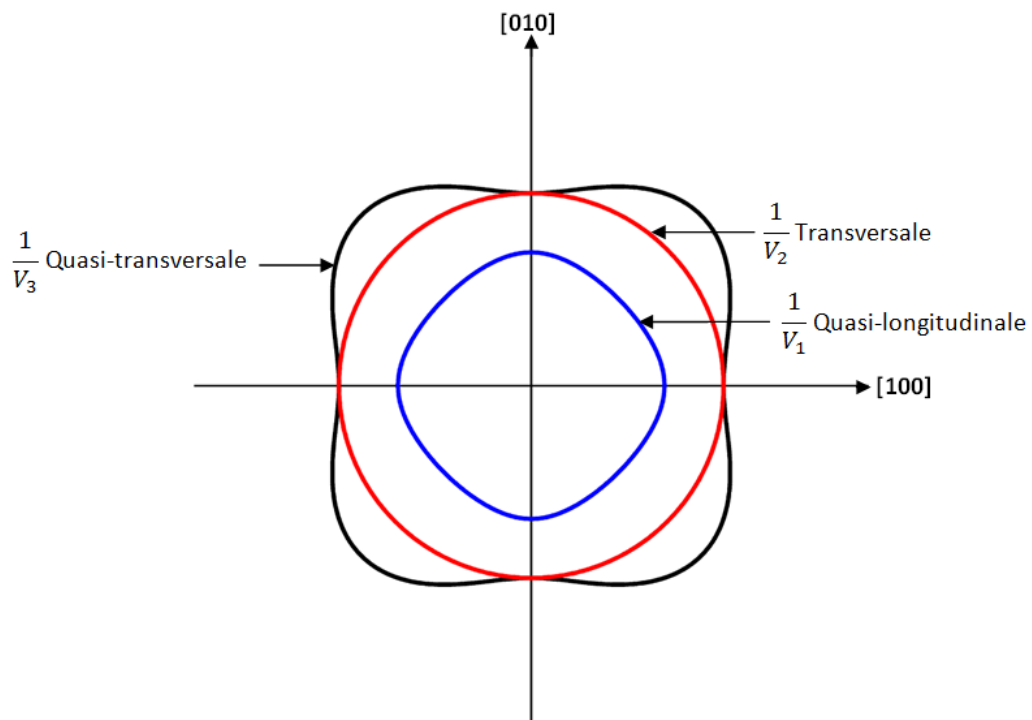


Figure 4.5 : Section de la surface des lenteurs du silicium par le plan  $(001)$ .

Pour ces mêmes raisons d'anisotropie du milieu, sur certains plans et dans des directions isolées, il existe une solution du type onde de Rayleigh dont la vitesse de phase est supérieure à celle de l'onde transversale lente [3,10]. Lorsque l'on s'écarte de ces directions isolées et lorsque la vitesse de propagation de l'onde de surface devient égale à celle de l'onde quasi-transversale de volume la plus lente, des pseudo-ondes de surface apparaissent. Ces ondes de fuite (*leaky waves*) proviennent d'un couplage entre l'onde de Rayleigh et l'onde quasi-transversale. Il y a alors transformation de l'onde de Rayleigh en onde transversale de volume le long du trajet de propagation. Cette dernière ne reste plus confinée près de la surface, elle « fuit » dans le volume en rayonnant de l'énergie vers le cœur du matériau. Son atténuation, dans la direction de propagation, est relativement faible. Pour exemple, la figure 4.6, illustre l'apparition des pseudo-ondes de surface dans la famille de plans {100} du silicium.

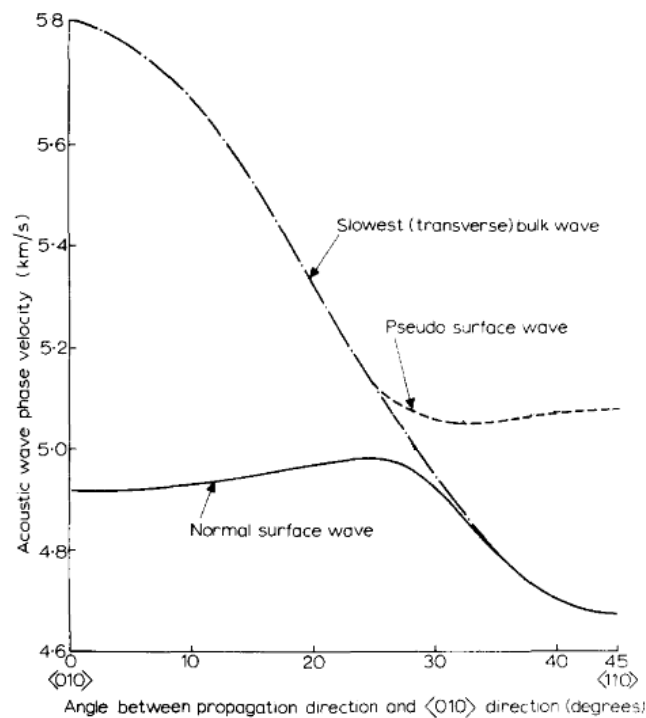


Figure 4.6 : Propagation des ondes de surface dans la famille de plans {100} du silicium cubique en fonction de la direction de propagation [11].

Les vitesses des ondes de surface se propageant dans les matériaux à structure cubique ont ainsi fait l'objet de nombreuses publications [10-14]. Prenons pour exemple l'étude menée par H. COUFAL et al. dans la famille de plans {100} du silicium entre la direction de propagation  $\langle 110 \rangle$  (associée à l'angle  $0^\circ$ ) et la direction de propagation  $\langle 100 \rangle$  ( $45^\circ$ ) [12]. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 4.7. Il a été calculé qu'en dessous de  $17^\circ$  et qu'au dessus de  $73^\circ$ , la vitesse de propagation de l'onde de surface diminuait fortement. L'onde pénètre alors dans le matériau en se combinant avec l'onde transversale de volume la plus lente. Les calculs ont également montré que cette diminution

de vitesse était accompagnée d'une forte augmentation de la profondeur de pénétration des ondes de surface. Cette dernière a notamment été estimée à seulement une longueur d'onde à  $18^\circ$  tandis qu'elle a été évaluée à plus de dix longueurs d'onde à  $9^\circ$ . Il a ainsi été observé, qu'à la place des ondes de surface, un autre type d'ondes était présent entre  $0^\circ$ - $15^\circ$  et  $75^\circ$ - $90^\circ$ . Ces ondes, provenant du couplage entre l'onde de surface et l'onde transversale correspondent aux pseudo-ondes de Rayleigh. Leur vitesse de propagation est par ailleurs plus élevée que celle des ondes de surface. Remarquons tout de même que les directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  sont en fait des directions isolées où l'onde quasi-transversale n'est pas couplée au déplacement d'une onde de Rayleigh se propageant dans ces mêmes directions [3]. Dans ce cas, il y a propagation d'une onde de surface et non d'une pseudo-onde.

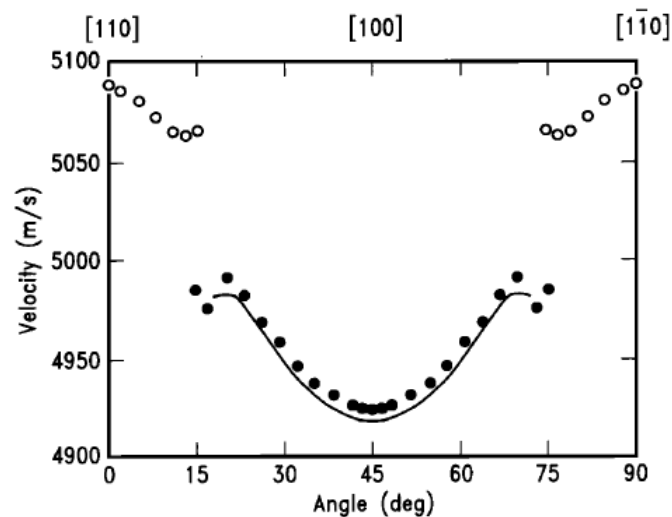


Figure 4.7 : Comparaison entre les vitesses de propagation des ondes de surface obtenues expérimentalement (ronds noirs) et analytiquement (trait plein) pour un substrat de silicium (001). Les ronds blancs correspondent aux valeurs expérimentales des pseudo-ondes de surface [12].

Des pseudo-ondes de surface existent également dans la famille de plans  $\{111\}$ . Remarquons que dans un tel plan, la vitesse de ces ondes est beaucoup plus élevée que celle des ondes de Rayleigh [11]. Les ondes de surface s'y propageant ont également été étudiées par H. COUFAL et al. pour différentes directions de propagation [12]. Comme le montre la figure 4.8, il a été établi qu'entre la direction  $\langle 110 \rangle$  et la direction  $\langle 210 \rangle$  la vitesse des ondes de surface augmentait. Ces dernières ont été mesurées à 4545 m/s dans la direction  $\langle 110 \rangle$  et à 4740 m/s dans la direction  $\langle 210 \rangle$ . De plus, la direction  $\langle 210 \rangle$  constitue un axe de symétrie pour la vitesse des ondes de surface évoluant entre la direction  $\langle 110 \rangle$  et la direction  $\langle 100 \rangle$ .

Notons que pour la famille de plans  $\{110\}$ , il n'existe pas de pseudo-onde de surface [11].

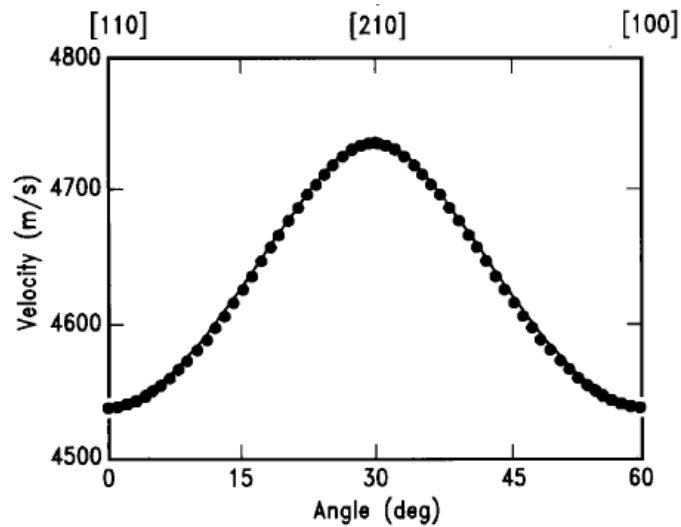


Figure 4.8 : Vitesses des ondes de surface se propageant sur un substrat de silicium (111). Les ronds noirs correspondent aux valeurs obtenues expérimentalement et le trait plein à celles obtenues analytiquement [12].

### 4.1.3 Méthode de dépôt utilisée

Les différents échantillons utilisés au cours de nos travaux ont été réalisés au sein de notre laboratoire par la technique d'évaporation sous vide vue au paragraphe 1.1. La machine utilisée est présentée à la figure 4.9.

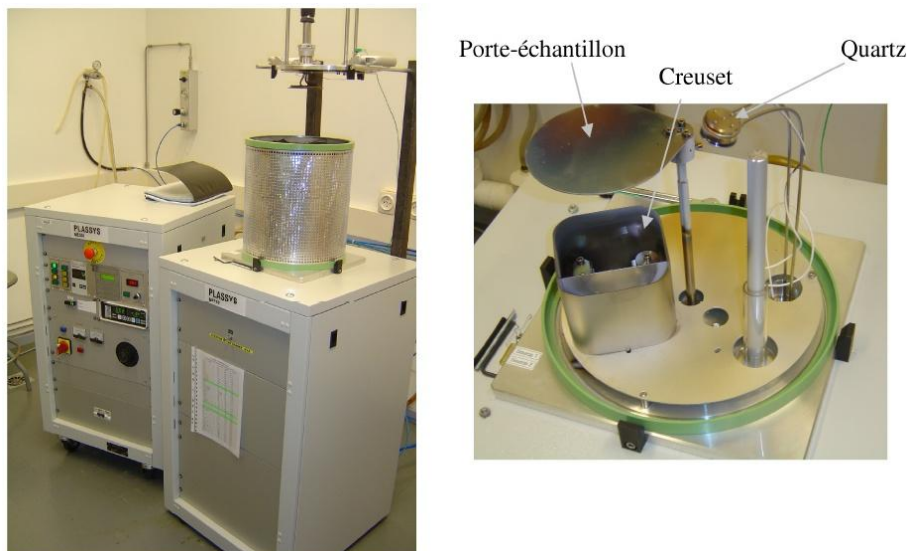


Figure 4.9 : Bâti d'évaporation.

Les dépôts sont réalisés sous un vide poussé, à une pression de  $6,8 \cdot 10^{-6}$  Torr<sup>3</sup>. Le creuset est chauffé jusqu'aux températures d'évaporation des matériaux à déposer par effet Joule avec des courants

<sup>3</sup> Le torr (ou millimètre de mercure) est une unité de mesure de la pression initialement définie comme la pression exercée à 0 °C par une colonne de 1 millimètre de mercure (1 bar  $\approx$  750 Torr).

pouvant atteindre 360 Å. La température du porte-substrat reste basse comparée à celle du creuset. Les vitesses de dépôts évoluent durant le processus et dépendent principalement de la température du creuset. Pour l'or, la vitesse de dépôt peut varier de 0,5 nm/s à 5 nm/s tandis que pour le chrome, elle se trouve entre 0,3 nm/s et 2 nm/s. L'épaisseur de la couche est estimée durant le processus de dépôt à l'aide d'un quartz, dont la fréquence de vibration évolue en fonction de la quantité de matière déposée sur lui. Une seconde mesure d'épaisseur peut être réalisée après le dépôt à l'aide d'un profilomètre à contact de haute précision.

#### 4.1.4 Présentation des échantillons réalisés

##### 4.1.4.1 Echantillon A

La figure 4.10 présente l'échantillon A. Celui-ci est composé d'un substrat de silicium orienté suivant le plan cristallographique (100) dont l'épaisseur et le diamètre sont respectivement de 1,60 cm et de 7,62 cm. Deux couches d'or d'environ 1 µm d'épaisseur y ont été déposées par évaporation. L'une, par l'intermédiaire d'une couche de chrome de 20 nm d'épaisseur adhère fortement au substrat tandis que l'autre y présente un niveau d'adhésion médiocre causé par l'absence de la couche d'accroche. Dans ce chapitre, seule la couche fortement adhérente sera étudiée. L'étude de la seconde se fera au chapitre 5 qui sera dédié aux défauts d'adhérence.

Par la suite, nous utiliserons les termes couche adhérente et couche non adhérente pour désigner respectivement les couches fortement adhérente et faiblement adhérente.



Figure 4.10 : Echantillon A - couches d'or de 1 µm d'épaisseur déposées sur un substrat de silicium. L'une est fortement adhérente au substrat, l'autre non.



#### 4.1.4.2 Echantillon B

L'échantillon B présenté à la figure 4.11 est composé d'un substrat de silicium (111) dont l'épaisseur et le diamètre sont respectivement de 2,00 cm et 7,62 cm. Une couche d'or d'épaisseur 730 nm y a été déposée par évaporation. Une adhésion quasi-parfaite entre les deux matériaux a été rendue possible par l'intermédiaire d'une couche d'accroche constituée de 20 nm de chrome. Sur cet échantillon, trois défauts localisés ont été réalisés au niveau de la couche d'or. L'un d'entre eux correspond à une absence de couche, tandis que les deux autres représentent une perte d'adhésion du film mince causé par le retrait de la couche d'accroche. Ces trois défauts, dont la position est donnée à la figure 4.11, ont pour forme géométrique des disques de diamètre  $\Phi = 4$  mm. Notons que contrairement au défaut représentant une absence localisée de couche, les deux défauts d'adhérence sont difficilement perceptibles à l'œil nu. Les 20 nm de chrome manquant n'influencent donc pas visuellement la surface de l'échantillon.

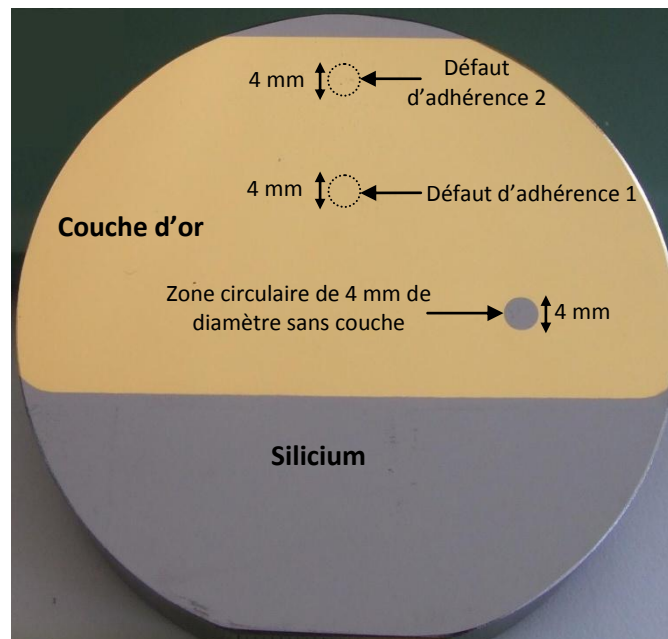


Figure 4.11 : Echantillon B - couche d'or de 730 nm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. L'échantillon présente une absence localisée de couche et deux défauts d'adhérence.

#### 4.1.4.3 Echantillon C

L'échantillon C schématisé à la figure 4.12 est composé d'un substrat de silicium (111) dont le diamètre et l'épaisseur sont respectivement de 2,00 cm et 7,62 cm. Une couche d'or de 2  $\mu$ m d'épaisseur y a été déposée par évaporation. Sur cette dernière, une aire dont la dimension est approximativement de 10 mm x 5 mm présente une réduction de l'épaisseur d'environ 100 nm. Cette surface comporte également quelques microfissures.

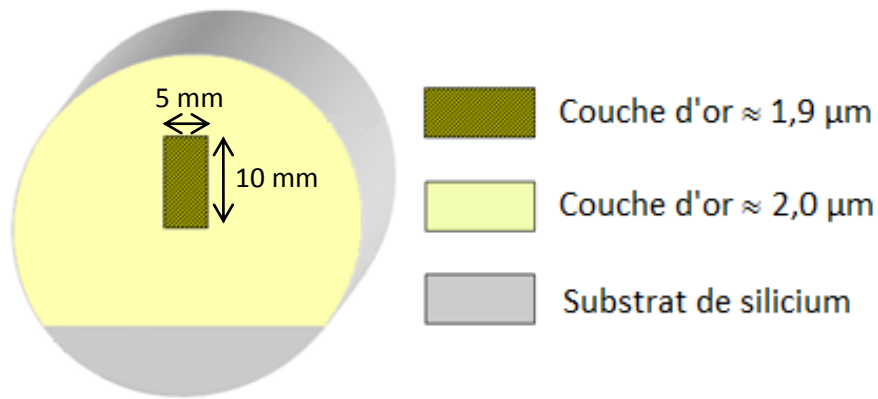


Figure 4.12 : Echantillon C - couche d'or de  $2 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. L'échantillon présente une réduction localisée d'épaisseur d'environ  $100 \text{ nm}$  sur laquelle sont présentes quelques microfissures.

## 4.2 Caractérisation d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium

La caractérisation d'une structure couche mince sur substrat où se propagent les ondes de surface se fait généralement en faisant correspondre les courbes de dispersion expérimentales aux courbes de dispersion théoriques via diverses méthodes d'inversion. Autrement dit, les caractéristiques de la structure étudiée sont déduites des caractéristiques du modèle théorique pris en compte. Les méthodes d'inversion ainsi mises en œuvre nécessitent en général la connaissance préalable de certains paramètres de la structure étudiée. La méthode du simplexe (également appelée méthode de Nelder-Mead) ou encore les réseaux de neurones sont couramment utilisés [15-18].

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium. Pour ce faire, nous appliquons la démarche abordée au paragraphe 3.2 en considérant les deux matériaux comme homogènes et isotropes. L'échantillon A est ici pris en compte et seule la couche non adhérente ne sera pas étudiée dans cette partie.

Dans un premier temps, l'onde de tête et l'onde de Rayleigh se propageant sur le substrat de silicium seront conjointement utilisées pour déterminer les paramètres élastiques de celui-ci. Il sera alors possible, en basse fréquence, de déterminer l'épaisseur de la couche d'or en faisant correspondre la courbe de dispersion expérimentale du premier mode de Rayleigh avec celle théorique [19]. La méthode du simplexe, que nous présenterons préalablement, sera utilisée pour l'inversion. Enfin, connaissant les paramètres élastiques du substrat et l'épaisseur de la couche déposée, la méthode du simplexe sera de nouveau employée pour déterminer les paramètres élastiques du film mince. Cette dernière étape fera appel à l'utilisation des plus hautes fréquences du spectre.

### 4.2.1 Méthode du simplexe

La méthode du simplexe définie par NELDER et MEAD en 1965, également appelée *downhill simplex method* [16], est largement utilisée et reconnue pour son efficacité dans la détermination de certains paramètres d'une structure du type couche mince sur substrat [17,18]. C'est une méthode d'optimisation globale, non linéaire, dont le but est de déterminer l'optimum d'une fonction objectif dans un espace à N dimensions. Elle utilise un simplexe qui est un polytope<sup>4</sup> de N+1 sommets dans un espace à N dimensions, et qui a donné son nom à la méthode. Par exemple, dans un espace à deux dimensions, un triangle est un simplexe à trois sommets. A chaque sommet correspond une valeur de la fonction objectif. Le but du simplexe de Nelder-Mead est d'améliorer constamment le plus mauvais sommet par différentes opérations géométriques réalisées dans un ordre bien défini. Ainsi, le simplexe initial va se déformer, se déplacer et se réduire progressivement jusqu'à ce que ses sommets se rapprochent d'un point où la fonction est localement minimale. On parle alors de réflexion, d'expansion, de contraction ou encore de rétrécissement du simplexe.

Cette méthode permet d'optimiser une fonction objectif quelconque dépendant d'autant de paramètres qu'il est nécessaire [20]. Elle permet donc une approche pas à pas de la solution recherchée en parcourant, si nécessaire, tout le domaine de variation des paramètres. Les grandes lignes de cette méthode, pour un espace à deux dimensions, sont décrites en annexe C.

### 4.2.2 Détermination des paramètres élastiques du substrat

Afin de déterminer les paramètres élastiques du substrat de silicium, ici considéré comme isotrope, les ondes de tête et de Rayleigh de ce matériau sont simultanément utilisées.

L'onde de tête, dénommée par *head wave* ou parfois désignée par *Surface Skimming Longitudinal Wave (SSLW)*, se propage à la surface de la structure à la vitesse de l'onde longitudinale du matériau considéré. Pour rappel du chapitre 2, cette onde est rayonnée dans le matériau pour des angles supérieurs à l'angle critique défini par :

$$\theta_c = \sin^{-1} \left( \frac{V_T}{V_L} \right) \quad (4.8)$$

où  $V_L$  et  $V_T$  sont respectivement les vitesses des ondes longitudinale et transversale se propageant dans le substrat.

La présence de cette dernière est donc limitée dans l'espace. L'onde de tête rayonne de l'énergie

---

<sup>4</sup> Un polytope est la généralisation à toutes dimensions de la notion de polygone pour deux dimensions et de polyèdre pour trois dimensions.

vers l'intérieur du matériau et son atténuation, en fonction de la distance de propagation, est beaucoup plus importante que celle de l'onde de Rayleigh.

Le dispositif expérimental utilisé est celui décrit au paragraphe 2.4.1. Le faisceau laser permettant la génération des ondes ultrasonores a été focalisé sur le substrat de silicium sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Les ondes de tête et de Rayleigh détectées à la surface de celui-ci sont présentées à la figure 4.13. Ces dernières se propagent selon la direction  $\langle 110 \rangle$ .

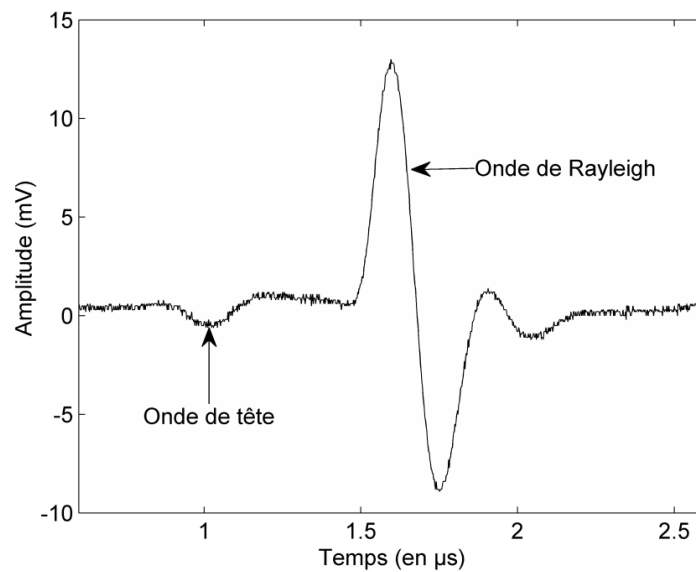


Figure 4.13 : Onde de tête et onde de Rayleigh se propageant sur le substrat de silicium selon la direction  $\langle 110 \rangle$ .

Pour déterminer la vitesse de propagation de l'onde de tête, nous réduisons la distance de propagation d'un pas  $\Delta d = 0,5$  mm entre chaque série de mesures. Douze signaux sont ainsi enregistrés. Dans le but d'améliorer le rapport signal sur bruit, chacun d'entre eux correspond à une moyenne de 32 tirs laser. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz. La vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh est quant à elle obtenue à partir de l'enregistrement de cinq signaux, lesquels correspondent à une moyenne de 16 tirs laser. Nous réduisons cette fois la distance de propagation d'un pas  $\Delta d = 5$  mm. La fréquence d'échantillonnage est inchangée.

Ainsi, les temps de vol des deux ondes détectées permettent de calculer, après avoir effectué une régression linéaire sur ceux-ci, les vitesses de propagation des ondes de Rayleigh et de tête. Après chaque déplacement de la source, dix mesures sont effectuées. Sur les figures 4.14 et 4.15 sont représentées les moyennes des temps de vol calculées et les erreurs de répétabilité associées. Ces dernières étant faibles dans le cas de l'onde de Rayleigh, celles-ci ne sont pas perceptibles sur la figure 4.15. Par ailleurs, notons que l'erreur sur le déplacement total effectué, lié à la table de

déplacement micrométrique, est de  $1 \mu\text{m}$ . Ceci introduit une incertitude relative sur la vitesse de propagation des ondes acoustiques de  $\pm 0,4 \%$ .

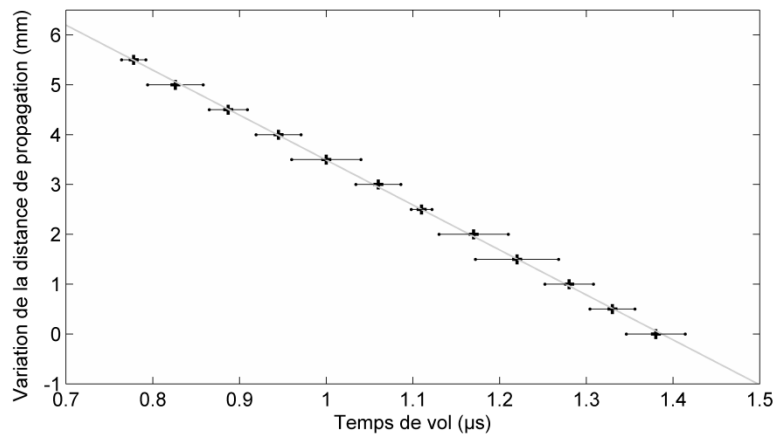


Figure 4.14 : Temps de vol de l'onde de tête pour différentes distances de propagation.

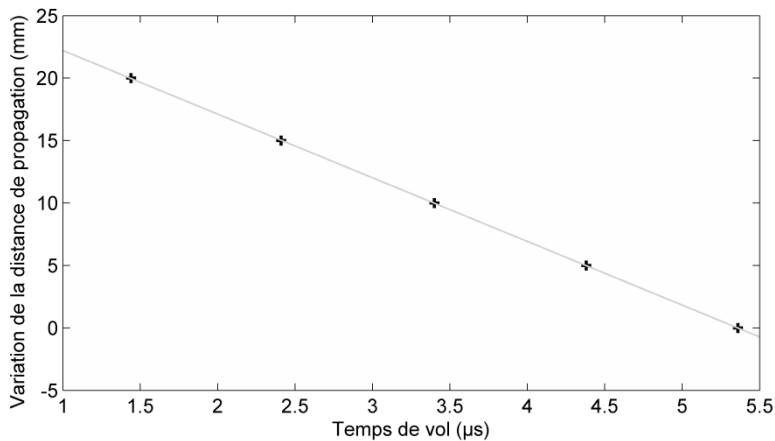


Figure 4.15 : Temps de vol de l'onde de Rayleigh pour différentes distances de propagation.

En tenant compte de l'ensemble des erreurs de mesure, nous calculons la vitesse de propagation de l'onde de tête avec une précision de  $\pm 4,0 \%$  et celle de l'onde de Rayleigh avec une précision de  $\pm 0,5 \%$ . Nous obtenons :

- pour la vitesse de propagation de l'onde de tête :  $V_L \approx 9044 \text{ m/s}$  et
- pour la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh :  $V_R \approx 5091 \text{ m/s}$ .

L'échantillon a ensuite été placé sur une table de rotation permettant ainsi de réaliser les mêmes essais suivant la direction  $\langle 100 \rangle$ .

Nous obtenons :

- pour la vitesse de propagation de l'onde de tête :  $V_L \approx 8323 \text{ m/s}$  et
- pour la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh :  $V_R \approx 4935 \text{ m/s}$ .

La résolution de l'équation de Rayleigh (3.8) nous permet de déduire la vitesse de l'onde transversale se propageant dans le silicium. Nous trouvons  $V_T \approx 5516$  m/s avec une incertitude de  $\pm 3,0$  %.

Sachant que dans la direction  $\langle 100 \rangle$ , les vitesses de propagation des ondes transversale et longitudinale s'expriment comme suit [3] :

$$V_L = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad (4.9)$$

$$V_T = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad (4.10)$$

les constantes élastiques  $C_{11}$  et  $C_{44}$  peuvent facilement en être déduites. En considérant la masse volumique du silicium égale à  $2330$  kg/m<sup>3</sup>, nous obtenons :

- $C_{11} \approx 161,41$  GPa et
- $C_{44} \approx 70,89$  GPa.

Le calcul de la constante  $C_{12}$ , se fait quant à elle à partir des mesures réalisées selon la direction  $\langle 110 \rangle$ . En effet, suivant cette direction nous avons [3] :

$$V_L = \sqrt{\frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2\rho}} \quad (4.11)$$

ce qui nous donne :

- $C_{12} \approx 69,58$  GPa.

Les écarts constatés par rapport aux valeurs de la littérature [7,8] sont de l'ordre de 2,56 % pour  $C_{11}$ , de 10,90 % pour  $C_{44}$  et de 8,89 % pour  $C_{12}$ . Ceux-ci sont en partie liés à l'incertitude résultant du calcul de la vitesse de l'onde de tête se propageant dans les deux directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , mais aussi à la non prise en compte de l'anisotropie du silicium pour le calcul des vitesses des différentes ondes ultrasonores pouvant s'y propager.

### 4.2.3 Détermination de l'épaisseur de la couche

En présence d'une couche mince, l'onde de Rayleigh devient dispersive. A titre d'exemple, la figure 4.16 représente cinq signaux détectés sur la structure couche d'or/silicium pour différentes distances de propagation. L'onde de surface se propage ici suivant la direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ . Dans cet exemple, la distance de propagation est réduite de  $\Delta d = 5$  mm entre chaque série de

mesures et chaque signal enregistré correspond à une moyenne de 16 tirs laser. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz.

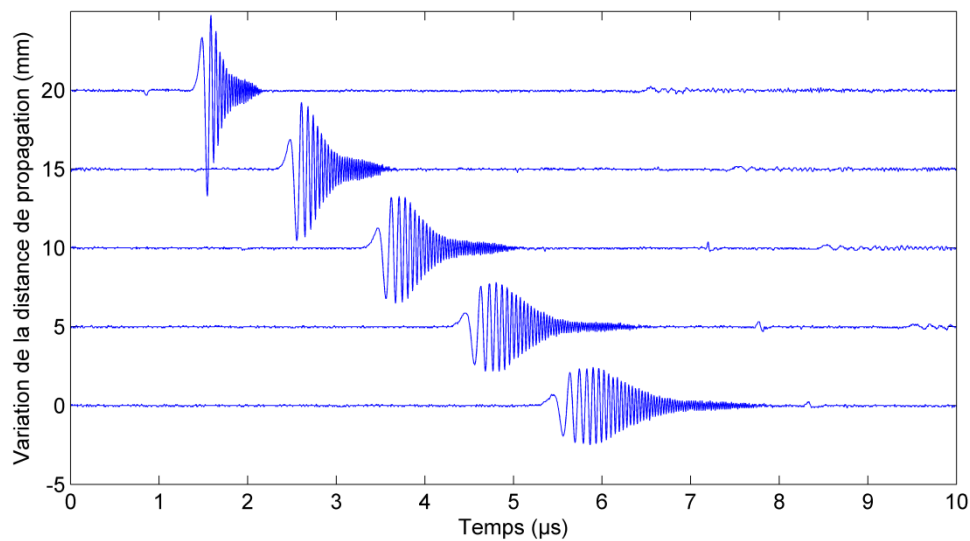


Figure 4.16 : Premier mode de Rayleigh détecté à la surface d'une structure couche d'or/substrat de silicium pour différentes distances de propagation. Les mesures ont été effectuées dans la direction <110>.

Le premier mode de Rayleigh est clairement observé sur la figure 4.16. La dispersion de celui-ci, provoquant l'étalement temporel des signaux, est aussi mise en évidence. Remarquons également que les composantes basse fréquence se propagent plus vite que les composantes haute fréquence, ce qui correspond effectivement aux courbes de dispersion du cas « loading » tracées au paragraphe 3.2.

Afin d'évaluer l'épaisseur du film mince, la courbe de dispersion caractéristique de la structure étudiée est en premier lieu obtenue à l'aide de la transformée de Fourier à deux dimensions (notée 2D-FFT) [15,21]. Cette méthode de traitement du signal, détaillée en annexe D, a été appliquée sur 500 signaux associés à l'onde de surface se propageant suivant la direction <110> de la structure. A chaque acquisition, la ligne source a été déplacée de 20 µm. La représentation graphique des résultats de la 2D-FFT ainsi obtenue est donnée à la figure 4.17 et permet d'en déduire directement la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh en vitesse de phase. Cette dernière, représentée sur la figure 4.18, est tracée en recherchant la vitesse de phase correspondant à la valeur maximale de l'amplitude pour chaque fréquence considérée.

Sachant que  $V_g = \frac{\partial \omega}{\partial k} = V_p + k \cdot \left( \frac{\partial V_p}{\partial k} \right)$ , la courbe de dispersion en vitesse de groupe, également représentée à la figure 4.18, peut éventuellement être calculée.

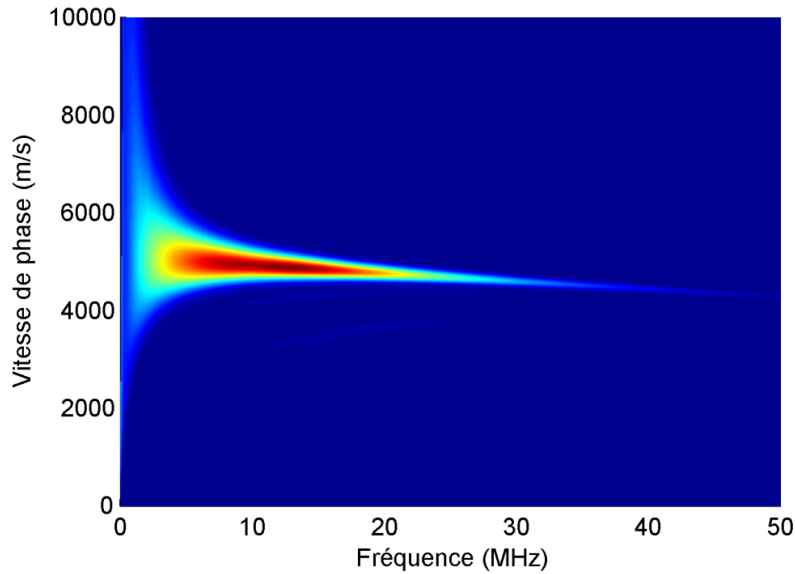


Figure 4.17 : Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée sur les 500 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction  $\langle 110 \rangle$  de la structure étudiée.

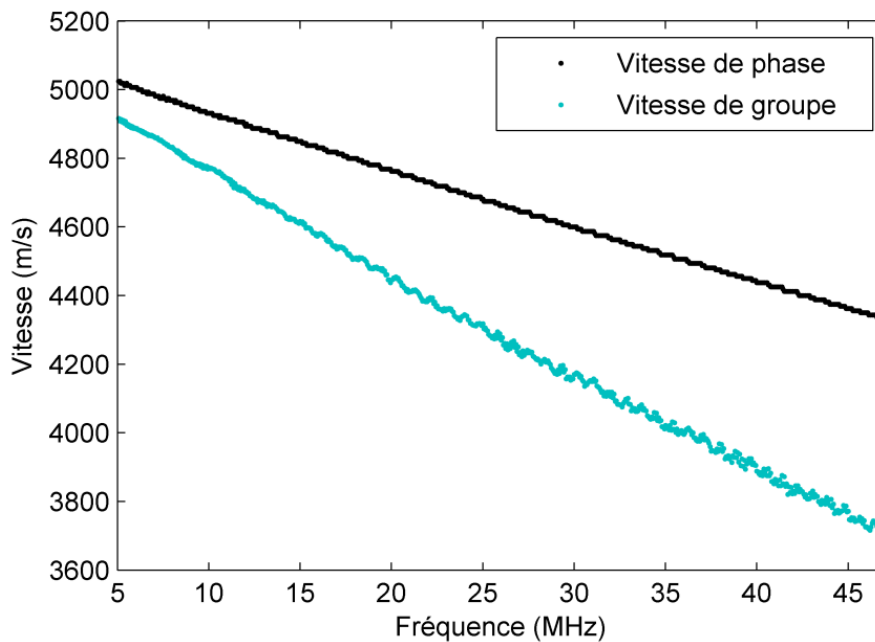


Figure 4.18 : Courbes de dispersion expérimentales en vitesses de phase et de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure étudiée.

A partir de ces courbes de dispersion, nous pouvons en déduire la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat de silicium seul. En effet, en l'absence de couche, l'onde de Rayleigh ne présente pas d'effet de dispersion et sa vitesse de propagation est donc indépendante de la fréquence. Cette dernière est obtenue à partir des résultats de la figure 4.18, à la fréquence nulle.



Nous trouvons ainsi  $V_R \approx 5094$  m/s avec une précision de  $\pm 0,5$  %, ce qui est en bon accord avec la vitesse de l'onde de Rayleigh obtenue précédemment où seul le substrat était considéré.

Connaissant les paramètres élastiques du substrat et ayant obtenu les courbes de dispersion expérimentales, nous cherchons, en second lieu, à faire correspondre celles-ci avec les courbes de dispersion théoriques afin d'en déduire l'épaisseur de la couche d'or. Pour ce faire, nous nous limitons ici à la gamme de fréquence se situant entre 5 MHz et 20 MHz. En effet, il a été constaté au chapitre 3, qu'au produit fréquence x épaisseur ici pris en compte, les paramètres élastiques du film mince pouvaient être considérés comme peu influents sur les vitesses de propagation du premier mode de Rayleigh. Autrement dit, une faible variation de ceux-ci n'entraînera pas de changement significatif sur les courbes de dispersion. Cependant, pour limiter les erreurs dans la détermination de l'épaisseur de la couche, ils nécessitent tout de même une bonne approximation. Ainsi, nous nous proposons d'utiliser les modèles de Voigt, de Reuss et de Hill qui permettent de déterminer les propriétés polycristallines du matériau considéré. Ces modèles ramènent un milieu hétérogène polycristallin à un milieu effectif homogène et isotrope [22,23]. L'hypothèse de Voigt suppose la continuité des déformations, c'est à dire que les grains du matériau s'emboitent parfaitement mais que des discontinuités de contraintes peuvent apparaître aux interfaces. Reuss suppose quant à lui la continuité des contraintes, c'est à dire que celles-ci sont uniformes à travers l'agrégat mais que les grains ne s'emboitent pas parfaitement. Enfin, une troisième hypothèse, théorie de Hill, permet de calculer les paramètres élastiques des agrégats des grains. Cette dernière montre que l'approximation de Voigt donne des valeurs plus élevées que celles obtenues expérimentalement et que l'approximation de Reuss donne à l'inverse des valeurs inférieures. Hill propose alors d'utiliser une simple moyenne arithmétique des quantités calculées dans le cas de Reuss et de Voigt pour la détermination des propriétés polycristallines du matériau.

Pour un système cubique, les modules élastiques de volume et de cisaillement de Voigt ( $K_V$  et  $G_V$ ) et de Reuss ( $K_R$  et  $G_R$ ) sont exprimés en fonction des constantes de rigidité  $C_{\gamma\delta}$  comme suit :

$$\begin{aligned} K_V &= \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} & \text{avec} & \quad B = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) & (4.12) \\ G_V &= \frac{2B + 3C_{44}}{5} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} K_R &= \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} & \text{avec} & \quad B = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) & (4.13) \\ G_R &= \frac{5B \cdot C_{44}}{2C_{44} + 3B} \end{aligned}$$

La théorie de Hill nous donne alors :

$$K_H = \frac{(K_V + K_R)}{2} \quad (4.14)$$

$$G_H = \frac{(G_V + G_R)}{2}$$

A partir de ces modules élastiques, nous pouvons en déduire les vitesses de propagation des ondes acoustiques du solide isotrope équivalent :

$$V_L = \sqrt{\frac{K_H + \frac{4}{3}G_H}{\rho}} \quad (4.15)$$

$$V_T = \sqrt{\frac{G_H}{\rho}}$$

Les constantes de rigidité de l'or sont données dans le tableau suivant [24,25] :

$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$
192,5 GPa	163 GPa	42,4 GPa

**Tableau 4.2 : Valeurs numériques des constantes de rigidité de l'or [24,25].**

En appliquant le modèle de Hill sur ces données nous calculons les vitesses de propagation des ondes longitudinale et transversale de l'or dont la densité a été prise égale à 19300 kg/m<sup>3</sup>. Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau 4.3. Les données de celui-ci sont utilisées pour le calcul des courbes de dispersion théoriques.

	Couche d'or	Substrat de silicium
Epaisseur	Variable	16 mm
Vitesse de l'onde longitudinale (m/s)	3298	9044
Vitesse de l'onde de Rayleigh (m/s)	1135	5094
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	19300	2330

**Tableau 4.3 : Paramètres utilisés pour le calcul des courbes de dispersion théoriques servant à la détermination de l'épaisseur de la couche étudiée.**

Ces dernières peuvent ainsi être tracées pour différentes épaisseurs de couche, jusqu'à correspondre avec les courbes de dispersion déterminées expérimentalement. Cette inversion se fait à l'aide de la méthode du simplexe. Dans notre cas, il a été choisi d'effectuer l'inversion sur la courbe de

dispersion obtenue en vitesse de phase, directement déterminée à partir de la 2D-FFT. Notons que cette inversion pourrait également être appliquée sur la courbe de dispersion en vitesse de groupe. Cependant, cette dernière étant calculée à partir de celle en vitesse de phase, des erreurs numériques pourraient se répercuter sur l'estimation de l'épaisseur du film mince. D'après la figure 4.19, celles-ci seraient d'autant plus importantes que les fréquences sont élevées.

Comme montré à la figure 4.19, la meilleure concordance entre les courbes de dispersion théorique et expérimentale est obtenue pour une épaisseur de 1,22  $\mu\text{m}$ .

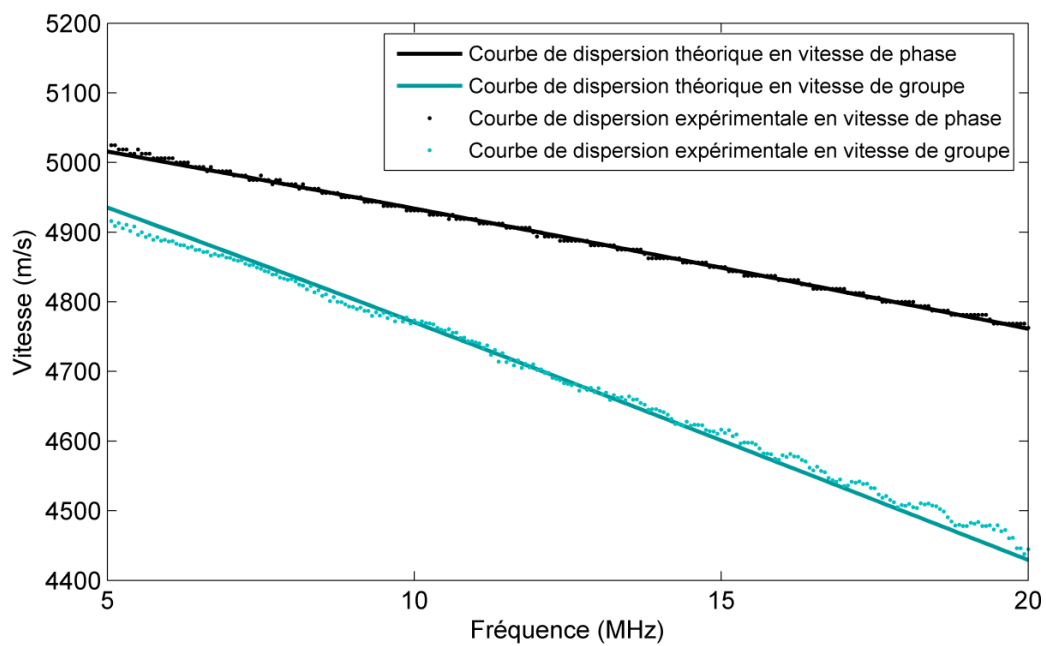


Figure 4.19 : Courbes de dispersion théoriques et expérimentales du premier mode de Rayleigh pour une couche d'or déposée sur un substrat de silicium.

Afin de conforter ce résultat, l'épaisseur de la couche d'or a été mesurée à plusieurs emplacements au moyen d'un profilomètre de haute précision. Une épaisseur moyenne de 0,92  $\mu\text{m}$  a été obtenue sur un total de 9 mesures. La figure 4.20 présente l'une d'entre elle. Nous observons une différence d'environ 25 % entre l'épaisseur moyenne ici mesurée et celle estimée précédemment par le biais des ultrasons-lasers. Toutefois, il faut noter qu'un écart maximum d'environ 0,44  $\mu\text{m}$  a été constaté entre les différentes mesures profilométriques réalisées. Le film mince n'est donc pas uniforme au niveau de l'épaisseur. De plus les deux méthodes ici mises en œuvre sont de natures différentes. La mesure profilométrique repose sur une mesure locale de l'épaisseur (effectuée sur les bords du dépôt), tandis que la méthode d'inversion correspond à des mesures effectuées sur toute une partie de l'échantillon (ici localisée au centre du dépôt).

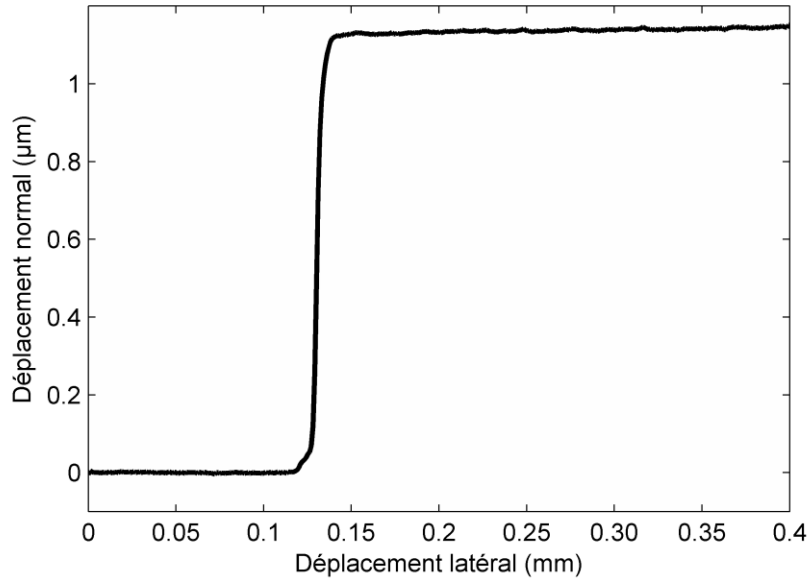


Figure 4.20 : Evaluation profilométrique de l'épaisseur de la couche d'or dont la valeur est ici de  $1,13 \mu\text{m}$ .

Comme le montre la figure 4.21, un écart important entre les courbes de dispersion théoriques et expérimentales est constaté en haute fréquence. Ceci peut être la conséquence d'une variation des paramètres élastiques de la couche d'or par rapport à ceux pris en compte jusqu'à présent. En effet, d'après les courbes théoriques du paragraphe 3.2, ces paramètres influent particulièrement sur la partie haute fréquence des courbes de dispersion. De ce fait, nous allons les estimer au paragraphe suivant.

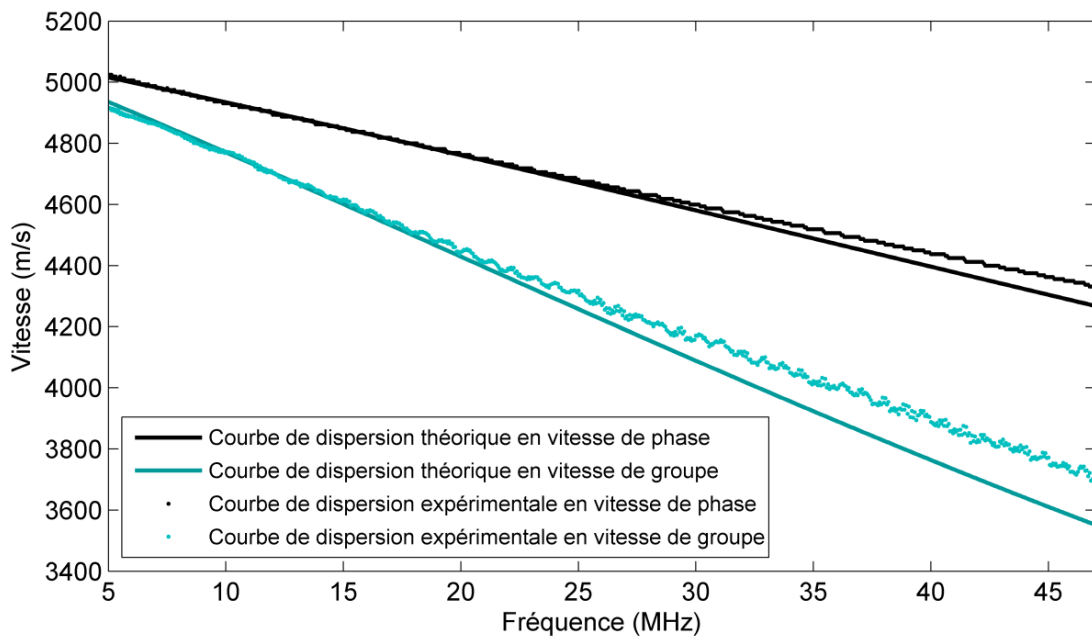


Figure 4.21 : Comparaison des courbes de dispersion théoriques avec celles expérimentales.

#### 4.2.4 Détermination des paramètres élastiques de la couche

La méthode du simplexe est maintenant utilisée sur les hautes fréquences du spectre où les paramètres élastiques de la couche d'or, ne pouvant plus être considérés comme non influents, sont déterminés. Afin de conserver la concordance entre les courbes de dispersion théorique et expérimentale, en basse fréquence, l'épaisseur de la couche mince est ici fixée à la valeur précédemment calculée. Notons que l'application du simplexe simultanément sur l'épaisseur de la couche d'or ainsi que sur ses paramètres élastiques n'est pas recommandée. En effet, l'influence de l'épaisseur du film mince sur les courbes de dispersion est bien plus importante que celle de ses paramètres élastiques. En conséquence, la convergence serait obtenue avec moins de précision sur ces derniers. De ce fait, les données du tableau 4.4, reprenant les résultats préalablement obtenus, sont utilisées pour calculer les courbes de dispersion théoriques qui sont tracées pour une gamme de fréquence comprise entre 25 MHz et 48 MHz.

	Couche d'or	Substrat de silicium
Epaisseur	1,22 $\mu\text{m}$	16 mm
Vitesse de l'onde longitudinale (m/s)	Variable	9044
Vitesse de l'onde de Rayleigh (m/s)	Variable	5094
Masse volumique ( $\text{kg/m}^3$ )	19300	2330

**Tableau 4.4 : Paramètres utilisés pour le calcul des courbes de dispersion théoriques servant à la détermination des paramètres élastiques de la couche d'or étudiée.**

De la même manière que précédemment, le programme ne cherche plus de solution lorsque la meilleure concordance entre les courbes de dispersion théorique et expérimentale est trouvée. Nous obtenons ainsi  $V'_L \approx 4283$  m/s et  $V'_T \approx 1466$  m/s, ce qui nous donne, en résolvant l'équation de Rayleigh définie en (3.8),  $V'_R \approx 1388$  m/s. Ces résultats sont représentés sur la figure 4.22.

Le module de Young et le coefficient de Poisson de la couche s'obtiennent en considérant cette dernière isotrope et en utilisant les relations (4.16) et (4.17). Nous obtenons  $E' \approx 119$  GPa et  $\nu' \approx 0,434$ .

$$E = \rho \cdot V_T^2 \cdot \left( \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \right) \quad (4.16)$$

$$\nu = \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)} \quad (4.17)$$

Ces résultats concordent avec la littérature. A. HAIM et al., ont en effet estimé le module de Young à

108 GPa pour une couche d'or d'épaisseur 1,23  $\mu\text{m}$  déposée sur un substrat de verre à l'aide d'une couche d'accroche de chrome d'épaisseur 17 nm [26]. Le module de Young de la couche mince ainsi obtenu diffère fortement de celui du matériau massif pris en compte jusqu'à présent et pourrait être à l'origine de la non correspondance, en haute fréquence, des courbes de dispersion théorique et expérimentale de la figure 4.21.

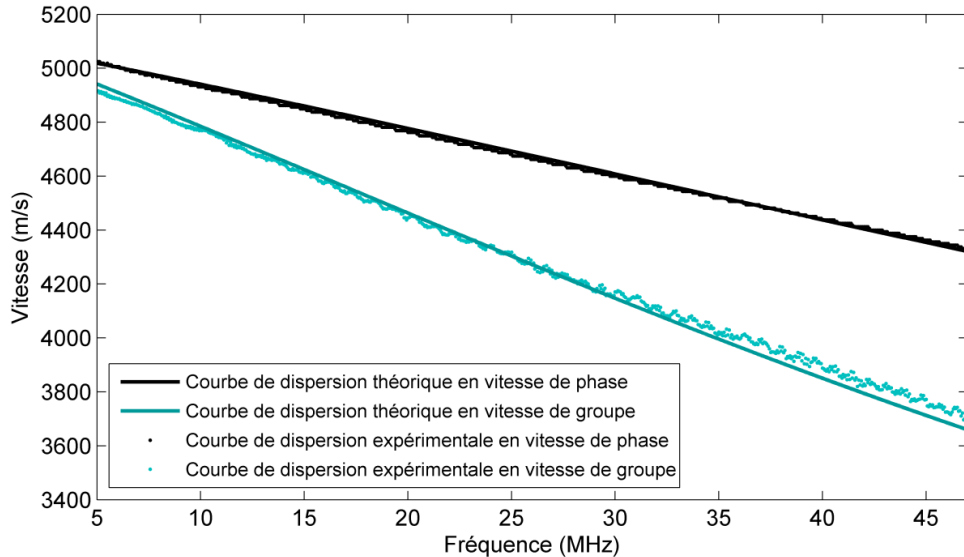


Figure 4.22 : Courbes de dispersion théoriques et expérimentales du premier mode de Rayleigh pour une couche d'or déposée sur un substrat de silicium.

Effectivement, en considérant les paramètres de la couche d'or déterminés précédemment à l'aide des modèles de Voigt, de Reuss et de Hill, nous calculons  $E' \approx 79$  GPa et  $\nu' \approx 0,424$ . Néanmoins, sur la figure 4.22, nous pouvons observer que les courbes de dispersion expérimentales présentent une courbure plus importante que celles théoriques. Cet effet est d'autant plus visible sur la courbe de dispersion en vitesse de groupe. L'écart en haute fréquence entre les courbes de dispersion théoriques et expérimentales ne peut donc pas s'expliquer entièrement par les variations des paramètres élastiques de la couche.

Il peut par exemple provenir du fait que la masse volumique prise en compte dans nos calculs est celle du matériau massif alors que cette dernière peut différer pour une couche mince [27]. Il faut également garder à l'esprit que les résultats obtenus pour les paramètres du film mince ont été déterminés par un modèle qui suppose l'épaisseur uniforme de ce dernier. Hors, les différentes mesures réalisées au profilomètre ont révélé que ce n'était pas le cas pour notre échantillon. En effet, rappelons qu'un écart maximum d'environ 0,44  $\mu\text{m}$  a été relevé entre les 9 mesures profilométriques précédemment réalisées. La détermination de l'épaisseur au moyen de l'inversion étant une méthode de mesure étendue et non locale, la détermination des paramètres élastiques de la couche d'or qui en découle peut donc en être altérée. Les mêmes constatations ont pu être faites

par A. NEUBRAND et al. sur des échantillons constitués d'un substrat de verre de silice sur lequel a été déposée soit une couche de nickel d'épaisseur 400 nm, soit une couche de fer d'épaisseur 510 nm [27]. Un écart en haute fréquence entre les courbes de dispersion théoriques et expérimentales a pareillement été observé dans le cas de couches d'épaisseur non constante.

L'uniformité de l'épaisseur d'une couche mince peut donc s'avérer être un paramètre important qui relève de la qualité de l'échantillon demandé. Nous savons que suivant l'épaisseur du dépôt, les modes de Rayleigh se propagent avec une vitesse plus ou moins importante dans la structure. Ainsi, les ondes de surface générées par une source laser permettent le contrôle de l'épaisseur de films minces. Dans la partie suivante, l'étude sera donc menée sur l'interaction du premier mode de Rayleigh avec une faible variation d'épaisseur. Sachant que la présence de microfissures peut également être recherchée, ces dernières seront aussi considérées.

### **4.3 Caractérisation de microfissures et détection simultanée d'une variation d'épaisseur**

Nous avons vu, au chapitre 3, que l'épaisseur du film mince jouait un rôle important sur les vitesses de phase et de groupe du premier mode de Rayleigh et venons de montrer qu'une variation de celle-ci induisait des erreurs sur la détermination des paramètres élastiques de la couche. De même, une épaisseur non constante peut être à l'origine d'un changement important des propriétés optiques ou encore de la conductivité électrique du matériau déposé. D'autre part, la mise en évidence de microfissures peut aussi être recherchée. De ce fait, nous allons nous intéresser à la mise en évidence d'une faible variation d'épaisseur ainsi qu'à celle de microfissures pouvant rendre la structure non conforme.

#### **4.3.1 Etude préliminaire : absence localisée de couche**

Peut-on détecter une absence localisée de couche par ultrasons-lasers ? Quels en sont les effets sur la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh ? Pour répondre à ces questions, nous nous proposons de réaliser une étude préliminaire sur une structure couche d'or/silicium présentant ce type de défaut. La cavité de forme circulaire de l'échantillon B est ici étudiée.

Nous utilisons le même dispositif expérimental que précédemment. Le faisceau laser a été focalisé sur l'échantillon B sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Les ondes de surface se propagent ici suivant la direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ .

Toujours dans l'objectif d'améliorer le rapport signal sur bruit, chaque signal enregistré, correspond à une moyenne de 16 tirs laser. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz.

Afin d'étudier le comportement du premier mode de Rayleigh avec l'absence localisée de couche, une cartographie, dont la configuration est illustrée à la figure 4.23, est réalisée. Celle-ci se fait en gardant la distance  $D$  entre la ligne source et le point de détection constante et en déplaçant l'échantillon par pas de 200  $\mu\text{m}$ . L'acquisition des signaux débute sur le substrat de silicium à la position  $Z = 0$  mm et se termine sur la structure couche d'or/silicium à la position  $Z = 31$  mm après avoir traversé la zone circulaire sans couche. Les résultats expérimentaux ainsi obtenus sont présentés à la figure 4.24.

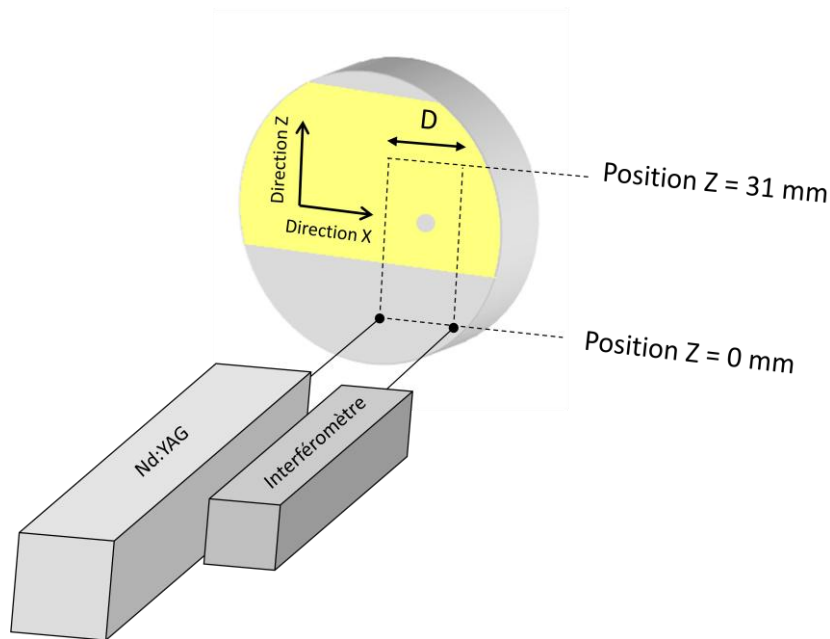


Figure 4.23 : Configuration permettant de cartographier l'échantillon B.

Sur cette figure, l'onde de Rayleigh (en noire), non dispersive, se propageant sur le substrat de silicium est distinctement observée, tout comme le premier mode de Rayleigh (en bleu) sur la structure couche/substrat. Nous pouvons également distinguer l'effet de la cavité circulaire (en rouge) sur la propagation du premier mode de Rayleigh entre les positions  $Z = 21$  mm et  $Z = 25,6$  mm. En effet, au niveau de cette zone, le premier mode de Rayleigh est détecté plus tôt et la loi de retard dépend de la dimension du défaut dans la direction de propagation (suivant X) mais aussi de la composante fréquentielle considérée, dû au phénomène de dispersion. La forme circulaire de l'absence localisée de couche est ainsi mise en évidence. Ceci se justifie par le fait que la propagation des ondes de surface est plus rapide dans le silicium que dans l'or. Ainsi, une onde de



surface se propageant sur une structure couche d'or/substrat de silicium et rencontrant une absence localisée de couche verra globalement sa vitesse de propagation augmenter.

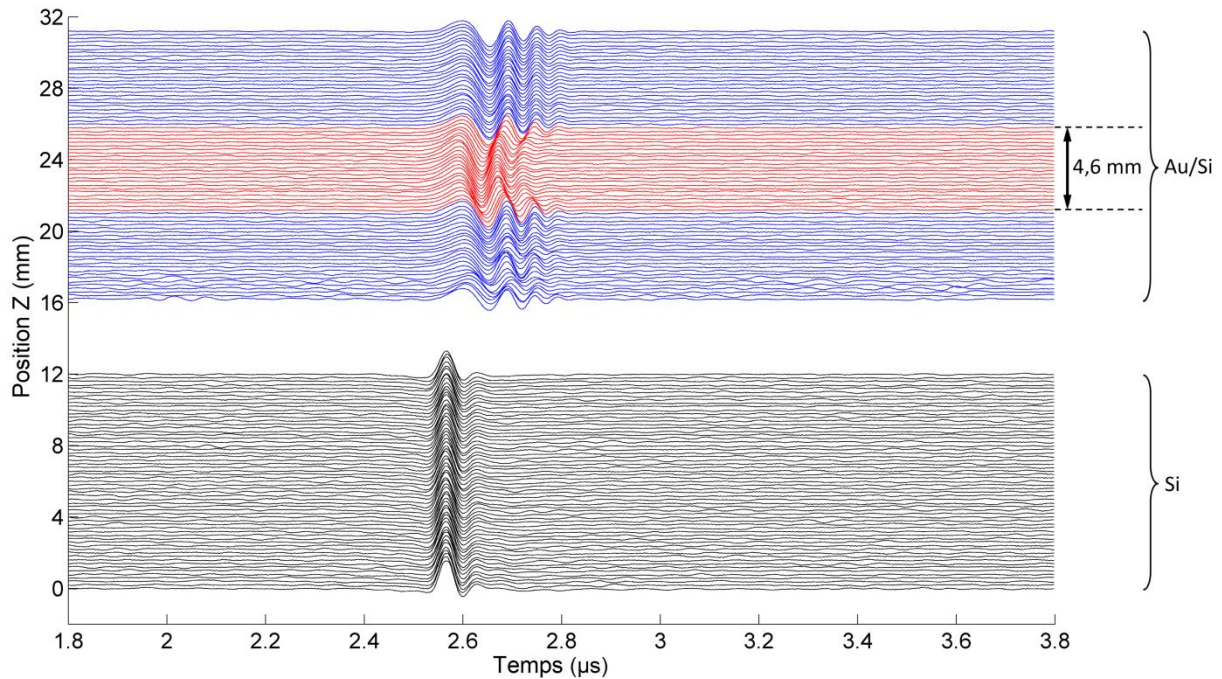


Figure 4.24 : Signaux obtenus pour différentes positions Z. Le pas en Z est de 200 µm.

Dans le but de confirmer ces résultats, l'effet sur la propagation du premier mode de Rayleigh en présence d'une absence localisée de couche (représentée par un disque de 4 mm de diamètre) a été simulé par éléments finis. Pour cette modélisation, un pas de 250 µm a été considéré. La symétrie du défaut a naturellement été prise en compte et neuf modélisations sont ainsi nécessaires. Les résultats présentés à la figure 4.25 sont en bon accord avec ceux obtenus expérimentalement. En effet, les mêmes effets que précédemment sont également observés sur cette simulation, à savoir que la loi de retard dépend de la dimension du défaut dans la direction de propagation mais aussi de la composante fréquentielle considérée. La géométrie circulaire du défaut est également retrouvée.

Remarquons que cette absence localisée de couche induit des effets similaires à ceux d'une lentille acoustique qui serait sélective en fréquence. Celle-ci pourrait notamment être utilisée dans le domaine du traitement du signal.

Le diamètre du disque représentant l'absence localisée de couche peut être évalué à partir de la figure 4.24. En effet, celui-ci, noté  $\Phi_Z$ , le long de la direction Z est directement obtenu en repérant le début et la fin des changements de vitesse de propagation du premier mode de Rayleigh. Nous trouvons  $\Phi_Z \approx 4,6$  mm.

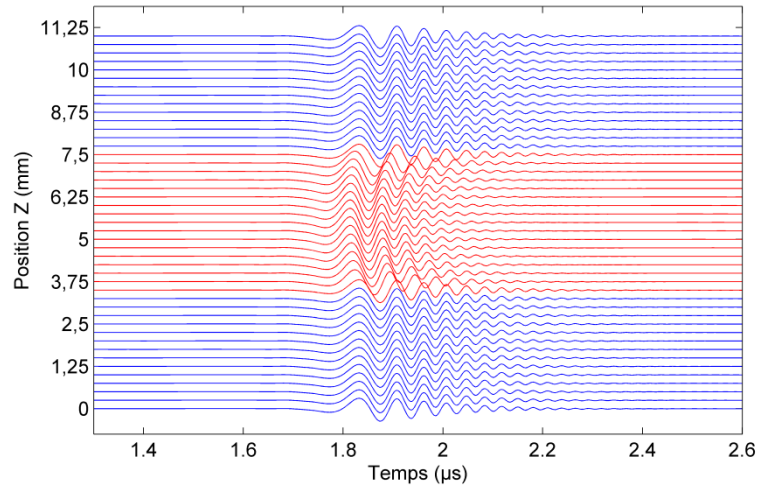


Figure 4.25 : Simulation par éléments finis de la propagation du premier mode de Rayleigh. Les effets de l'absence localisée de couche sont clairement observables sur les signaux représentés en rouge.

Pour déterminer le diamètre  $\Phi_X$  le long de la direction X, une analyse fréquentielle basée sur la transformée en ondelettes continue a été appliquée. Cette technique de traitement du signal est décrite en annexe E. L'ondelette mère utilisée est une des ondelettes de Morlet complexe dont l'équation est donnée par :

$$Morl(t) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \cdot \exp(-t^2) \cdot \exp(2i\pi t) \quad (4.18)$$

Cette ondelette est communément utilisée dans le traitement du signal. Les caractéristiques de cette dernière sont présentées à la figure 4.26.

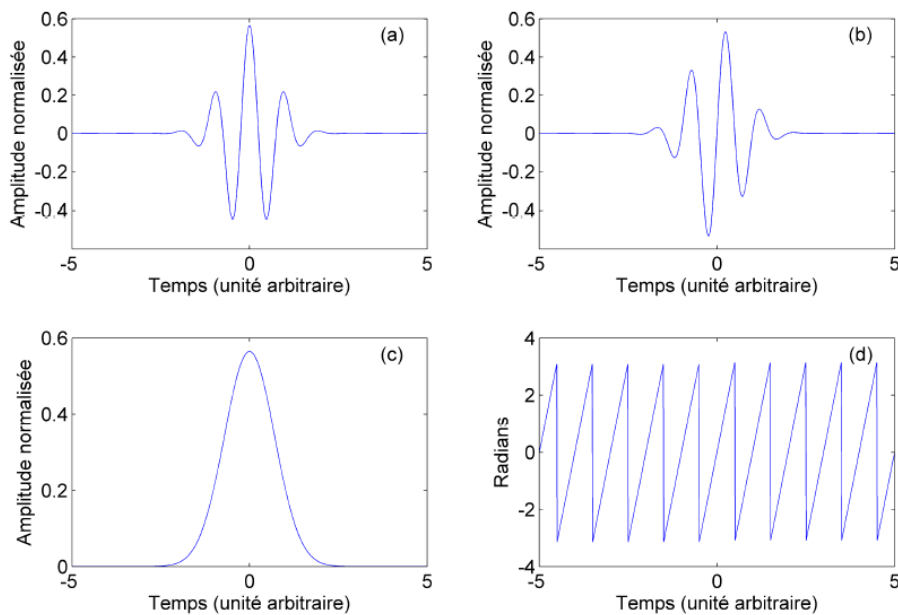


Figure 4.26 : Ondelette de Morlet complexe : (a) sa partie réelle, (b) sa partie imaginaire, (c) son module et (d) sa phase.

Un exemple de scalogramme associé au premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or/substrat de silicium est donné à la figure 4.27. Celui-ci est une représentation de la distribution de l'énergie dans le plan temps-fréquence. Le maximum de l'énergie est ici obtenu pour la composante fréquentielle  $f = 12,5$  MHz.

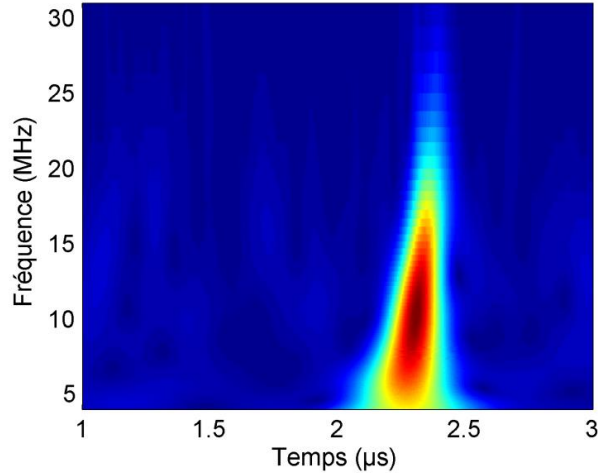


Figure 4.27 : Représentation temps-fréquence du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure or/silicium obtenue à partir de la transformée en ondelettes continue.

Ainsi, en utilisant le temps de vol  $t$ , correspondant à cette composante fréquentielle, du premier mode de Rayleigh détecté à la position  $Z$  associée au milieu de la zone circulaire, le diamètre  $\Phi_X$  peut être obtenu à partir de la relation suivante :

$$\Phi_X = \frac{(t \cdot V_{g,f}^{structure} - D) \cdot V_{g,f}^{substrat}}{V_{g,f}^{structure} - V_{g,f}^{substrat}} \quad (4.19)$$

où  $V_{g,f}^{substrat}$  est la vitesse de groupe de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat à une fréquence  $f$  donnée et  $V_{g,f}^{structure}$  est la vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant dans la structure couche mince/substrat pour une même fréquence  $f$ .

Afin de déterminer  $V_{g,f}^{substrat}$  et  $V_{g,f}^{structure}$  il est nécessaire de connaître la courbe de dispersion expérimentale en vitesse de groupe. Cette dernière est ici obtenue à partir de l'enregistrement de cinq signaux représentatifs de la propagation du premier mode de Rayleigh dans la structure couche d'or/substrat de silicium. Entre chaque signal enregistré, la distance de propagation a été réduite d'un pas  $\Delta d = 1$  mm. Pour chacun de ces signaux, une représentation temps-fréquence du premier mode de Rayleigh est obtenue par le biais de la transformée en ondelettes continue. Le procédé mis en œuvre pour la détermination de la courbe de dispersion en vitesse de groupe est résumé à la figure 4.28 et cette dernière est présentée à la figure 4.29.

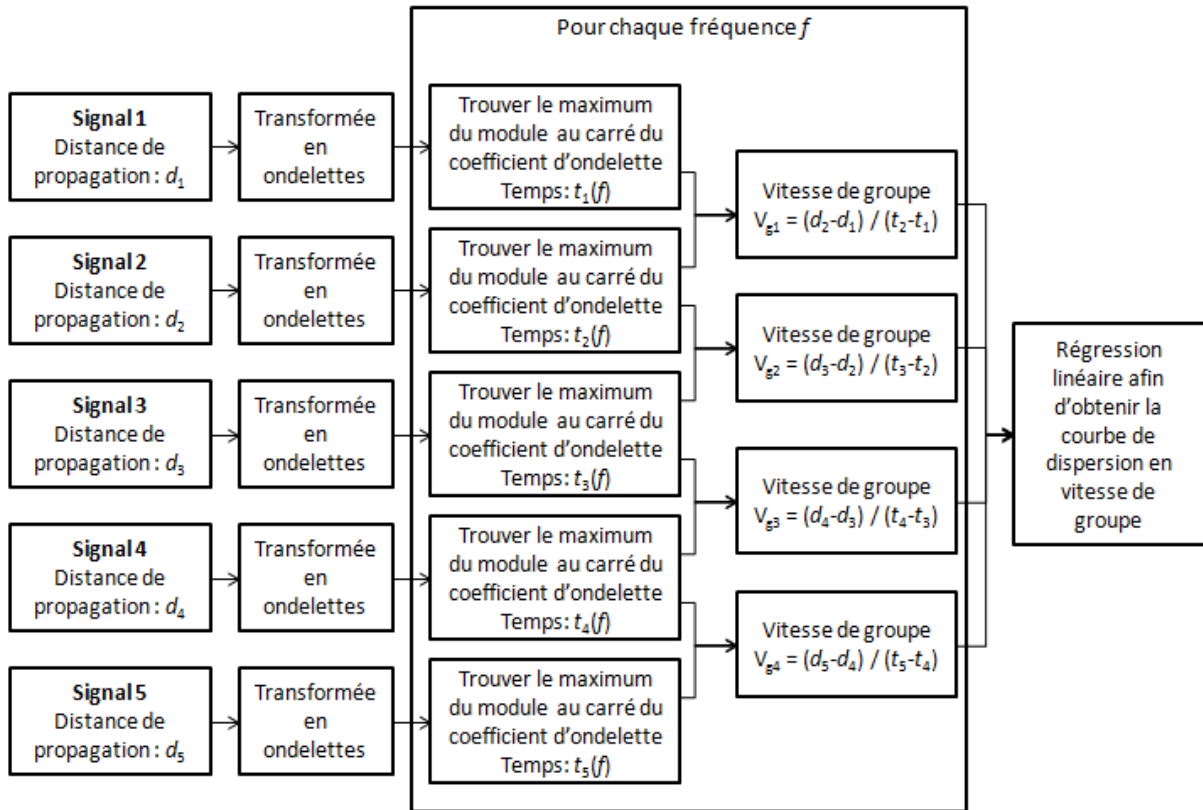


Figure 4.28 : Détermination de la courbe de dispersion en vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh à partir des signaux expérimentaux de la structure couche d'or/substrat de silicium.

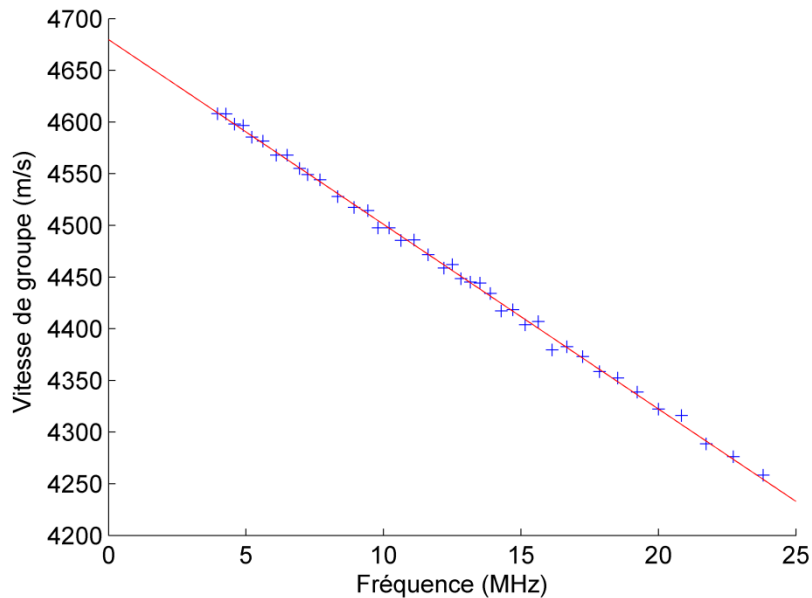


Figure 4.29 : Courbe de dispersion en vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh obtenue après avoir effectué une régression linéaire sur les valeurs expérimentales.

L'onde de surface se propageant sur le substrat de silicium étant non dispersive, sa vitesse, à laquelle commence la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh, ne dépend pas de la fréquence. De

ce fait,  $V_{g,f}^{substrat}$  est déterminée à la fréquence nulle. La vitesse  $V_{g,f}^{structure}$  est quant à elle déterminée à  $f = 12,5$  MHz, correspondant à la composante fréquentielle où le maximum de l'énergie du premier mode de Rayleigh a été observé. Nous trouvons  $V_{g,f}^{substrat} \approx 4680$  m/s et  $V_{g,f}^{structure} \approx 4461$  m/s avec une incertitude de  $\pm 0,5$  %.

La valeur  $\Phi_X$  ainsi calculée est d'environ 3,6 mm. Afin d'estimer le diamètre  $\Phi$  du disque correspondant à l'absence localisée de couche, nous calculons la moyenne des deux diamètres obtenus, à savoir  $\Phi_X$  et  $\Phi_Z$ . Nous obtenons  $\Phi = 4,1$  mm.

### 4.3.2 Caractérisation d'une variation d'épaisseur et détection simultanée de microfissures

Nous venons de montrer qu'il était possible de détecter une absence localisée de couche et en avons déduit que cette dernière avait des effets similaires à ceux d'une lentille acoustique qui serait sélective en fréquence. La détection de ce type de défaut « macroscopique » ayant été effectuée, nous nous intéressons, dans cette partie, à la mise en évidence de microfissures. L'uniformité de la couche pouvant également être un paramètre essentiel de l'échantillon, celle-ci sera étudiée simultanément. Précédemment, nous avons constaté que dans le cas d'une structure composée d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium, plus l'épaisseur du film mince était faible et plus la vitesse (de phase ou de groupe) du premier mode de Rayleigh s'y propageant était élevée (et inversement). Ce phénomène est d'autant plus visible que les fréquences sont élevées. En partant de ce raisonnement, une réduction de l'épaisseur de la couche à un endroit donné de l'échantillon devrait être détectée par une vitesse de propagation du premier mode de Rayleigh plus élevée. Cependant, est-il possible de détecter une faible variation d'épaisseur dans la gamme de fréquence considérée (200 kHz – 45 MHz) ? Peut-on distinguer les effets, sur la propagation du premier mode de Rayleigh, de la présence de microfissures de ceux liés à la variation d'épaisseur ? Dans le but de répondre expérimentalement à ces différentes questions, l'échantillon C comportant des microfissures sur une aire où l'épaisseur a été réduite d'environ 100 nm est étudié dans cette partie.

Le dispositif expérimental est toujours identique au précédent. Les ondes de surface se propagent également selon la direction  $\langle 110 \rangle$  et une moyenne sur huit acquisitions a été réalisée pour chaque signal enregistré. La fréquence d'échantillonnage reste égale à 500 MHz. La configuration de la cartographie effectuée pour la caractérisation des différents défauts est schématisée à la figure 4.30. Cette dernière est réalisée en déplaçant l'échantillon par pas de 200  $\mu\text{m}$  à partir d'une position de référence  $Z = 0$  mm jusqu'à une position finale, ici  $Z = 25,2$  mm. La distance  $D$  entre les faisceaux

lasers permettant la génération et la détection des ondes de surface reste constante. Les signaux ainsi détectés sont représentés à la figure 4.31 où l'amplitude normalisée des déplacements est reliée à la chaleur des couleurs : les petites amplitudes sont représentées par les couleurs froides et les grandes amplitudes par les couleurs chaudes.

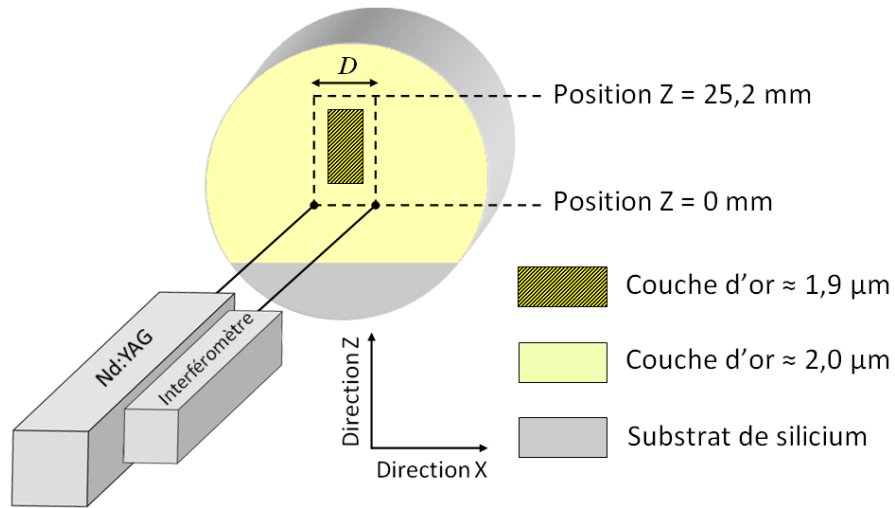


Figure 4.30 : Configuration permettant de cartographier l'échantillon C.

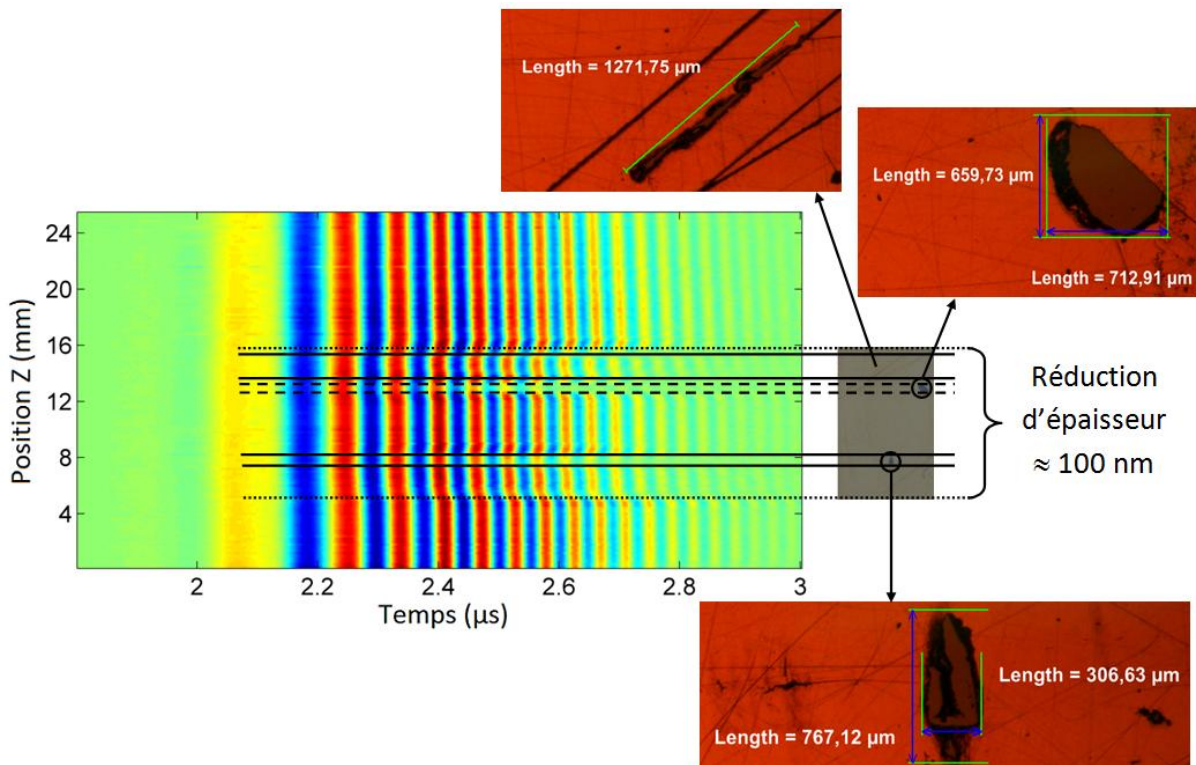
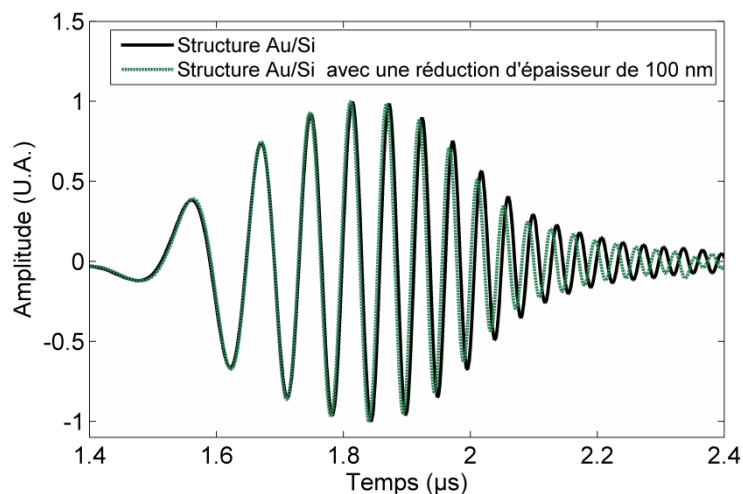


Figure 4.31 : Amplitude normalisée des déplacements associés au premier mode de Rayleigh en fonction du temps pour différentes positions Z. Le pas en Z est de 200 μm.



A partir de cette figure, nous pouvons notamment faire deux constatations. Premièrement entre les positions  $Z = 5,2$  mm et  $Z = 16,4$  mm, l'effet de la réduction d'épaisseur sur la propagation du premier mode de Rayleigh est mis en évidence. En effet, le long de cette zone, le premier mode de Rayleigh est détecté plus tôt et cet effet est d'autant plus visible que les fréquences sont élevées. Cette observation présente un bon accord avec les courbes de dispersion théoriques pour une telle structure.

Afin de confirmer ces résultats, le premier mode de Rayleigh se propageant sur un substrat de silicium recouvert d'une couche d'or de  $2\ \mu\text{m}$  d'épaisseur et présentant localement une réduction de  $100\ \text{nm}$  d'épaisseur a été simulé par éléments finis. Cette réduction d'épaisseur a été modélisée sur une distance de  $5\ \text{mm}$  et la longueur du chemin de propagation a été prise égale à  $7\ \text{mm}$ . La figure 4.32 montre les résultats de cette simulation qui coïncident avec le phénomène observé expérimentalement. Effectivement, les composantes haute fréquence du premier mode de Rayleigh sont détectées plus tôt. Cet effet est d'autant plus visible que les fréquences sont élevées.



**Figure 4.32 : Premier mode de Rayleigh détecté sur une structure Au/Si saine et sur une structure Au/Si présentant une réduction d'épaisseur uniforme de  $100\ \text{nm}$ . L'épaisseur de la couche d'or a été fixée à  $2\ \mu\text{m}$ .**

La seconde constatation que nous pouvons faire concerne la détection de microfissures, c'est-à-dire la détection de micro absences de couche. Les dimensions de ces dernières, présentées à la figure 4.31, ont été mesurées à l'aide d'un microscope optique. De même que dans le cas de la cavité circulaire étudiée précédemment, nous constatons qu'en présence de ces défauts, le premier mode de Rayleigh est détecté plus tôt et que le délai obtenu dépend de la taille de la microfissure dans la direction de propagation considérée mais aussi de la composante fréquentielle.

Nous confirmons également ce résultat à l'aide des éléments finis. La longueur du chemin de propagation est toujours de  $7\ \text{mm}$  et la largeur de la microfissure est de  $500\ \mu\text{m}$ . Cette modélisation,

dont le résultat est présenté à la figure 4.33, nous montre qu'en présence de ce type de défaut, le premier mode de Rayleigh est bien détecté plus tôt et que le délai obtenu dépend de la composante fréquentielle considérée.

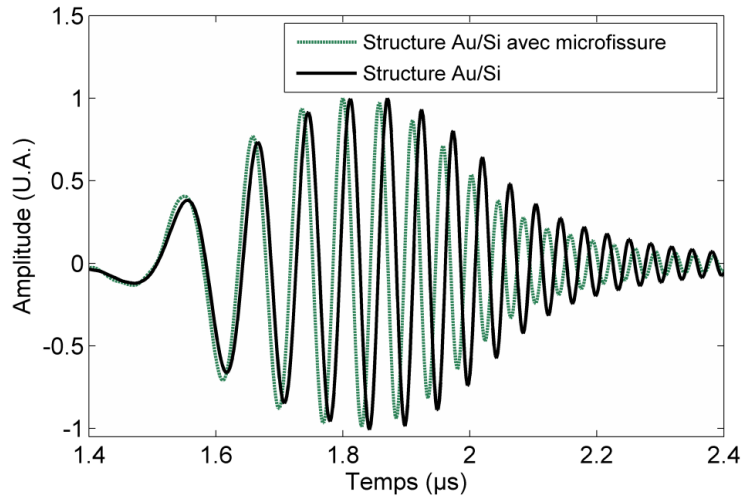


Figure 4.33 : Premier mode de Rayleigh détecté sur une structure Au/Si saine et sur une structure Au/Si présentant une microfissure de 500 µm. L'épaisseur de la couche d'or a été fixée à 2 µm.

## Conclusion

La caractérisation par ultrasons-lasers de structure du type couche mince sur substrat a été étudiée dans ce chapitre.

Dans un premier temps, les différents échantillons réalisés au cours de nos travaux ainsi que les matériaux les constituants ont été présentés. L'anisotropie du silicium a de ce fait été abordée et la méthode de dépôt utilisée au sein du laboratoire a également été décrite.

Dans un second temps, les paramètres élastiques d'un substrat de silicium ont été déterminés en utilisant conjointement l'onde de tête et l'onde de Rayleigh s'y propageant. Ceux de la couche d'or déposée ont ensuite été calculés à partir des modèles de Voigt, Reuss et Hill. Ceci nous a permis d'estimer l'épaisseur du film mince en faisant correspondre, en basse fréquence, les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh expérimentale et théorique par l'intermédiaire d'un procédé d'inversion. Ce dernier a par la suite été appliqué sur les plus hautes fréquences du spectre afin de remonter aux paramètres élastiques expérimentaux de la couche d'or. Un écart important a pu être constaté sur le module de Young du film mince par rapport à celui du matériau massif. Nous avons également observé que les courbes de dispersion expérimentales présentaient une courbure



plus importante que celles théoriques et avons mis en cause la non uniformité de l'épaisseur. Celle-ci constitue donc la principale limitation de notre méthode.

C'est pourquoi, dans un troisième temps, nous avons jugé important de pouvoir mettre en évidence une faible variation d'épaisseur. De plus, la détection de microfissures pouvant également être recherchée, celle-ci a été étudiée simultanément. De ce fait, nous avons tout d'abord analysé le comportement du premier mode de Rayleigh en présence d'une absence localisée de couche. Les résultats obtenus nous ont permis d'en déduire que cette dernière avait des effets similaires à ceux d'une lentille acoustique qui serait sélective en fréquence et qui pourrait avoir des applications dans le domaine du traitement du signal. En effet la loi de retard observée dépend de la dimension du défaut dans la direction de propagation mais aussi de la composante fréquentielle considérée. Cette étude préliminaire réalisée, l'effet sur le premier mode de Rayleigh de la présence simultanée d'une faible variation d'épaisseur et de microfissures a pu être étudié. Diverses simulations par éléments finis ont également été présentées afin de valider les différents résultats obtenus.

Outre les paramètres intrinsèques de la couche et du substrat, l'adhésion entre ces deux matériaux est une caractéristique importante garantissant la fiabilité de la structure. Ainsi, l'analyse de cette propriété, au moyen des ultrasons-lasers, sera abordée au chapitre suivant.

# Références bibliographiques du chapitre 4

- [1] D. ROYER et E. DIEULESAINT, « Rayleigh wave velocity and displacement in orthorhombic, tetragonal, hexagonal, and cubic crystals », J. Acoust. Soc. Am. 76 (5), 1984.
- [2] D. C. HURLEY, V. K. TEWARY, A. J. RICHARDS, « Thin-film elastic-property measurements with laser-ultrasonic SAW spectrometry, Thin Solid Films 398-399, pp. 326-330, 2001.
- [3] D. ROYER et E. DIEULESAINT, « Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée », Dunod, ISBN-10 : 2225834415, ISBN-13 : 978-2225834417, 1999.
- [4] B. A. AULD, « Acoustic Fields and Waves in Solids » Vol.1, Wiley-Interscience, New York, 1973.
- [5] M. A. PLOIX, « Etude de l'atténuation des ondes ultrasonores. Application au contrôle non destructif des soudures en acier inoxydable austénitique », Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2006.
- [6] G. M. CREAM, A. WAIN TAL, « Average Rayleigh-Wave Velocity of a Computer-Simulated Crystallographic Plane », J. Appl. Cryst., Vol.19, pp. 181-187, 1986.
- [7] M. A. HOPCROFT, W. D. NIX, T. W. KENNY, « What is the Young's Modulus of Silicon? », Journal of microelectromechanical systems, vol. 19, No. 2, pp 229-238, 2010.
- [8] J. J. WORTMAN et R. A. EVANS, « Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium », Journal of Applied Physics, vol. 36, N°1, 1965.
- [9] C. POILANE, « Caractérisation mécanique des matériaux en faible épaisseur par interférométrie numérique. Application aux essais de gonflement et de traction », Thèse de Doctorat, U.F.R. des Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté, chapitre 4, 1998.
- [10] T. C. LIM, G. W. FARNELL, « Character of Pseudo Surface Waves on Anisotropic Crystals », The Journal of the Acoustical Society of America, Vol. 45, N°4, 1969.
- [11] R. G. PRATT, T. C. LIM, « Acoustic surface waves on silicon », Appl. Phys. Lett., vol. 15, p. 403, 1969.

- [12] H. COUFAL, K. MEYER, R. K. GRYGIER, P. HESS, A. NEUBRAND « Precision measurement of the surface acoustic wave velocity on silicon single crystals using optical excitation and detection », *J. Acoust. Soc. Am.* 95 (2), 1994.
- [13] D. C. GAZIS, R. HERMAN, R. F. WALLIS, « Surface Elastic Waves in Cubic Crystals », *Physical Review*, Vol. 119, N°2, 1960.
- [14] L. GOLD, « Rayleigh Wave Propagation on Anisotropic (Cubic) Media », *Physical Review*, Vol. 104, N°6, 1956.
- [15] F. LEFEVRE, F. JENOT, M. OUAFTOUH, M. DUQUENNOY, P. POUSSOT, M. OURAK, « Laser ultrasonics and neural networks for the characterization of thin isotropic plates », *Review of Scientific Instruments*, Vol. 80, 2009.
- [16] J. A. NELDER et R. MEAD, « A simplex method for function minimization », *Comput. J.* Vol.7 p. 308, 1965.
- [17] T. T. WU, Y. H. LIU, « Inverse determinations of thickness and elastic properties of a bonding layer using laser-generated surface waves », *Ultrasonics*, Vol. 37, p. 23–30, 1999.
- [18] O. BEHREND, A. KULIK, G. GREMAUD, « Characterization of thin films using numerical inversion of the generalized Lamb wave dispersion relation », *Appl. Phys. Lett* Vol. 62 (22), 1993.
- [19] S. FOUREZ, F. JENOT, M. OUAFTOUH, M. DUQUENNOY, M. OURAK, « Non-contact thickness gauging of a thin film using surface waves and a void effect on their propagation », *Meas. Sci. Technol.* Vol. 23, 2012.
- [20] K. GERARD « Optimisation automatique des incidences des faisceaux par l’algorithme du simplexe et optimisation des contrôles qualité par la maîtrise statistique des processus (MSP) en radiothérapie conformationnelle par modulation d’intensité », Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2008.
- [21] X. ZHANG, T. JACKSON, E. LAFOND, « Noncontact determination of elastic moduli by two-dimensional Fourier transformation and laser ultrasonic technique », *Review of Scientific Instruments*, Vol. 76, 2005.
- [22] D. H. CHUNG et W. R. BUESSEM, « The Voigt-Reuss-Hill approximation and elastic moduli of polycrystalline MgO, CaF<sub>2</sub>, β-ZnS, ZnSe, and CdTe », *J. Appl. Phys*, Vol. 38, N°6, 1967.

[23] D. H. CHUNG et W. R. BUESSEM, « The Voigt-Reuss-Hill approximation and the elastic moduli of polycrystalline ZnO, TiO<sub>2</sub> and  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> », J. Appl. Phys, vol 39, n°6, 1968.

[24] J. R. NEIGHBOURS et G. A. ALERS, « Elastic constants of silver and gold », Physical Review, Vol. 111(3), p. 707-712, 1958.

[25] M. SONG, A. YONEDA, E. ITO, « Ultrasonic measurements of single-crystal gold under hydrostatic pressures up to 8 GPa in a Kawai-type multi-anvil apparatus », Chinese Science Bulletin, Vol. 52, N°12, pp. 1600-1606, 2007.

[26] A. HAIM, S. BAR-AD, A. AZOULAY, « Elastic characterization of Au thin films utilizing laser induced acoustic Rayleigh waves », Journal of Physics: Conference Series 278, 2011.

[27] A. NEUBRAND et P. HESS, « Laser generation and detection of surface acoustic waves: Elastic properties of surface layers », J. Appl. Phys., Vol.71 (1), 1992.



# Chapitre 5

## Etude de l'adhésion d'une structure du type couche mince sur substrat par ondes de surface

### Introduction

L'adhérence est un paramètre essentiel qui assure la fiabilité, la durée de vie ou encore la performance d'une structure du type couche mince sur substrat. En effet, si le film mince n'adhère pas au substrat, la fonctionnalité de la structure s'en trouve fortement réduite. Notamment en microélectronique, les propriétés électriques ou encore mécaniques souhaitées sont généralement assurées par le dépôt sur substrats de silicium de couches minces. La détection de la non adhésion de ces films micrométriques est donc un enjeu important qui sera étudié dans ce chapitre.

Ainsi, dans une première partie, nous présenterons au préalable les principales notions relatives à l'adhésion et nous mentionnerons les différents essais, aussi bien destructifs que non destructifs, servant à sa caractérisation.

Dans l'objectif de pouvoir déceler un plus ou moins bon niveau d'adhésion entre un film mince et son substrat, nous étudierons, dans une seconde partie, les effets d'une perte d'adhésion sur les courbes de dispersion théoriques. Pour ce faire, le modèle de sauts de déplacements sera introduit et appliqué.

Différents essais seront ensuite mis en œuvre dans une troisième partie afin de mettre en évidence la non adhésion d'une couche. Une méthode originale sera proposée permettant de distinguer clairement un fort niveau d'adhésion du film d'un faible. Des défauts d'adhérence localisés seront aussi détectés par l'augmentation de l'amplitude du premier mode de Rayleigh. Celle-ci sera obtenue par l'ablation d'une couche de marqueur déposée sur une partie adhérente ainsi que par le biais d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques.

## 5.1 Généralités sur l'adhésion

### 5.1.1 Quelques définitions

#### 5.1.1.1 Adhésion et adhérence

Souvent le terme adhérence est confondu avec le terme adhésion. Il est pourtant nécessaire de distinguer ces deux expressions. Classiquement, l'adhésion est définie comme l'ensemble des phénomènes chimiques, physiques ou physico-chimiques qui se produisent lorsque l'on met en contact intime deux matériaux. L'adhérence est quant à elle la force ou l'énergie nécessaire qu'il faut pour séparer deux matériaux réunis par une structure commune [1]. Cette grandeur se mesure généralement par des essais mécaniques. L'adhésion est donc un phénomène chimique, physique ou physico-chimique qui produit l'adhérence. Ce sont ainsi deux notions différentes mais complémentaires.

Notons que l'adhésion intervient dans de multiples domaines. Chacun d'entre eux a par ailleurs donné naissance à une théorie de l'adhésion qui lui est propre. Nous pouvons par exemple mentionner la théorie physique de l'adsorption, la théorie de la diffusion ou bien encore la théorie des couches de faible cohésion [2-5].

#### 5.1.1.2 Interface et interphase

La notion d'adhésion est intimement liée à la définition du concept d'interface. Cette interface représente la « surface » de séparation entre deux objets accolés ou entre deux phases distinctes en contact. Une interphase est une interface d'épaisseur non nulle (éventuellement avec gradient de propriétés).

Le type d'interface formé durant la déposition d'un film mince peut dépendre de la morphologie de surface du substrat, des éventuelles contaminations de surface, des interactions chimiques, de l'énergie et du flux des particules incidentes et du comportement de nucléation des atomes déposés. Notons que la frontière entre deux phases homogènes (couche et substrat par exemple) est rarement une interface au sens stricte du terme, mais est plus souvent une troisième phase, donc une interphase, qui possède une épaisseur caractéristique et des propriétés physiques distinctes de celles des phases adjacentes. La présence d'une interphase requiert celle de deux interfaces entre l'interphase et chaque phase homogène. Les caractéristiques et l'influence de l'interphase sont

généralement contrôlées par la nature des matériaux et leur procédé d'assemblage. L'interphase semble contrôler de nombreux facteurs responsables des performances d'adhésion [6].

### 5.1.1.3 Forces d'adhésion et forces de cohésion

Les principaux phénomènes d'adhésion sont régis par deux familles de forces. La première comprend les forces d'adhésion pures et la seconde les forces de cohésion. Les forces d'adhésion rendent compte de la résistance à l'interface de deux matériaux assemblés différents, elles s'opposent alors à leur séparation par une rupture au niveau de l'interface. Ces forces dépendent de divers paramètres comme par exemple [6] :

- le choix des matériaux de la couche et du substrat,
- la dépendance du procédé de déposition (techniques de déposition, contaminations, température de déposition, bombardement ionique, contraintes internes),
- les agents extérieurs liés à l'utilisation (contraintes appliquées, environnement de travail, réactions couche-substrat à long terme).

Les forces de cohésion caractérisent, quant à elles, la résistance intrinsèque d'un adhésif ou d'un matériau donné. Elles ne sont déterminées que par les forces de liaisons intermoléculaires.

On définit ainsi la rupture adhésive comme étant la rupture à l'interface substrat/revêtement et la rupture cohésive comme étant la rupture dans un des matériaux utilisés pour assurer l'adhésion et non à l'interface. La figure 5.1 illustre ces deux cas de rupture.

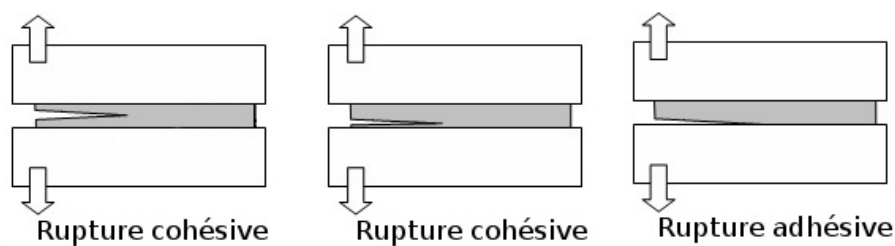


Figure 5.1 : Rupture adhésive et rupture cohésive.

### 5.1.2 Le contrôle de l'adhésion à l'aide des ultrasons-lasers ?

Le contrôle de l'adhésion d'une couche mince sur son substrat est complexe. En effet, suivant la technique de dépôt utilisée, les films minces peuvent présenter des contraintes résiduelles très importantes ainsi qu'une microstructure particulière pouvant engendrer une inhomogénéité de la structure. De plus, les propriétés mécaniques de ceux-ci sont difficiles à obtenir par le biais de tests classiques. Dès lors, les essais d'adhérence traditionnels ne sont pas applicables sur les films minces et nécessitent une mise en œuvre particulière ou le recours à des méthodes alternatives [1,7].



Notons que les principales caractéristiques d'un test d'adhésion idéal, suggérées par K. MITTAL, sont les suivantes [8] :

- quantitatif,
- reproductible,
- non destructif,
- indépendant de l'épaisseur du film,
- rapide,
- automatisable et standardisable,
- simple à réaliser et à interpréter,
- indépendant de l'habileté de l'expérimentateur,
- applicable à toute structure film mince sur substrat,
- applicable à des échantillons de forme complexe,
- indépendant du déroulement du test et
- conforme à la résistante du film pour un usage donné.

Evidemment, il est très difficile de surmonter tous ces critères et le test idéal n'existe pas encore. Toutefois, bien que complexe, il existe un grand nombre d'essais permettant de caractériser l'adhésion entre un film mince et son substrat. Plusieurs auteurs en ont déjà fait une synthèse bibliographique [1,9,10], les plus couramment rencontrés sont répertoriés dans le tableau 5.1 où nous distinguons ceux destructifs de ceux non destructifs.

Principaux essais destructifs	Principaux essais non destructifs
- L'essai de pelage par bande adhésive	- La microscopie acoustique
- L'essai de flexion quatre points	- L'essai de nanoindentation sur coupe ( <i>Cross Sectional Nanoindentation</i> )
- L'essai de gonflement	- Les ultrasons-lasers
- Le « scratch test »	
- L'essai de choc au laser ( <i>laser spallation technique</i> )	

**Tableau 5.1 : Principaux essais destructifs et non destructifs pour la caractérisation de l'adhésion.**

Nous nous intéressons ici plus particulièrement à la possibilité de caractériser l'adhésion d'une couche mince à son substrat par le biais d'ondes acoustiques de surface générées et détectées par sources lasers. Les ondes de surface s'avèrent notamment être bien adaptées pour la détection de modification des propriétés d'adhésion entre une couche mince et son substrat. En effet, de nombreux auteurs ont d'ores et déjà étudié l'adhésion de films minces via ces ondes et il en résulte que ces dernières ont des réponses différentes selon que les régions sont faiblement ou fortement

adhérentes [6,11-20]. Une modification des propriétés d'adhésion devrait donc se traduire par un changement des vitesses de phase (ou de groupe) de l'onde de Rayleigh se propageant dans la structure considérée.

## 5.2 Modélisation de différents états d'adhésion entre un film mince et son substrat

### 5.2.1 Conditions aux limites d'une faible adhésion et d'une délamination totale

Une faible adhésion entre un film mince et son substrat, également nommée contact imparfait ou interface faible, est définie par des conditions aux limites telles que les contraintes de cisaillement sur la couche et sur le substrat soient nulles au niveau de l'interface [6]. Dans ce paragraphe, le système de coordonnées reste le même que celui décrit à la figure 3.3 et les paramètres utilisés pour obtenir les différentes courbes de dispersion sont donnés au tableau 5.2.

	Epaisseur	$V_L$ (m/s)	$V_T$ (m/s)	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
Or	1 $\mu\text{m}$	3212	1193	19300
Silicium	$\infty$	8382	4705	2330

Tableau 5.2 : Paramètres de la structure couche/substrat utilisés dans le calcul des courbes de dispersion théoriques.

Pour expliciter les conditions aux limites de l'interface faible, il s'agit de remplacer les conditions (3.17) et (3.19) du paragraphe 3.2, qui expriment la continuité du déplacement tangentiel et la continuité de la contrainte tangentielle à l'interface  $x_3 = 0$  par [6] :

- Annulation des contraintes de cisaillement dans la couche :

$$T'_{31} = 0 \quad (5.1)$$

- Annulation des contraintes de cisaillement dans le substrat :

$$T_{31} = 0 \quad (5.2)$$

A partir de ces nouvelles conditions, la matrice (3.25) est modifiée comme suit :

$$\begin{pmatrix} 2b_{(1)} \cdot e^{ikb_{(1)}h} & -(1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{ikb_{(2)}h} & -2b_{(1)} \cdot e^{-ikb_{(1)}h} & -(1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{-ikb_{(2)}h} & 0 & 0 \\ (1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{ikb_{(1)}h} & 2b_{(2)} \cdot e^{ikb_{(2)}h} & (1 - b_{(1)}^2) \cdot e^{-ikb_{(1)}h} & -2b_{(2)} \cdot e^{-ikb_{(2)}h} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 - (b_{(3)})^2 & 2b_{(4)} \\ -1 & -b_{(2)} & -1 & b_{(2)} & 1 & b_{(4)} \\ 2b_{(1)} & -(1 - b_{(1)}^2) & -2b_{(1)} & -(1 - b_{(1)}^2) & -2rb_{(3)} & r(1 - b_{(3)}^2) \\ 1 - b_{(1)}^2 & 2b_{(2)} & 1 - b_{(1)}^2 & -2b_{(2)} & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (5.3)$$

Les grandeurs utilisées sont les mêmes que celles définies au paragraphe 3.2. L'annulation du déterminant de cette matrice nous permet d'aboutir à la relation de dispersion des ondes de surface pour une structure couche mince sur substrat faiblement adhérente (interface faible).

Un exemple de résolution pour une couche d'or de  $1\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium est donné à la figure 5.2 par les courbes (b1) (b2) et (b3) respectivement apparentées au premier, deuxième et troisième mode de Rayleigh. Celles-ci peuvent directement être comparées à celles obtenues dans le cas d'une interface parfaite (ou contact parfait) à partir des courbes (a1), (a2) et (a3).

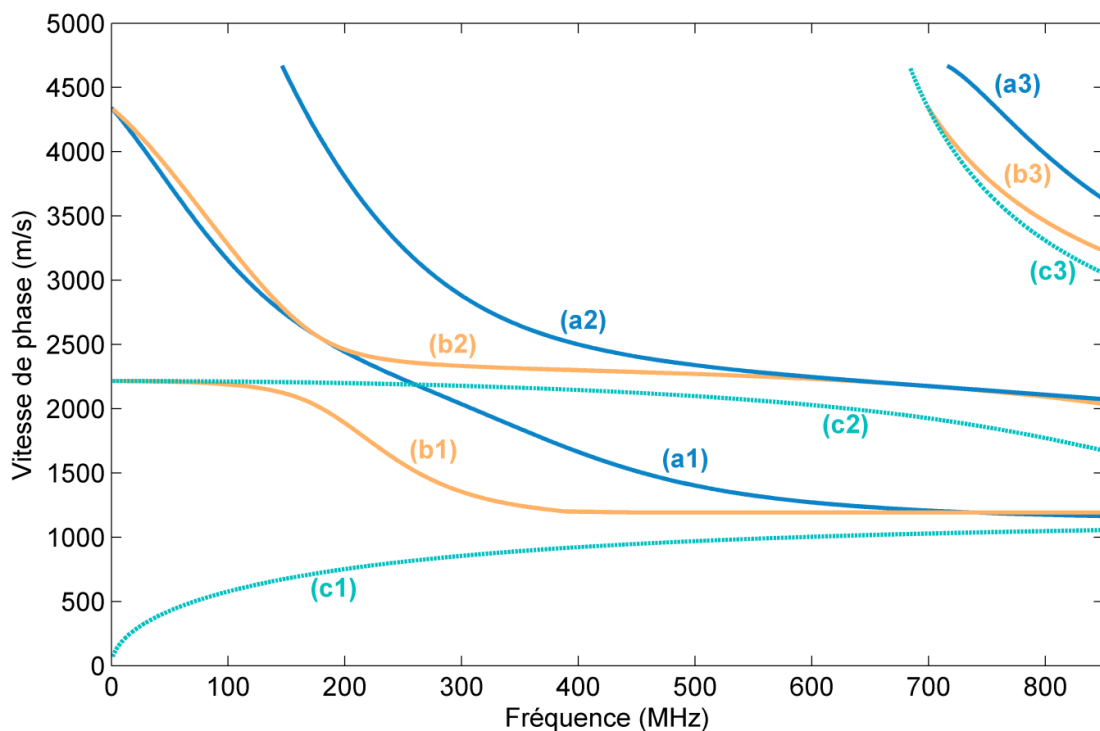


Figure 5.2 : Courbes de dispersion en vitesse de phase pour une couche d'or de  $1\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. Les courbes (a1), (a2) et (a3) sont apparentées à une interface parfaite, les courbes (b1), (b2) et (b3) à une interface faible et les courbes (c1), (c2) et (c3) à une délamination totale.

Il peut ainsi être constaté qu'une dégradation de l'adhésion entre la couche mince et son substrat provoque, en premier lieu, une diminution de la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh avant d'atteindre, en très haute fréquence, celle correspondant au contact parfait. Concernant les modes de Rayleigh supérieurs, ceux-ci présentent des fréquences de coupure inférieures à celles obtenues dans le cadre d'un contact parfait. Autrement dit, ces modes sont détectés à des fréquences plus faibles que celles où le film mince adhère parfaitement à son substrat.

Notons que pour un film totalement décollé de son substrat et possédant une épaisseur du même ordre de grandeur que la longueur d'onde, les ondes de surface deviennent alors des ondes guidées

dans le film mince et sont appelées ondes de Lamb (pures). On parle alors de délamination totale ou de décollement total puisque ces ondes deviennent totalement indépendantes du substrat [13]. Concernant les conditions aux limites, en plus de l'annulation des contraintes à la surface libre de la couche ( $x_3 = h$ ), valable pour tous les types d'interface, et de l'absence du substrat, les contraintes s'annulent également à la surface inférieure du film mince ( $x_3 = 0$ ). Les courbes de dispersion correspondant à ces ondes sont également présentées à la figure 5.2 (c1, c2, c3).

### 5.2.2 Utilisation du modèle de sauts de déplacements

Les conditions d'interface entre un film et son substrat présentent deux cas extrêmes : une parfaite adhésion ou au contraire un décollement total. En réalité, un grand nombre de conditions interfaciales existe entre ces deux cas. Afin de les modéliser et de pouvoir mettre à profit l'équation de dispersion des modes de Rayleigh se propageant dans une structure multicouche vue au chapitre 3, nous utilisons le modèle dit de sauts de déplacements [11,17-23]. Dans ce modèle, les constantes de raideur normale et tangentielle respectivement notées  $K_N$  et  $K_T$  sont introduites pour décrire l'état d'adhésion au niveau de l'interface.

Considérons une structure couche mince sur substrat dont l'adhésion entre les deux solides n'est pas parfaite. Cette structure est représentée à la figure 5.3.

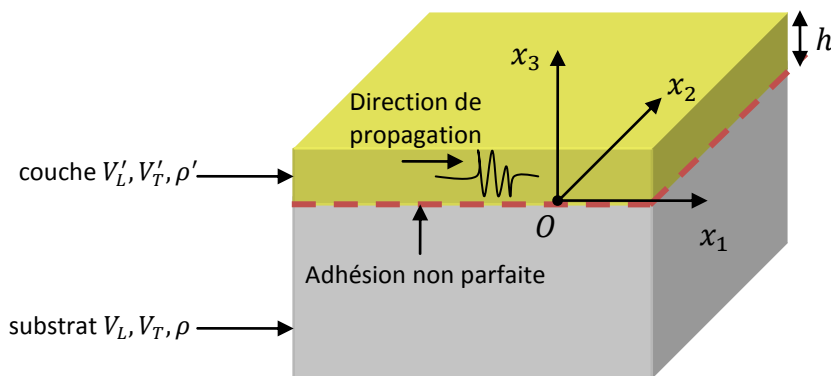


Figure 5.3 : Système de coordonnées pour les ondes de surface se propageant dans une structure couche mince sur substrat.

Pour caractériser le mauvais contact entre les deux solides, SCHOENBERG [21] a supposé qu'il y a toujours continuité des contraintes à travers l'interface mais qu'en plus il existe, en chaque point de la surface de séparation, une relation entre le vecteur contrainte  $\vec{T}$  et le vecteur sauts de déplacements  $\Delta\vec{U}$  défini comme le vecteur différence des déplacements de part et d'autre de l'interface. Il suppose ensuite, qu'en chaque point de l'interface, le vecteur contrainte est une fonction analytique du vecteur sauts de déplacements de telle sorte que l'annulation de l'un des

deux vecteurs entraîne l'annulation de l'autre. Dans l'hypothèse de petits déplacements, la relation suivante peut être obtenue [23] :

$$\vec{T} = K \cdot \Delta\vec{U} \quad (5.4)$$

où  $K$  représente la matrice dite de rigidité définie comme suit :

$$K = \begin{pmatrix} K_T & 0 \\ 0 & K_N \end{pmatrix} \quad (5.5)$$

Les conditions aux limites relatives au modèle de sauts de déplacements s'écrivent comme suit :

$$T_{13} = K_T \cdot \Delta U_1 \quad (5.6)$$

$$T_{33} = K_N \cdot \Delta U_3 \quad (5.7)$$

$U_1, U_3$  sont les déplacements suivant la direction  $x_1$  et  $x_3$  et  $T_{13}, T_{33}$  sont les contraintes normale et de cisaillement à l'interface.

Pour des valeurs finies et non nulles de  $K_N$  et  $K_T$ , le modèle de sauts de déplacements peut être assimilé à celui où le film mince et le substrat constituant la structure sont séparés par une couche solide et isotrope [23]. Cette couche intermédiaire doit être extrêmement fine devant la longueur d'onde acoustique et sa masse volumique doit être très inférieure à celle du film et du substrat considérés. La couche intermédiaire permet ainsi de simuler l'effet de la perte de continuité des déplacements et des contraintes tangentiels entre les deux matériaux et par conséquent d'obtenir analytiquement les courbes de dispersion représentatives de films minces plus ou moins adhérents à leur substrat. Les propriétés de celle-ci peuvent être reliées aux paramètres  $K_N$  et  $K_T$  par les relations suivantes :

$$K_N = \frac{\rho_i \cdot V_{Li}^2}{h_i} \quad (5.8)$$

$$K_T = \frac{\rho_i \cdot V_{Ti}^2}{h_i}$$

où  $\rho_i$  et  $h_i$  représentent respectivement la masse volumique et l'épaisseur de la couche intermédiaire et où  $V_{Li}$  et  $V_{Ti}$  sont les vitesses des ondes longitudinale et transversale s'y propageant.

Les deux cas extrêmes définis au début de ce paragraphe peuvent être modélisés par des valeurs particulières des paramètres  $K_N$  et  $K_T$ . En effet, si ces deux coefficients tendent vers zéro, les

contraintes normales et tangentielles deviennent nulles et un décollement total est observé. Au contraire si  $K_N$  et  $K_T$  tendent tous deux vers l'infini, le cas d'une adhésion parfaite est retrouvé.

Connaissant les propriétés de la couche intermédiaire, pour obtenir les courbes de dispersion d'une structure couche/substrat plus ou moins adhérente, il est nécessaire de résoudre l'équation de dispersion d'une structure multicouche vue au paragraphe 3.3. Un exemple de résolution pour une couche d'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium est donné à la figure 5.4. Les paramètres définissant cette structure sont ceux du tableau 5.2. Nous fixons l'épaisseur de la couche intermédiaire à 20 nm, ce qui représente 2 % de l'épaisseur du film et sa masse volumique à 230  $\text{kg/m}^3$ , ce qui est inférieur à 10 % de la plus petite densité. Les courbes de dispersion sont ainsi tracées pour cinq niveaux d'adhésion différents, lesquels sont définis par les paramètres  $K_T$  et  $K_N$  donnés au tableau 5.3. Les valeurs numériques de ces paramètres ont été définies par J. DU et al [11]. Le niveau 5, correspondant à la force d'adhésion la plus faible, a été déterminé de manière à ce que la courbe de dispersion s'y référant soit très proche du mode de Lamb, à savoir un décollement total. Le niveau 1 a quant à lui été spécifié de manière à ce que sa courbe de dispersion soit quasiment confondue avec celle correspondant au contact parfait. Cinq paliers ont ainsi été définis en conservant un rapport constant entre  $K_T$  et  $K_N$ .

Condition interfaciale	Constantes de raideur ( $10^{16} \text{ N/m}^3$ )	Vitesse de l'onde longitudinale (m/s)	Vitesse de l'onde transversale (m/s)
Adhésion parfaite	$K_T = K_N = \infty$	$\infty$	$\infty$
Décollement total	$K_T = K_N = 0$	0	0
Niveau 1	$K_N = 216,0$ et $K_T = 61,44$	13705	7309
Niveau 2	$K_N = 54,0$ et $K_T = 15,36$	6852	3655
Niveau 3	$K_N = 13,5$ et $K_T = 3,84$	3426	1827
Niveau 4	$K_N = 3,38$ et $K_T = 0,69$	1714	775
Niveau 5	$K_N = 0,84$ et $K_T = 0,24$	855	457

Tableau 5.3 : Propriétés de la couche intermédiaire pour différents niveaux d'adhésion [11].

La figure 5.4 montre que les courbes de dispersion se rapprochent de celles du contact parfait lorsque le produit  $K_T \times K_N$  augmente. En effet, pour le premier niveau, les courbes de dispersion sont sensiblement les mêmes que celles obtenues dans le cas d'une adhésion parfaite ( $K_T = K_N \rightarrow \infty$ ), et ce quelque soit le mode de Rayleigh considéré. Lorsqu'au contraire, le produit  $K_T \times K_N$  diminue, les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh s'en écartent. Cet effet se produit à partir d'une certaine fréquence que l'on nommera fréquence de transition. Notons que dans la littérature cette dernière est également désignée par le terme fréquence d'adhésion [18]. A

partir de celle-ci, une couche plus ou moins adhérente peut donc être mise en évidence. En effet, au-delà de cette fréquence de transition, plus la fréquence de l'onde acoustique est élevée et plus les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh s'éloignent de celle correspondant au contact parfait avant de s'en rapprocher en très haute fréquence. Ces effets sont d'autant plus visibles que le niveau d'adhésion est critique. Effectivement, plus le produit  $K_T \times K_N$  est faible, plus la fréquence de transition est basse et plus l'adhésion entre le film et le substrat est mauvaise. Ceci s'explique par le fait que la liaison entre le film et le substrat devient si faible que l'énergie des ondes de surface ne peut quasiment plus être transférée au substrat. La couche absorbe alors une grande partie de l'énergie et la vitesse des ondes de surface diminue.

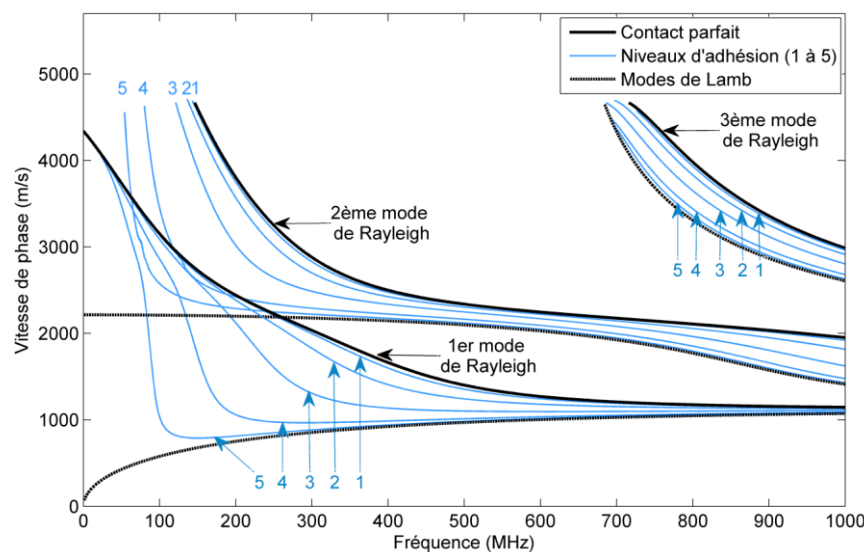


Figure 5.4 : Courbes de dispersion en vitesse de phase pour différents niveaux d'adhésion. La structure est composée d'un substrat de silicium sur lequel une couche d'or de  $1 \mu\text{m}$  d'épaisseur a été déposée.

Concernant les modes supérieurs, nous pouvons remarquer que plus l'adhésion entre le film et le substrat est faible et plus la fréquence de coupure à laquelle ils apparaissent est inférieure à celle obtenue pour les conditions parfaites. Lorsque  $K_T$  et  $K_N$  tendent vers zéro, on obtient le cas d'un film complètement décollé de son substrat. Dans ce cas, l'interface entre les deux matériaux n'existe plus et le film mince est totalement libre. La propagation des ondes de surface devient totalement indépendante du substrat, on est alors en présence d'ondes de Lamb (pures) dans le film mince.

La figure 5.4 montre également que pour les cinq niveaux d'adhésion choisis, les courbes de dispersion correspondantes sont bien distinctes les unes des autres. Nous pouvons ainsi envisager le fait que si les courbes de dispersion expérimentales sont obtenues et que si les paramètres de la couche mince et du substrat sont connus, les coefficients  $K_T$  et  $K_N$  définissant la structure étudiée pourront être déterminés en appliquant une méthode d'inversion permettant de faire correspondre les courbes de dispersion expérimentales et théoriques.

Afin de connaître l'influence de l'épaisseur d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium au niveau de l'adhésion, nous comparons les effets de couches d'épaisseur  $1\ \mu\text{m}$  et  $2\ \mu\text{m}$  sur la propagation du premier mode de Rayleigh, en gardant les autres paramètres de la structure constants. Les courbes de dispersion sont de nouveau tracées pour les cinq niveaux d'adhésion définis au tableau 5.3 et sont données à la figure 5.5. Nous nous limitons ici à une gamme de fréquence s'étendant jusqu'à 45 MHz.

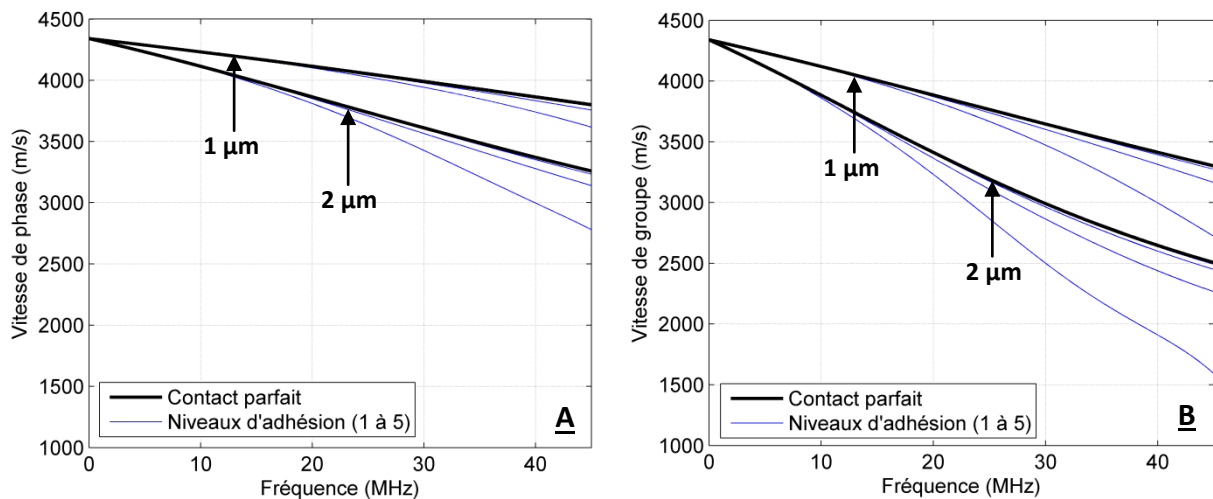


Figure 5.5 : Courbes de dispersion d'une structure composée d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium tracées en vitesse de phase (A) et en vitesse de groupe (B) pour différents niveaux d'adhésion.

Ces courbes montrent que plus l'épaisseur de la couche sera élevée et plus une perte d'adhésion aura un impact important sur les courbes de dispersion. En effet, plus l'épaisseur du dépôt sera grande, plus la fréquence de transition sera faible et plus la vitesse de propagation des ondes de surface diminuera. Cet effet est par ailleurs plus prononcé sur les courbes de dispersion obtenues en vitesse de groupe que sur celles tracées en vitesse de phase.

Au produit fréquence x épaisseur ici considéré, nous pouvons également remarquer que pour les quatre premiers niveaux d'adhésion définis dans le tableau 5.3, il sera difficile de différencier une faible variation d'épaisseur d'une perte d'adhésion. En effet, pour ces deux paramètres, les courbes de dispersion suivent la même tendance (cf. figures 3.11 et 3.12).

L'étude théorique du comportement des ondes de surface en présence de films minces plus ou moins adhérents a été abordée dans cette partie. Nous y avons constaté que la vitesse des modes de Rayleigh se propageant dans une structure du type couche mince/substrat est d'autant plus diminuée que l'état d'adhésion y est faible. Cet effet est notamment visible à partir d'une certaine fréquence nommée fréquence de transition. Le comportement expérimental des ondes de surface se propageant sur une couche mince non adhérente à son substrat est étudié au paragraphe suivant.



## 5.3 Résultats expérimentaux

### 5.3.1 Détection d'une couche faiblement adhérente

Afin d'étudier le comportement des ondes de surface sur une couche faiblement adhérente (désignée comme couche non adhérente par la suite), nous reprenons l'échantillon A utilisé au chapitre 4. Pour rappel, ce dernier possède deux couches d'or, séparées l'une de l'autre, d'environ 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. L'une d'entre elles est rendue faiblement adhérente au substrat de silicium par l'absence de la couche d'accroche. Nous allons expérimenter, dans ce paragraphe, la détection de ce manque d'adhésion au moyen des ultrasons-lasers.

Pour ce faire, les courbes de dispersion expérimentales seront obtenues par l'intermédiaire de la transformée de Fourier à deux dimensions. L'impulsion laser sera focalisée sur l'échantillon sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Puis, afin d'exciter les plus hautes fréquences du spectre tout en évitant l'ablation de l'échantillon, le faisceau laser sera focalisé sous la forme d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques. Cette méthode, couramment appelée LIG pour *Laser Induced Gratings* nous permettra de générer des ondes de surface quasi-monochromatiques. Les courbes de dispersion expérimentales seront cette fois-ci obtenues via la transformée de Hilbert. Le principe de ce traitement du signal est rappelé en annexe F.

Nous verrons alors que la détection d'une couche non adhérente s'avère difficile au produit fréquence x épaisseur ici considéré et nous proposerons une méthode complémentaire permettant de discerner avec certitude une structure présentant une mauvaise adhésion entre les deux matériaux la constituant d'une structure en présentant une bonne.

#### 5.3.1.1 Courbes de dispersion expérimentales d'une structure du type couche faiblement adhérente sur substrat

Les courbes de dispersion expérimentales en vitesses de groupe et de phase du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or adhérente sur substrat de silicium de l'échantillon A ont été obtenues au paragraphe 4.2 à l'aide de la 2D-FFT. Nous cherchons maintenant à obtenir celles représentatives de la couche faiblement adhérente à l'aide de cette même méthode de traitement du signal. Ainsi l'acquisition de 500 signaux, obtenus sur des zones espacées les unes des autres de 20  $\mu\text{m}$ , est réalisée dans la direction  $\langle 110 \rangle$  de la structure composée de la couche d'or non adhérente déposée sur le substrat de silicium. Chaque signal enregistré correspond à une

moyenne de 16 tirs laser. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz.

La représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée à ces signaux est donnée à la figure 5.6 et les courbes de dispersion expérimentales qui en sont extraites sont tracées à la figure 5.7. Rappelons que la courbe de dispersion en vitesse de phase est obtenue en recherchant la vitesse de phase correspondant à la valeur maximale de l'amplitude pour chaque fréquence considérée. La courbe de dispersion en vitesse de groupe en est ensuite déduite en utilisant la relation  $V_g = \frac{\partial \omega}{\partial k} = V_p + k \cdot \left( \frac{\partial V_p}{\partial k} \right)$ . La vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant à la surface du silicium, obtenue à partir de ces courbes de dispersion, est d'environ 5087 m/s  $\pm 0,5\%$  (vitesse relevée à la fréquence nulle).

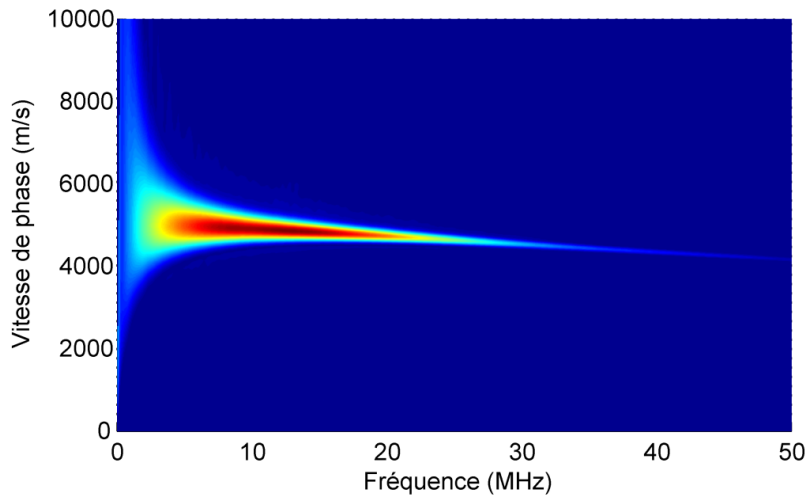


Figure 5.6 : Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée sur les 500 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction <110> de la structure étudiée.

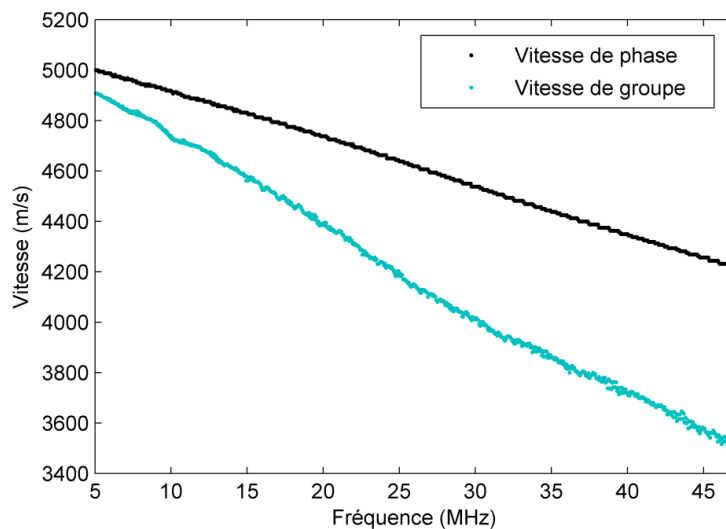


Figure 5.7 : Courbes de dispersion expérimentales en vitesses de phase et de groupe du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure couche d'or non adhérente/substrat de silicium.

Pour les plus basses fréquences du spectre et jusqu'à ce que la fréquence de transition soit atteinte, nous avons précédemment évoqué le fait que le manque d'adhésion entre la couche et son substrat n'avait aucune influence sur les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh. L'épaisseur du film mince peut donc être estimée en basse fréquence à l'aide de la méthode du simplexe en faisant correspondre les courbes de dispersion théoriques calculées pour un contact parfait avec celles obtenues expérimentalement.

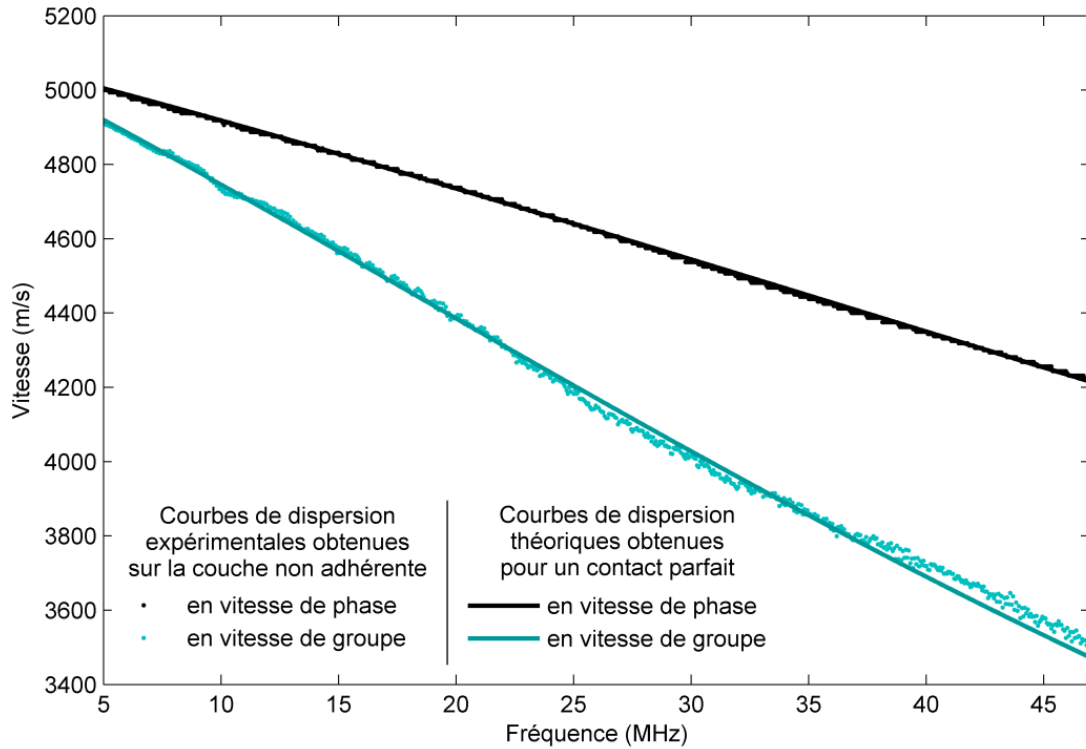
Pour le produit fréquence x épaisseur ici considéré, la fréquence de transition n'est pas atteinte avant 15 MHz. C'est pourquoi nous nous limitons à la gamme de fréquence comprise entre 5 MHz et 15 MHz pour l'estimation de l'épaisseur du film mince. Pour le calcul des courbes de dispersion théoriques, nous reprenons la vitesse de propagation de l'onde de tête du silicium évaluée au chapitre 4. Par ailleurs, étant donné l'incertitude dans l'estimation des paramètres élastiques de la couche d'or adhérente étudiée au chapitre précédent et résultant de la non uniformité de l'épaisseur de cette dernière, nous reprenons ceux calculés par le modèle de Voigt-Reuss-Hill. Ces données sont répertoriées dans le tableau ci-dessous :

	Couche d'or	Substrat de silicium
Epaisseur	Variable	16 mm
Vitesse de l'onde longitudinale (m/s)	3298	9044
Vitesse de l'onde de Rayleigh (m/s)	1135	5087
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	19300	2330

**Tableau 5.4 : Paramètres utilisés pour le calcul des courbes de dispersion théoriques servant à la détermination de l'épaisseur de la couche non adhérente.**

Comme représenté sur la figure 5.8, la meilleure concordance entre les courbes de dispersion théoriques et expérimentales est obtenue pour une épaisseur de 1,29  $\mu\text{m}$ . Cette épaisseur a également été mesurée au moyen d'un profilomètre de haute précision. Une valeur moyenne de 1,17  $\mu\text{m}$  a été obtenue sur un total de 8 mesures et l'écart maximum constaté entre celles-ci est d'environ 0,19  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une variation d'épaisseur d'environ 16 %.

Nous remarquons également, sur la figure 5.8, qu'en haute fréquence, aucun écart notable des vitesses de phase ou de groupe du premier mode de Rayleigh, se propageant sur la structure associée à la couche non adhérente, n'est constaté par rapport à celles obtenues pour un contact parfait. La non adhésion du film mince ne possédant pas de couche d'accroche n'est donc, à priori, pas identifiable au produit fréquence x épaisseur ici considéré.



**Figure 5.8 : Courbes de dispersion théoriques calculées pour un contact parfait et courbes de dispersion expérimentales obtenues sur la structure étudiée.**

Ceci peut être dû au fait que la fréquence de transition, caractéristique d'un film plus ou moins adhérent à son substrat, se situe à un produit fréquence x épaisseur plus élevé. Une faible variation de l'épaisseur de la couche et des paramètres élastiques de la structure peut également influencer sur les courbes de dispersion et ainsi rendre difficile l'isolement de l'effet de l'adhésion. Ainsi, l'information relative au plus ou moins bon niveau d'adhésion peut être noyée dans les incertitudes liées aux estimations des paramètres de la structure. De plus, l'amplitude des déplacements pour les plus hautes fréquences du spectre ici obtenue est faible, ce qui est limitatif pour l'estimation d'une faible variation de la vitesse de propagation de l'onde de surface. C'est pourquoi, nous nous proposons d'utiliser le réseau de sources linéiques thermoélastiques détaillé au paragraphe 2.4 afin d'exciter principalement ces hautes fréquences tout en évitant l'ablation de l'échantillon.

En effet, la création d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques permet de générer des ondes de surface quasi-monochromatiques dont le spectre est limité à une bande de fréquence étroite autour d'une fréquence centrale. Il est alors possible d'obtenir un signal quasi-monochromatique de grande amplitude. Comme nous l'avons vu au chapitre 2, la fréquence centrale de ce signal peut être modifiée en faisant varier le pas du réseau de sources thermoélastiques. La détection des ondes de surface quasi-monochromatiques ainsi générées a été rendue possible jusqu'à 55 MHz.

Un exemple de signal obtenu par l'intermédiaire de ce type de génération est donné à la figure 5.9.(a). Celui-ci se compose de deux parties : une partie haute fréquence correspondant au signal induit par le réseau de sources et une partie basse fréquence liée à la dimension finie de la source laser [14]. Notons que la fréquence centrale des signaux produits par le réseau de sources peut être déduite de leur spectre, lequel est obtenu par la transformée de Fourier (figure 5.9.(b)). Comme le montre la figure 5.9.(c), la partie basse fréquence peut éventuellement être éliminée à l'aide d'un filtre passe-bande.

Dans le but d'obtenir les courbes de dispersion expérimentales, il nous faut connaître la vitesse (ici de groupe) de l'onde de surface quasi-monochromatique se propageant sur la structure pour différentes fréquences centrales. Ainsi, pour une fréquence centrale donnée, 11 signaux ont été enregistrés. Entre chacun de ces enregistrements, correspondant à une moyenne sur 16 tirs laser, la distance de propagation a été réduite de  $\Delta d = 1$  mm. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz.

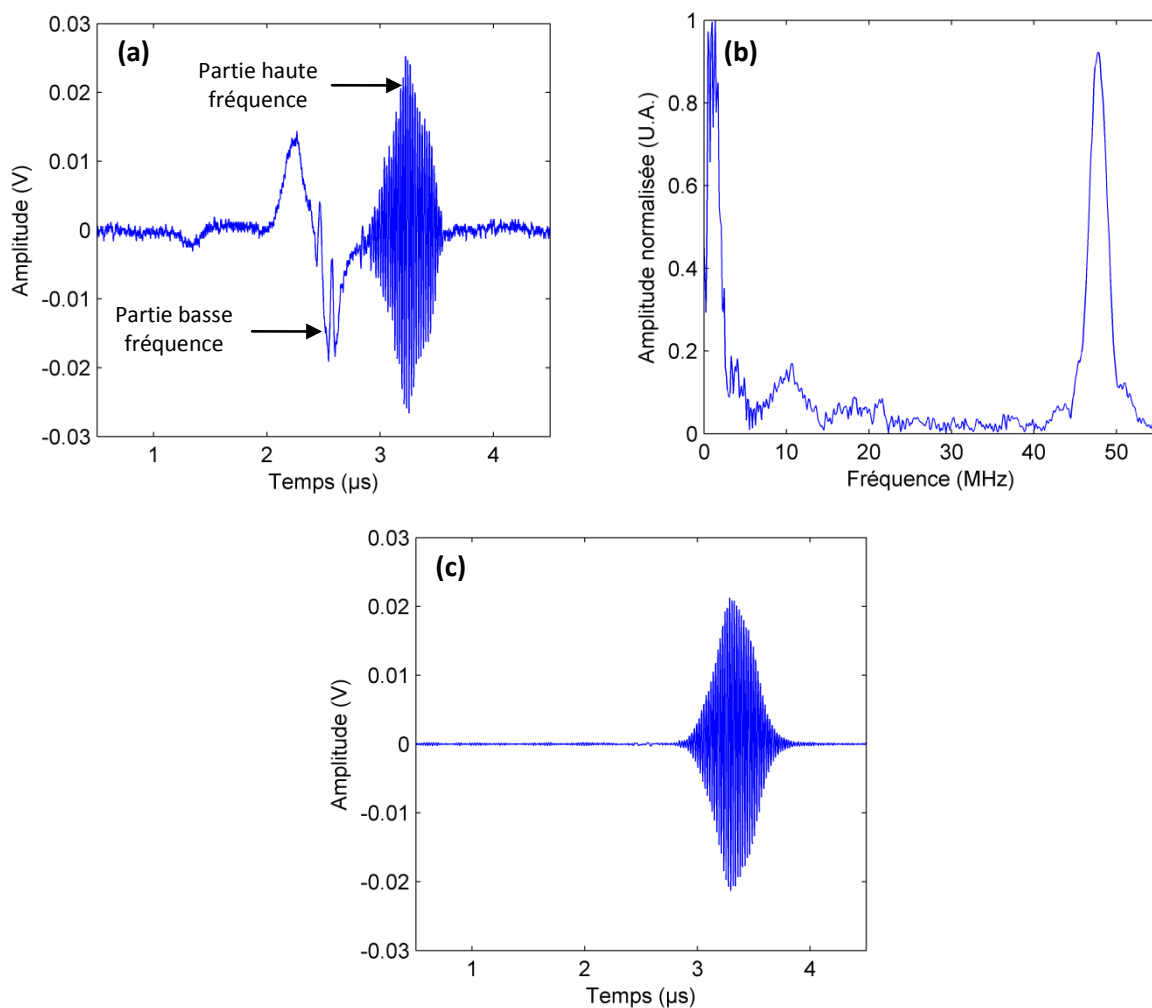


Figure 5.9 : Signal acquis sur la structure du type couche d'or sur substrat de silicium (a). La fréquence centrale du signal obtenu par le réseau de sources est déduite de son spectre (b). La figure (c) présente le signal obtenu après avoir éliminé la partie basse fréquence au moyen d'un filtre passe-bande.

En premier lieu, les signaux obtenus sont filtrés afin de ne garder que la partie haute fréquence. Comme le montre la figure 5.10, la transformée de Hilbert est appliquée pour obtenir l'enveloppe des signaux induits par le réseau de sources thermoélastiques. Le temps correspondant à l'amplitude maximale de l'enveloppe est alors enregistré pour chacun d'entre eux avec une erreur maximale de 2 ns. Une régression linéaire permet ainsi d'obtenir la vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh à la fréquence centrale considérée. A titre d'exemple, la figure 5.11 présente la régression linéaire calculée dans le cas des signaux induits par le réseau de sources pour une fréquence centrale de 46,8 MHz. La vitesse ici obtenue est d'environ 3609 m/s avec une incertitude de  $\pm 1,5\%$ .

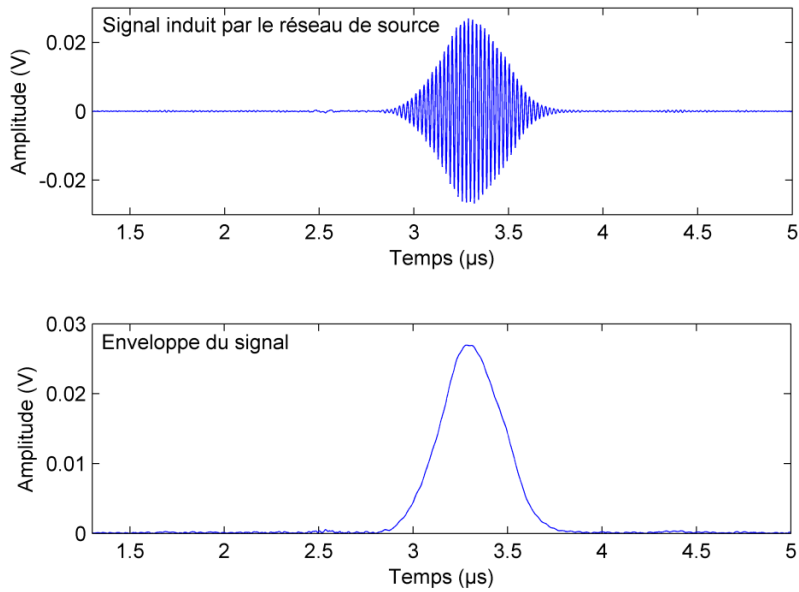


Figure 5.10 : Exemple d'un signal induit par le réseau de source pour une fréquence centrale de 46,8 MHz et son enveloppe obtenue par transformée de Hilbert.

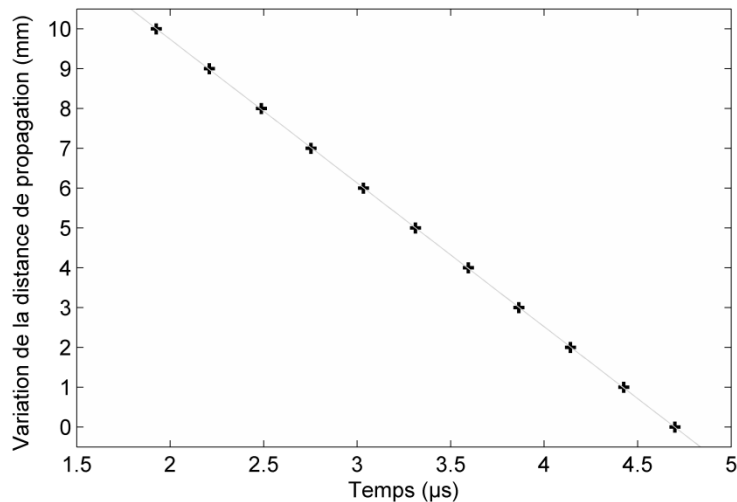


Figure 5.11 : Temps correspondant à l'amplitude maximale des enveloppes des signaux enregistrés pour différentes distances de propagation.

En second lieu, afin de connaître la vitesse de groupe du premier mode de Rayleigh à environ 1 MHz, les signaux sont cette fois-ci filtrés de manière à ne garder que la partie basse fréquence. De même que précédemment, cette vitesse est déterminée à l'aide de la transformée de Hilbert. La moyenne des valeurs obtenues est d'environ  $5026 \text{ m/s} \pm 1,5 \%$ .

La courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh en vitesse de groupe ainsi calculée est donnée à la figure 5.12. Cette courbe de dispersion expérimentale est comparée à celle obtenue préalablement par la méthode point source/point récepteur et à celle théorique calculée dans le cadre d'un contact parfait pour une épaisseur de la couche égale à  $1,29 \mu\text{m}$ . L'écart constaté entre les deux courbes expérimentales est certainement dû à une faible variation d'épaisseur du film. En effet, les mesures n'ont pas été réalisées sur la même zone de l'échantillon. D'autre part, l'écart observé à 47 MHz entre les deux courbes de dispersion expérimentales en vitesse de groupe est d'environ  $100 \text{ m/s}$ . Ceci correspond à une variation d'épaisseur d'environ  $80 \text{ nm}$ , ce qui est conforme aux variations d'épaisseur obtenues auparavant par mesures profilométriques.

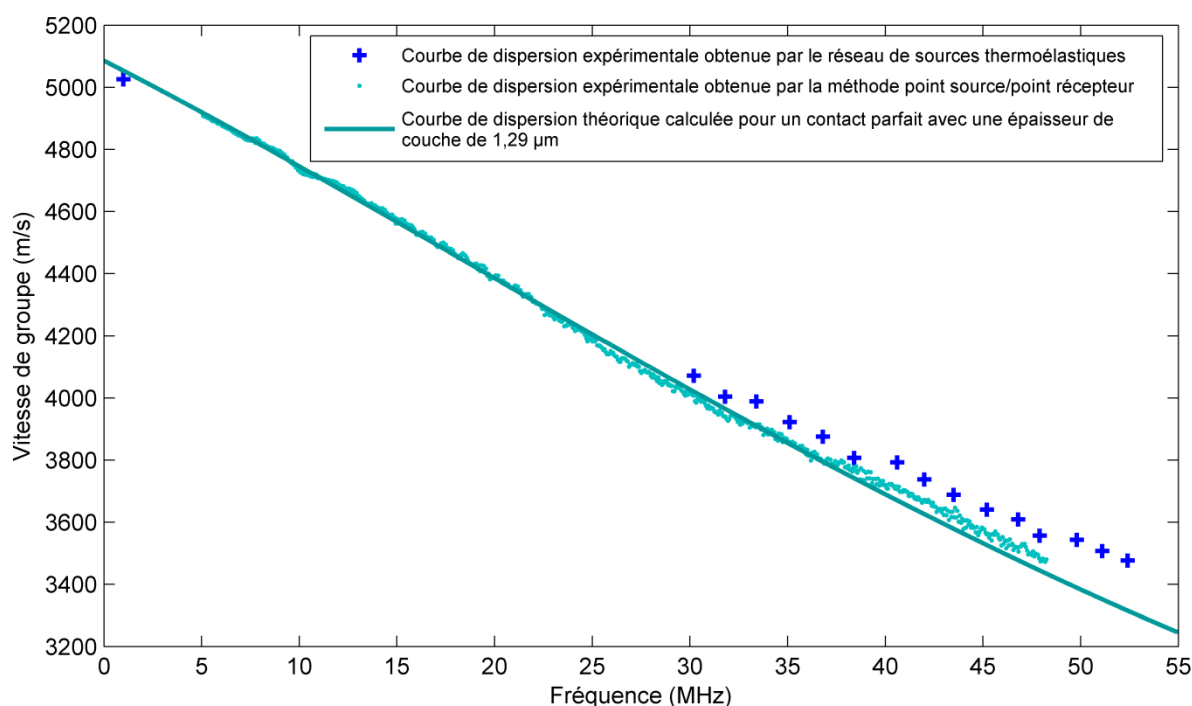


Figure 5.12 : Comparaison entre la courbe de dispersion théorique calculée dans le cadre d'un contact parfait pour une épaisseur de  $1,29 \mu\text{m}$  et les courbes de dispersion expérimentales.

Comme précédemment observé, au produit fréquence x épaisseur ici considéré, l'isolement de l'effet de l'adhésion s'avère difficile compte tenu des autres paramètres influant sur les courbes de dispersion (épaisseur de la couche mince, paramètres élastiques et masses volumiques des matériaux mis en jeu). Il s'avère donc nécessaire d'augmenter la fréquence pour pouvoir distinguer

clairement l'effet d'un plus ou moins bon état d'adhésion sur les courbes de dispersion. Nous cherchons ici à privilégier les ondes de surface et à réduire les fréquences de travail pour la détection de structures non adhérentes. Nous proposons donc, dans ce qui suit, une méthode complémentaire permettant de discerner avec certitude une couche fortement adhérente à son substrat d'une faiblement adhérente, tout en restant dans la gamme de fréquence comprise entre 200 kHz et 45 MHz. Nous aborderons au paragraphe suivant l'étude d'un défaut d'adhérence localisé, ce qui nous permettra de négliger la variation d'épaisseur aux alentours de celui-ci.

### **5.3.1.2 Méthode complémentaire pour la mise en évidence d'une couche faiblement adhérente**

Pour cette étude, nous reprenons la méthode point source/point récepteur. L'impulsion laser est focalisée sur l'échantillon sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Les couches adhérente et non adhérente de l'échantillon A sont ici étudiées. Pour chacune d'entre elles, l'énergie de l'impulsion laser a été augmentée entre chaque signal enregistré par le biais du temps Q-Switch. Notons que plus le temps Q-Switch est court et plus l'énergie délivrée lors d'un tir laser est importante. Les signaux acquis durant ces tests sont représentés dans le tableau 5.5. Ils correspondent à une moyenne de 4 tirs laser. L'énergie moyenne obtenue sur l'ensemble de ceux-ci a par ailleurs été mesurée à l'aide d'un Joulemètre. La fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz.

De manière générale, nous pouvons constater une diminution de l'amplitude du premier mode de Rayleigh lorsque celui-ci se propage sur la partie de la structure associée à la couche non adhérente. Cependant, comme le confirment les courbes de dispersion obtenues précédemment, aucune variation significative de la vitesse de propagation de ce mode n'est observée. A faible énergie (inférieure à 1 mJ), hormis la baisse d'amplitude constatée sur la couche non adhérente, les ondes de surface ne semblent pas être affectées par l'absence de la couche d'accroche. Par contre lorsque l'énergie augmente (1,47 mJ) le signal temporel obtenu sur la couche non adhérente montre une différence notable, avec l'apparition de ce qui semble être un second mode. D'autre part, l'ablation de cette couche traduit le changement de régime de génération. Autrement dit, nous ne sommes plus en régime thermoélastique mais en régime d'ablation. Si nous continuons à augmenter l'énergie (2,76 mJ), nous finissons par détériorer le silicium alors qu'aucun changement caractéristique n'est encore visible sur la couche adhérente. Une onde représentative de cet effet apparaît aux alentours de 5,34  $\mu$ s. L'ablation de la couche adhérente apparaît quant à elle à des énergies plus élevées (ici 2,95 mJ). Notons que lorsqu'à son tour l'ablation du silicium se produit (3,38 mJ), l'onde aux alentours de 5,34  $\mu$ s est également observée.

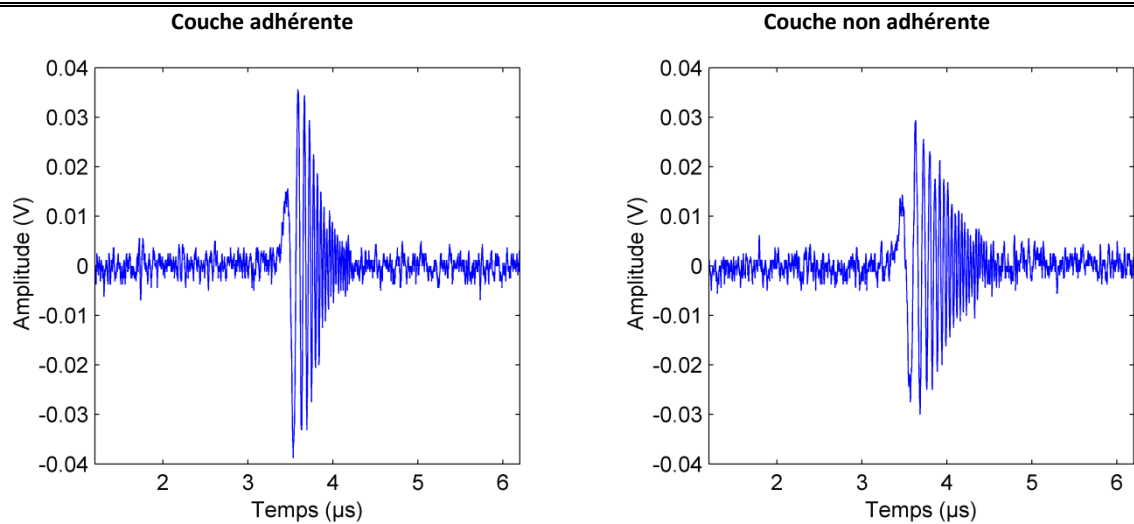


Nous pouvons donc conclure que pour de faibles énergies de l'impulsion laser, nous sommes capables de détecter des zones plus ou moins adhérentes sans détériorer l'échantillon. En effet, nous avons pu constater une diminution de l'amplitude du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure ne possédant pas de couche d'accroche. La moins bonne adhésion de cette couche a notamment pu être confirmée lors de l'augmentation de l'énergie de l'impulsion laser. Il y a alors eu décollement du film mince non adhérent bien avant celui présentant une bonne adhérence avec le substrat. Cependant, l'échantillon s'en trouve localement détérioré puisque nous sommes passés en régime d'ablation.

---

Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 0,65$  mJ

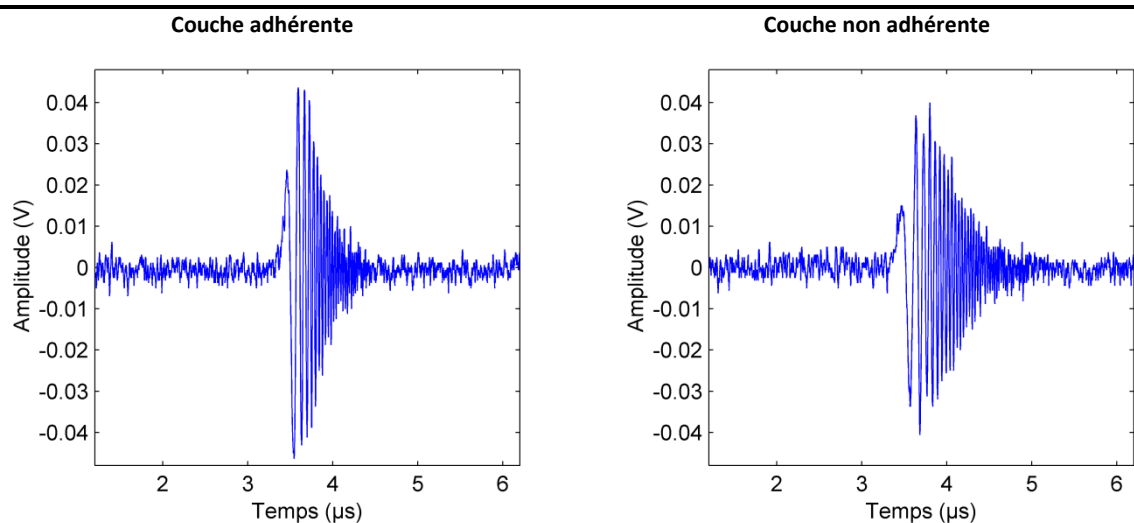
---



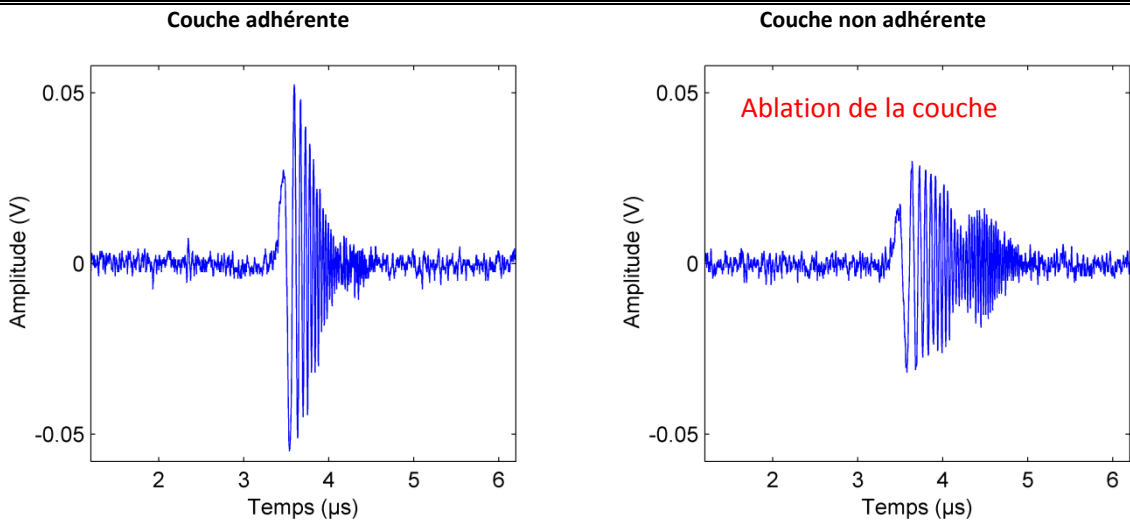
---

Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 0,97$  mJ

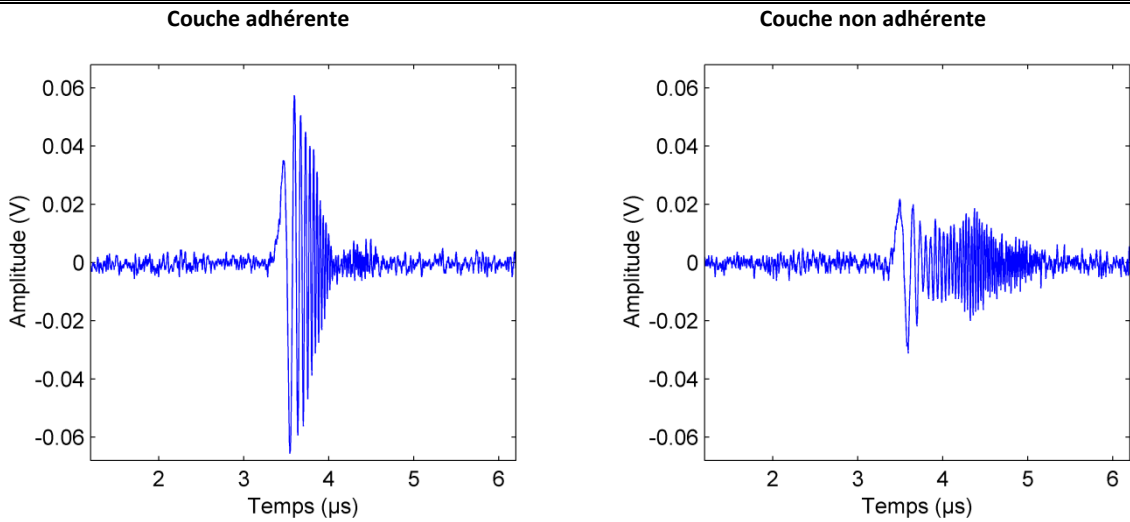
---



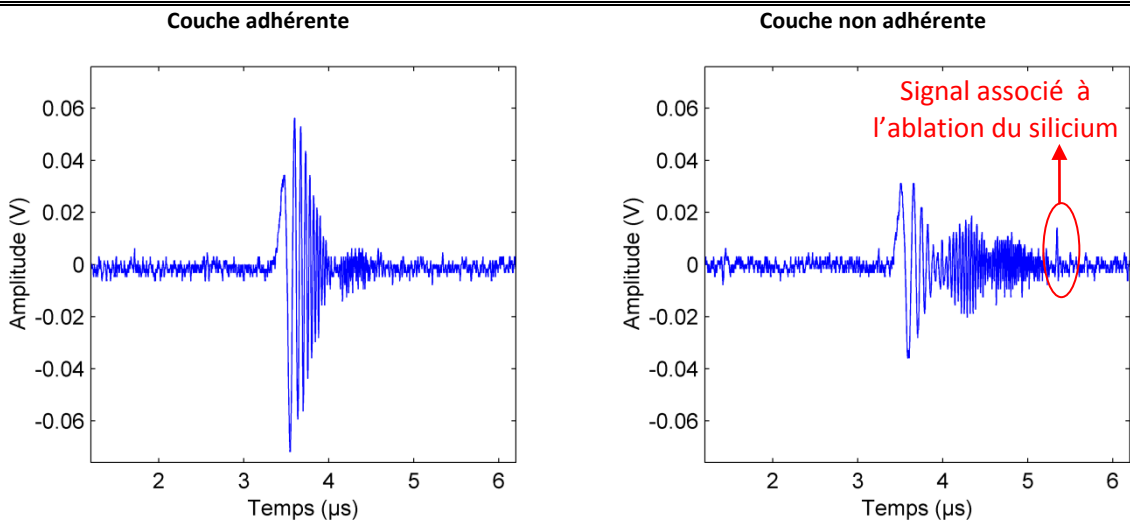
Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 1,47$  mJ



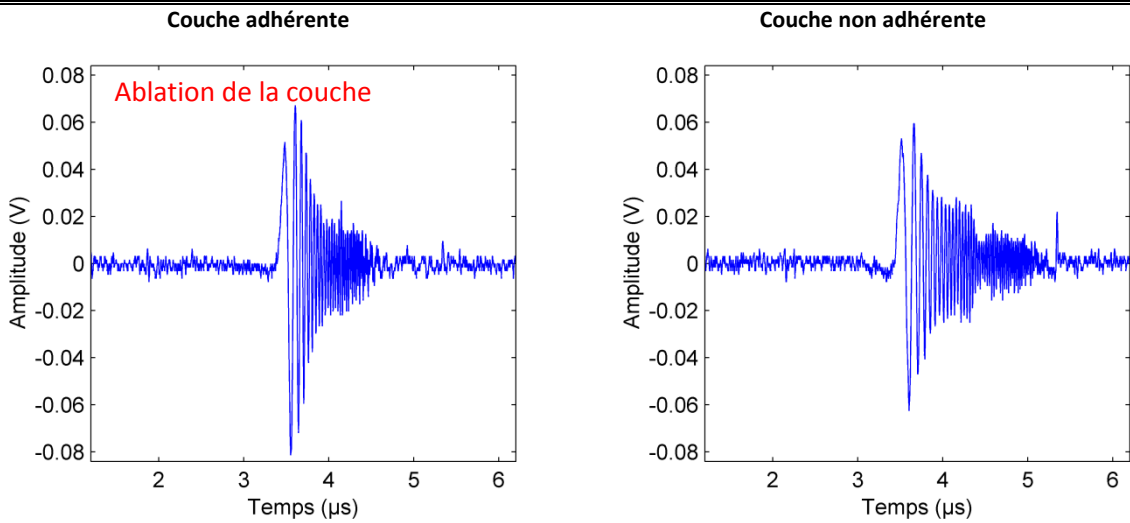
Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 1,95$  mJ



Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 2,76$  mJ



Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 2,95$  mJ



Energie moyenne mesurée sur 4 tirs laser  $\approx 3,38$  mJ

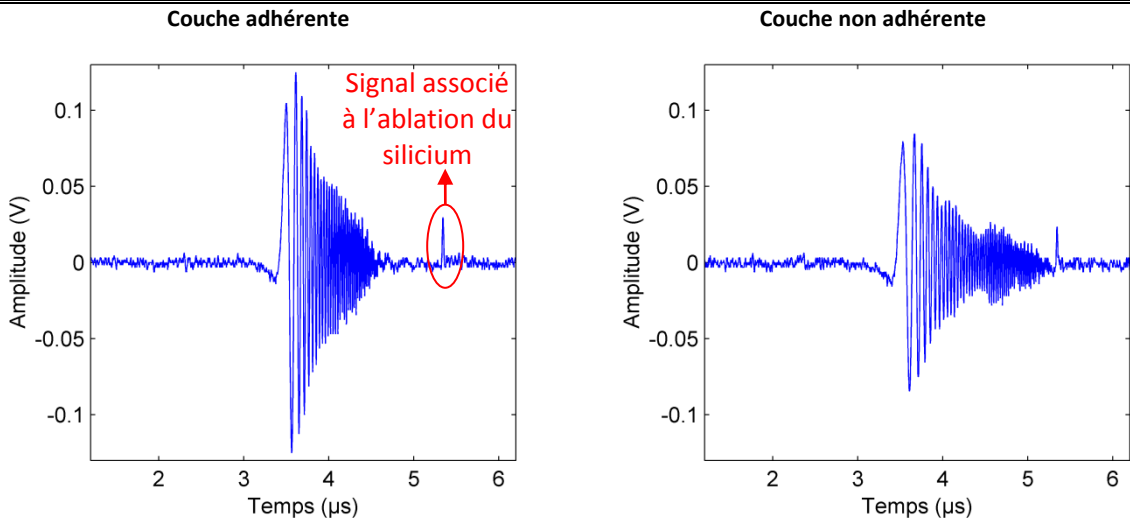


Tableau 5.5 : Représentation des signaux temporels acquis sur les couches adhérente et non adhérente. Le temps Q-Switch du laser de génération est augmenté au fur et à mesure.

### 5.3.2 Caractérisation d'un défaut d'adhérence localisé par ultrasons-lasers

Dans cette étude, l'échantillon utilisé est l'échantillon B présenté au chapitre 4. Nous rappelons que ce dernier est constitué d'une couche d'or d'environ 730 nm déposée sur un substrat de silicium. Au produit fréquence  $\times$  épaisseur considéré, seul le premier mode de Rayleigh existe. L'étude porte ici sur les deux défauts d'adhérence représentés par des disques de diamètre 4 mm où la couche d'accroche y est absente. Nous avons choisi cette configuration dans le but de pouvoir comparer directement les effets d'un état d'adhésion médiocre sur la propagation du premier mode de Rayleigh en s'affranchissant des éventuels effets dû à une variation d'épaisseur du film. Effectivement, l'étude ne portant qu'aux alentours des défauts d'adhérence, nous pouvons

considérer que les effets dus aux variations d'épaisseur de la couche seront moindres dans cette zone comparés à ceux dus à une modification des propriétés d'adhésion.

Trois cartographies ont ainsi été menées à proximité de ces défauts. Les deux premières reposent sur la méthode point source/point récepteur. Celles-ci sont mises en œuvre au voisinage du défaut d'adhérence 1 entre la position  $Z = 15$  mm et la position  $Z = 27$  mm. L'une s'effectue en régime thermoélastique tandis que l'autre s'effectue en régime d'ablation à l'aide d'une couche de marqueur noire qui nous permet d'augmenter l'amplitude de l'onde de surface tout en gardant l'échantillon intact. Enfin, la troisième utilise le réseau de sources linéiques thermoélastiques (LIG) à proximité du défaut d'adhérence 2 entre la position  $Z = 29$  mm et la position  $Z = 42$  mm. Les configurations de ces manipulations respectivement notées A, B et C sont représentées à la figure 5.13. Les ondes de surface se propagent ici dans la direction  $\langle 110 \rangle$ . Mis à part le cas où l'impulsion laser est focalisée sur la couche de marqueur, les faisceaux lasers permettant la génération et la détection ont tout deux été focalisés sur la couche d'or, de part et d'autre des défauts. La distance entre les deux faisceaux lasers a été conservée tout au long d'un même type de cartographie et seul l'échantillon a été déplacé.

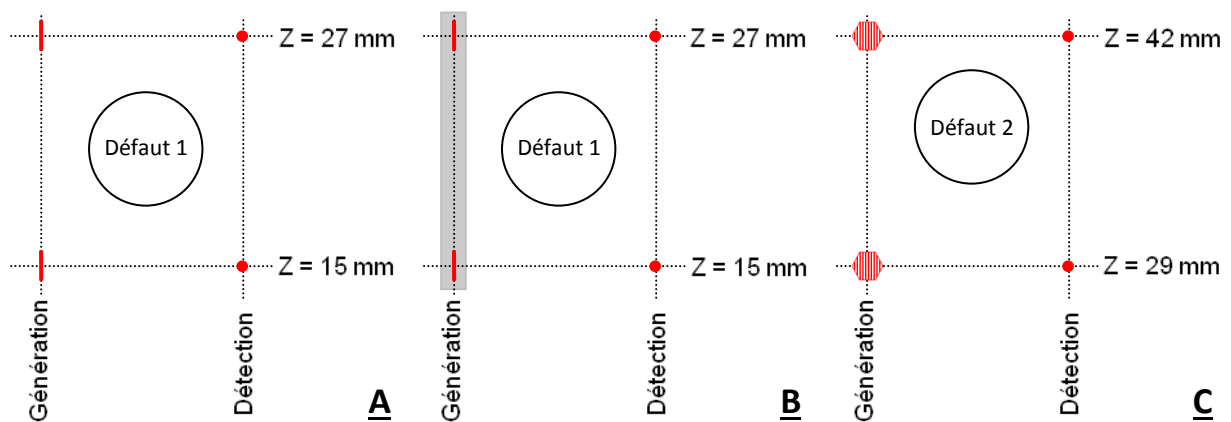


Figure 5.13 : Représentation schématique des trois cartographies réalisées sur l'échantillon B en utilisant : A la méthode classique point source/point récepteur, B la méthode point source/point récepteur en présence d'une couche de marqueur au niveau de la génération et C la technique dite LIG.

### 5.3.2.1 Méthode point source/point récepteur classique

L'impulsion laser a été focalisée sur la couche d'or sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Chaque signal enregistré, dont la fréquence d'échantillonnage est de 500 MHz, correspond à une moyenne de 8 acquisitions.

Afin d'étudier l'effet du défaut d'adhérence 1 sur le premier mode de Rayleigh, une cartographie, dont la configuration est illustrée à la figure 5.13.A, a été réalisée. Celle-ci se fait en déplaçant l'échantillon par pas de 200  $\mu\text{m}$ . L'acquisition des signaux débute à la position  $Z = 15 \text{ mm}$  et se termine à la position  $Z = 27 \text{ mm}$  après avoir traversé la première zone circulaire sans couche d'accroche. Les résultats expérimentaux ainsi obtenus sont présentés à la figure 5.14. Sur celle-ci les couleurs chaudes correspondent aux amplitudes maximales du déplacement normal, à l'opposé des couleurs froides qui correspondent aux faibles amplitudes. Cependant, l'analyse de cette figure ne permet pas de détecter le défaut d'adhérence 1. En effet, les ondes de surface semblent ne pas être perturbées significativement par la présence de ce dernier. L'amplitude du premier mode de Rayleigh excité étant faible, il peut être intéressant de tenter d'augmenter celle-ci sans pour autant détériorer l'échantillon. Pour ce faire, nous plaçons sur ce dernier une fine couche de marqueur noire et focalisons la source linéique sur celle-ci. La couche de marqueur sera vaporisée et nous obtiendrons des effets similaires au régime d'ablation.

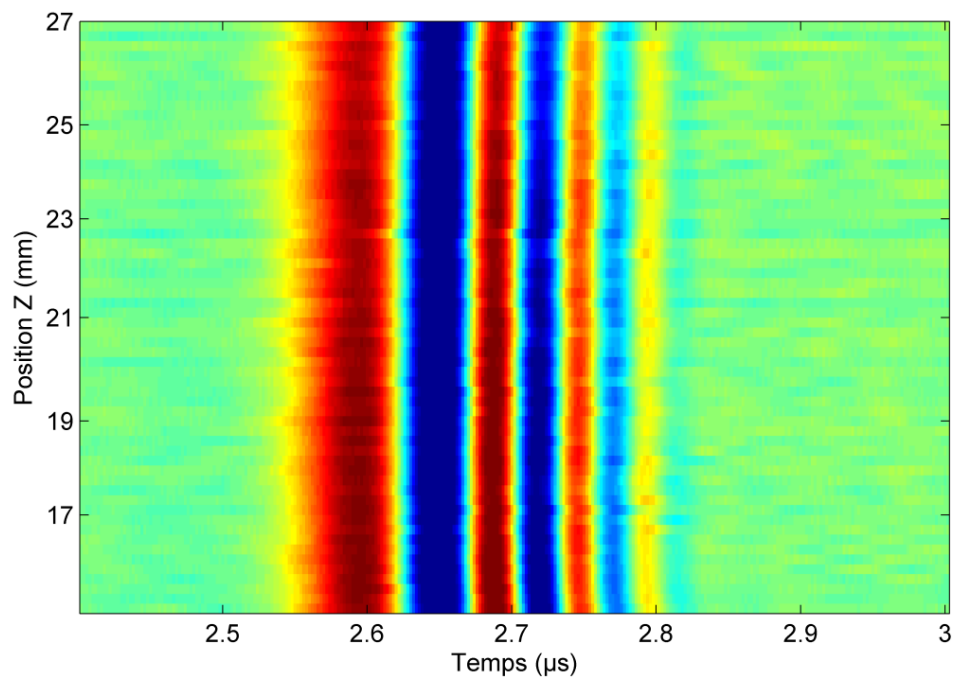


Figure 5.14 : Amplitude normalisée du premier mode de Rayleigh en fonction du temps pour différentes positions en Z. Les signaux temporels sont acquis tous les 200  $\mu\text{m}$ .

### 5.3.2.2 Méthode point source/point récepteur en présence d'une couche de marqueur

Pour cette cartographie, l'acquisition des signaux se fait, comme précédemment, de la position  $Z = 15 \text{ mm}$  à la position  $Z = 27 \text{ mm}$ . La configuration utilisée est celle de la figure 5.13.B. L'impulsion laser est focalisée sur une couche de marqueur, toujours sous la forme d'une ligne source d'environ 5 mm de longueur et 0,5 mm d'épaisseur. Afin de garder une couche de marqueur convenable, un

seul tir laser est effectué entre chaque acquisition et le déplacement de l'échantillon s'effectue par pas de 500  $\mu\text{m}$ . La fréquence d'échantillonnage est de 250 MHz. Les résultats expérimentaux obtenus sont présentés à la figure 5.15.

Sur cette figure, nous pouvons apercevoir la forme circulaire du défaut ainsi que sa localisation entre les positions  $Z = 19 \text{ mm}$  et  $Z = 23 \text{ mm}$ , ce qui correspond à une dimension du défaut dans la direction  $Z$  de 4 mm. La représentation en 3 dimensions de la figure 5.16, nous donne une meilleure visualisation de ce dernier. La présence du défaut d'adhérence induit un retard du premier mode de Rayleigh, retard d'autant plus important que les fréquences sont élevées et que la longueur du défaut dans la direction de propagation est grande. Autrement dit, plus la fréquence est élevée et plus la vitesse des ondes de surface est réduite. Ceci est en très bon accord avec les courbes de dispersion théoriques précédemment étudiées. Remarquons que ce résultat ne peut être expliqué par l'absence des 20 nm de chrome. En effet, d'après les courbes de dispersion étudiées au chapitre 3, une diminution de l'épaisseur de la couche de chrome entraîne une augmentation de la vitesse des ondes de surface, ce qui est contraire à ce qui est observé ici. De plus, nous avons également vu qu'au produit fréquence  $\times$  épaisseur ici considéré, cette couche d'accroche avait une influence négligeable sur la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh.

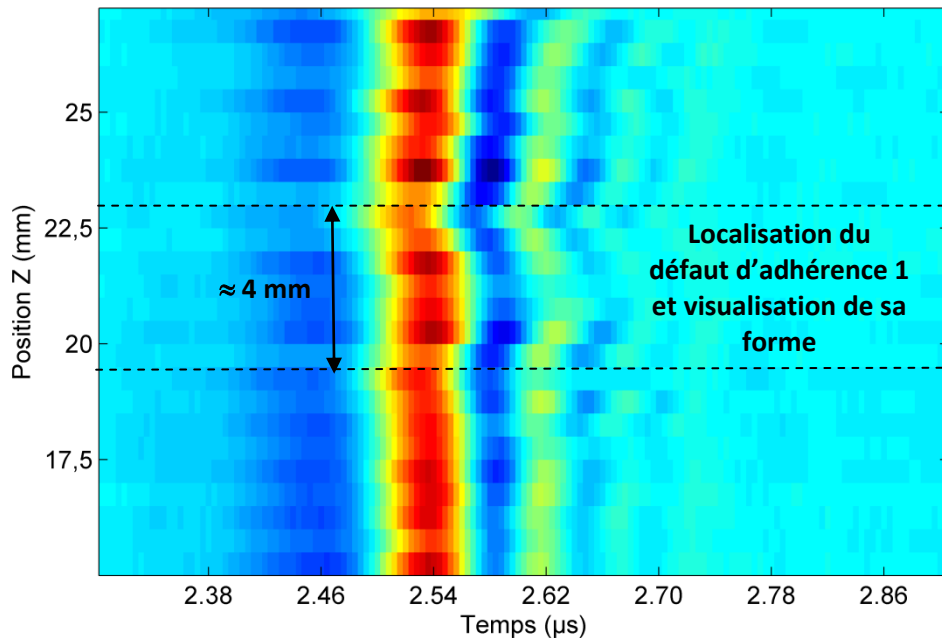


Figure 5.15 : Amplitude normalisée du premier mode de Rayleigh en fonction du temps pour différentes positions en Z. Les signaux temporels sont acquis tous les 500  $\mu\text{m}$ .

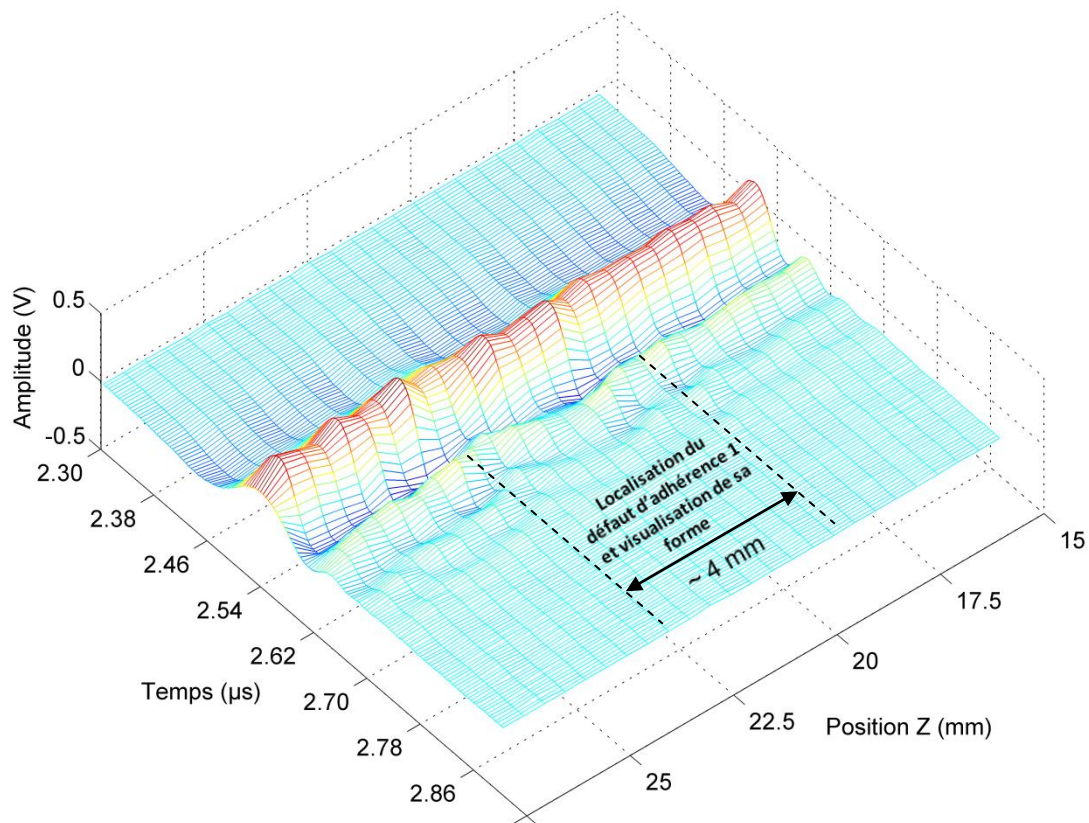


Figure 5.16 : Représentation 3D des signaux temporels acquis tous les 500 µm.

Ce procédé nous permet donc de localiser la présence d'un défaut d'adhérence. Cependant, il est difficile d'avoir une couche de marqueur uniforme. De plus, en raison du phénomène d'ablation, le pas du déplacement de l'échantillon doit être augmenté et l'enregistrement des signaux ne peut plus se faire en moyennant plusieurs tirs laser. La résolution de la cartographie ainsi obtenue s'en trouve donc réduite. L'effet du manque d'adhésion sur la propagation du premier mode de Rayleigh est également très peu visible en haute fréquence du fait de l'atténuation de celui-ci. Ainsi, la méthode LIG, permettant la génération d'ondes de surface quasi-monochromatiques, est utilisée par la suite afin d'obtenir les hautes fréquences du spectre avec une amplitude maximale, sans pour autant détériorer l'échantillon.

### 5.3.2.3 Méthode utilisant le réseau de sources linéiques thermoélastiques

Pour la caractérisation du défaut d'adhérence 2, quatre cartographies ont été réalisées. Pour chacune d'entre elles, les ondes de surface quasi-monochromatiques générées par le réseau de sources linéiques sont de fréquence centrale différente. Le défaut d'adhérence 2 se situant aux alentours de la position  $Z \approx 36,5$  mm et de la position  $Z \approx 40,5$  mm, ces cartographies se font entre les positions  $Z = 29$  mm et  $Z = 42$  mm (figure 5.13.C). Chaque signal enregistré, dont la fréquence



d'échantillonnage est de 500 MHz, correspond à une moyenne de 16 tirs laser. Les résultats obtenus sont donnés aux figures 5.17 à 5.20.

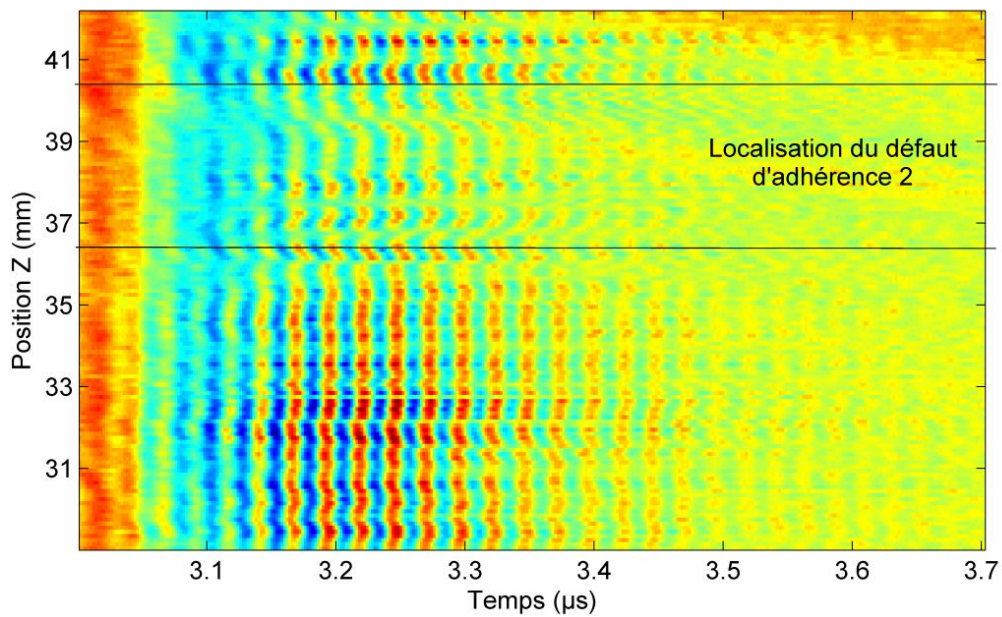


Figure 5.17 : Amplitude normalisée des signaux détectés en fonction du temps pour différentes positions en Z. La gamme de fréquence correspondant au réseau de sources induit est comprise entre 35 MHz et 42 MHz et les signaux temporels sont acquis tous les 200  $\mu\text{m}$ .

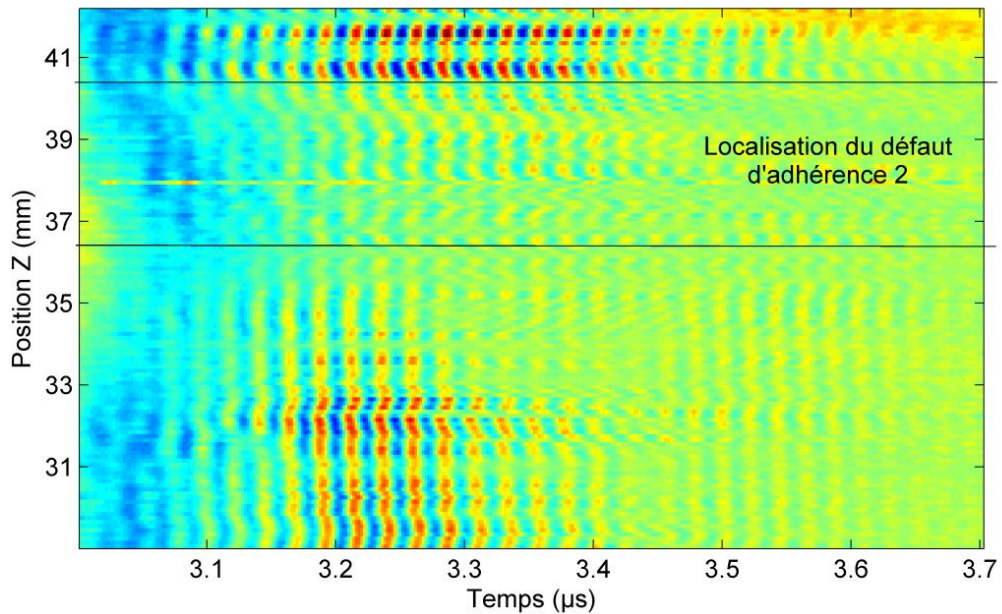


Figure 5.18 : Amplitude normalisée des signaux détectés en fonction du temps pour différentes positions en Z. La gamme de fréquence correspondant au réseau de sources induit est comprise entre 37 MHz et 45 MHz et les signaux temporels sont acquis tous les 200  $\mu\text{m}$ .



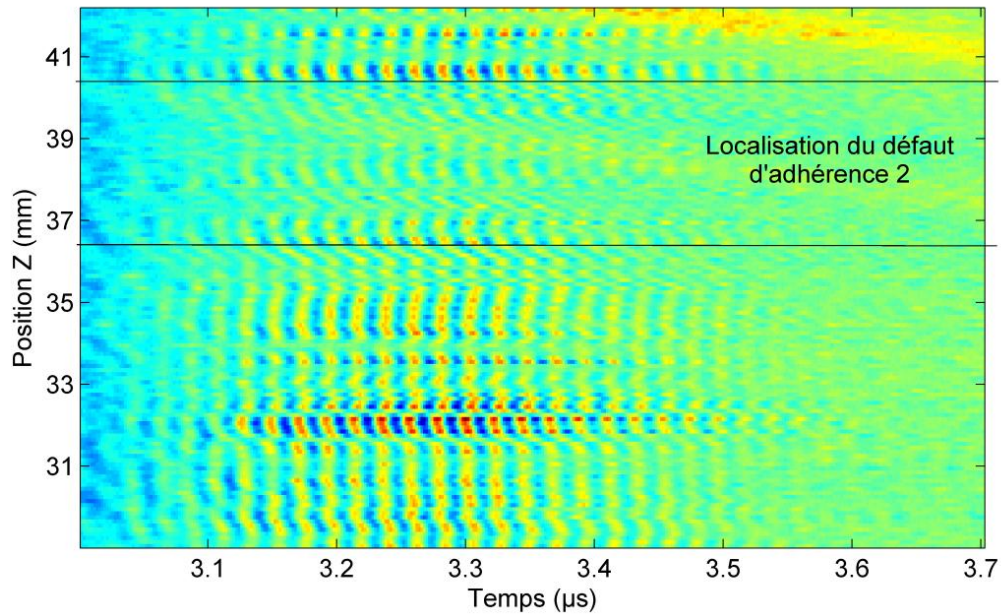


Figure 5.19 : Amplitude normalisée des signaux détectés en fonction du temps pour différentes positions en Z. La gamme de fréquence correspondant au réseau de sources induit est comprise entre 42 MHz et 48 MHz et les signaux temporels sont acquis tous les 200 μm.

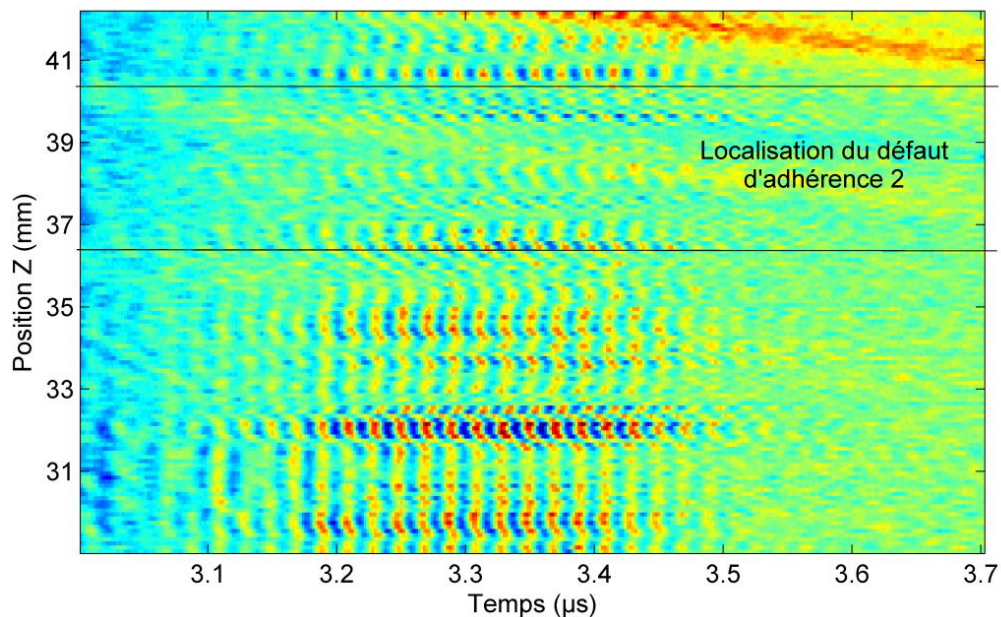
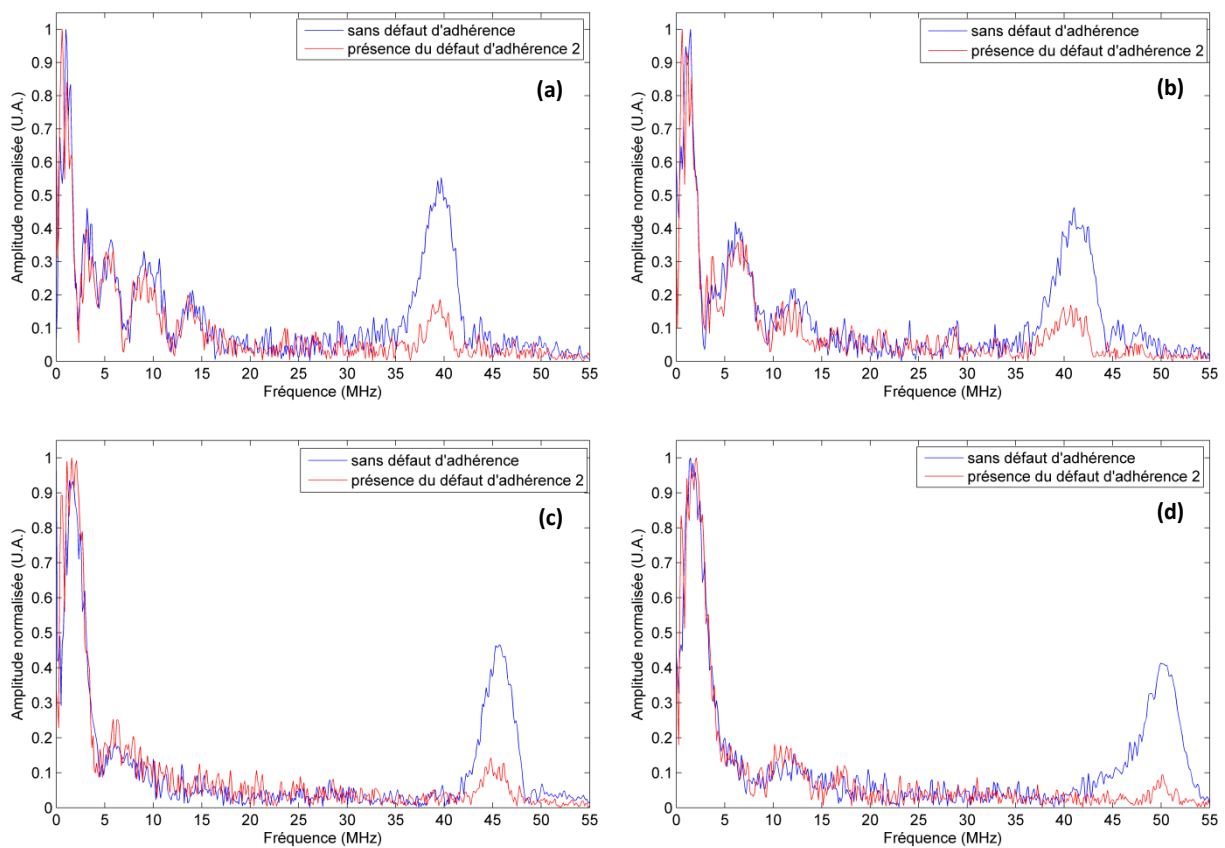


Figure 5.20 : Amplitude normalisée des signaux détectés en fonction du temps pour différentes positions en Z. La gamme de fréquence correspondant au réseau de sources induit est comprise entre 45 MHz et 55 MHz et les signaux temporels sont acquis tous les 200 μm.

Comme pour l'étude précédente, il est ici constaté que la vitesse des ondes de surface diminue en présence du défaut, conformément aux courbes de dispersion théoriques. Plus précisément, la forme du défaut apparaît sur les cartographies composées des signaux ayant la plus faible fréquence centrale (figures 5.17 et 5.18). Par contre, plus celle-ci augmente et plus il devient difficile, voire

impossible de distinguer la forme du défaut (figures 5.19 et 5.20). Cependant, sa position reste identifiable. En effet, le défaut d'adhérence atténue fortement l'amplitude de la partie haute fréquence des signaux. Cette atténuation est d'autant plus forte que la fréquence centrale considérée est élevée. D'autre part, la figure 5.20 présente de fortes atténuations localisées dans la zone hors défaut. Ceci permet d'avancer l'hypothèse d'une adhésion inégale dans cette zone. Pour compléter ces observations, les spectres fréquentiels des signaux avec et sans présence du défaut d'adhérence 2 sont présentés à la figure 5.21. Il peut ainsi être noté que le défaut d'adhérence affecte l'amplitude des plus hautes fréquences, son effet peut donc être assimilé à un filtre passe-bas.



**Figure 5.21 : Spectres fréquentiels des signaux avec et sans présence du défaut d'adhérence 2. La gamme de fréquence correspondant au réseau de sources induit est comprise entre 35 MHz et 42 MHz (a) 37 MHz et 45 MHz (b) 42 MHz et 48 MHz (c) 45 MHz et 55 MHz (d).**

## Conclusion

Dans ce chapitre, le concept d'adhésion a tout d'abord été défini et les effets sur la dispersion des modes de Rayleigh d'une modification des propriétés d'adhésion entre un film et son substrat ont ensuite été étudiés. Pour ce faire, les courbes de dispersion théoriques correspondant à différents

états d'adhésion ont été calculées à l'aide du modèle de sauts de déplacements. Ceci nous a permis de constater que la vitesse des modes de Rayleigh se propageant sur une structure du type couche mince sur substrat était d'autant plus faible que le niveau d'adhésion y était mauvais. Nous avons également noté que ce phénomène était visible à partir de la fréquence de transition.

Suite à ces constatations, divers essais ont été réalisés dans le but de mettre en évidence la non adhésion d'une couche d'or à son substrat de silicium. La technique point source/point récepteur ainsi que la méthode utilisant un réseau de sources linéiques thermoélastiques ont toutes deux été mises en œuvre dans différentes configurations. Nous avons pu remarquer, qu'au produit fréquence x épaisseur ici considéré, il était difficile de détecter une couche faiblement adhérente au moyen des courbes de dispersion expérimentales. En effet, une variation de l'épaisseur du film mince ou des paramètres élastiques de la structure influe sur les courbes de dispersion et rend ainsi difficile l'isolement de l'effet de l'adhésion.

C'est pourquoi, une méthode originale et complémentaire a été proposée permettant de distinguer clairement un fort niveau d'adhésion de la couche d'un faible. Ceci a été effectué en augmentant progressivement l'énergie de l'impulsion laser et en comparant les signaux acquis sur les structures présentant respectivement un bon et un mauvais état d'adhésion. Une diminution de l'amplitude du premier mode de Rayleigh se propageant sur la structure faiblement adhérente a premièrement été constatée en régime thermoélastique. L'ablation locale de la couche mince, a par la suite été observée sur cette même structure bien avant celle présentant une forte adhésion.

La détection de défauts d'adhérence localisés a également été rendue possible par l'augmentation de l'amplitude du premier mode de Rayleigh. Ceci a été mis en œuvre par le biais de l'ablation d'une couche de marqueur entre chaque tir laser mais également par le biais d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques.

Ainsi, les études réalisées dans ce chapitre nous ont permis de confirmer le fort potentiel des ultrasons-lasers pour la caractérisation de l'adhésion entre une couche mince et son substrat.

# Références bibliographiques du chapitre 5

- [1] E. DARQUE – CERETTI, E. FELDER, « Adhésion et adhérence » ISBN-10 : 2271060923, ISBN-13 : 978-2271060921, Sciences et techniques de l'ingénieur, CNRS Editions, 2003.
- [2] A. J. KINLOCH, « Review: The science of adhesion. Part 1: Surface and interfacial aspects », *Journal of materials science*, 15, pp. 2141-2166, 1980.
- [3] B. G. YACOBI, S. MARTIN, K. DAVIS, A. HUDSON, M. HUBERT, « Adhesive bonding in microelectronics and photonics », *Journal of Applied Physics*, vol.91, N°10, 2002.
- [4] M. AUFRAY, « Caractérisation physico-chimique des interphases époxyde-amine/oxyde ou hydroxyde métallique, et de leurs constituants », Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [5] M. OUAFTOUH, « Modélisation de la propagation ultrasonore au niveau de joints collés. Application au contrôle de la qualité d'adhérence. », Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, 1990.
- [6] P. RICHARD, « Etude de l'adhésion de films minces par microscopie acoustique », Thèse de Doctorat, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 1996.
- [7] 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.
- [8] K. L. MITTAL, « Adhesion measurement of thin films », *Electrocomponent Science and Technology*, Vol. 3, pp. 21-42, 1976.
- [9] S. BENAYOUN, J. J. HANTZPERGUE, « Les tests d'adhérence appliqués aux revêtements minces : une synthèse bibliographique », *Matériaux et Techniques*, N° 10-11-12, 2004.
- [10] A. A. VOLINSKY, N. R. MOODY, W. W. GERBERICH, « Interfacial toughness measurements for thin films on substrates », *Acta Materialia* 50, p. 441–466, 2002.
- [11] J. DU, B. R. TITTMANN, H. S. JU, « Evaluation of film adhesion to substrates by means of surface acoustic wave dispersion », *Thin Solid Films* 518, p. 5786–5795, 2010.

- [12] P. RICHARD, G. GREMAUD, J. THOMAS, A. KULIK et W. BENOIT, « Local Study of Thin-Film Adhesion by Surface Acoustic Waves and Subsurface Acoustic Microscopy Imaging », Journal de physique IV, Colloque C8, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, 1996.
- [13] L. DHAR, J. A. ROGERS, K. A. NELSON, F. TRUSELL, « Moduli determination in polyimide film bilayer systems: Prospects for depth profiling using impulsive stimulated thermal scattering », J. Appl. Phys. 77, 4431, 1995.
- [14] Y. H. LIU, T. T. WU, et C. K. LEE, « Application of narrow band laser ultrasonics to the nondestructive evaluation of thin bonding layers », J. Acoust. Soc. Am. 111 (6), 2638-2643, 2002.
- [15] L. ADLER, M. DE BILLY, G. QUENTIN, M. TALMANT, P. B. NAGY, « Evaluation of friction-welded aluminium-steel bonds using dispersive guided modes of a layered substrate », J. Appl. Phys. 68 (12), 1990.
- [16] J. POULIQUEN et B. ZOUHRI, « Aptitude des ondes de Rayleigh-Sezawa à caractériser l'adhérence », Journal de Physique IV, Colloque C5, supplément au Journal de Physique III, Volume 4, mai 1994.
- [17] S. PARTHASARATHI, B. R. TITTMANN, R. J. IANNO, « Quantitative acoustic microscopy for characterization of the interface strength of diamond-like carbon thin films », Thin Solid Films 300, p. 42–50, 1996.
- [18] X. XIAO, X. Y. YOU, « The determination for the adhesion of film and substrate by surface acoustic waves », Surface & Coatings Technology 201, p. 9594–9597, 2007.
- [19] X. Y. YOU, X. XIAO, « Applying surface acoustic waves technique for film adhesiveness determination », Surface Review and Letters, World Scientific Publishing Company, Vol. 16, No. 2, p. 287–290, 2009.
- [20] X. XIAO, X. M. SHAN, Y. L. LIU, « Evaluating of Adhesion Property of ULSI Interconnect Films by the Surface Acoustic Waves », Chin. Phys. Lett., Vol. 27, No. 1, 018502, 2010.
- [21] M. SCHOENBERG, « Elastic wave behavior across linear slip interfaces », J. Acoust. Soc. Am. Vol. 68(5), 1980.
- [22] M. OUAFTOUH, W. J. XU, M. OURAK et B. NONGAILLARD, « Evaluation de l'adhérence par ultrasons hautes-fréquences, Journal de physique IV, Colloque C1, supplément au Journal de Physique III, Vol. 2, 1992.

[23] A. PILARSKI, J. L. ROSE, « A transverse-wave ultrasonic oblique-incidence technique for interfacial weakness detection in adhesive bonds », J. Appl. Phys. 63, 300, 1988.



# Conclusion générale

Dans ce travail, la caractérisation non destructive et sans contact de structures du type couche sur substrat à l'aide des ultrasons-lasers a été étudiée. Les ondes de surface, dans une gamme de fréquence allant jusqu'à 45 MHz ont été privilégiées. Nous avons déterminé de manière originale les constantes élastiques des matériaux constituant de telles structures ainsi que l'épaisseur des couches minces considérées. Nous nous sommes aussi intéressés à l'interaction entre le premier mode de Rayleigh et certains défauts concernant la couche, comme par exemple l'effet d'une faible variation d'épaisseur, la présence de microfissures ou bien encore la mauvaise adhésion du film à son substrat.

Au premier chapitre, nous avons rappelé les principales méthodes de fabrication des couches minces et avons donné quelques-unes de leurs applications. Nous avons noté que ces techniques de dépôts pouvaient entraîner des changements des propriétés physiques au sein de la couche mais également y engendrer divers défauts. Le contrôle non destructif de telles structures s'est donc avéré indispensable. Après une revue des différentes méthodes existantes, les ultrasons-lasers, de par leurs nombreux avantages, sont apparus comme très bien adaptés à ce type de contrôle.

Au second chapitre, les principaux modes d'interaction laser-matière conduisant à la génération d'ondes ultrasonores dans un solide ont été présentés. Les diagrammes de directivité de ces ondes en mode thermoélastique dans un matériau homogène et isotrope ont été déterminés analytiquement et la propagation de ces ondes a été simulée par éléments finis. Les différentes méthodes optiques permettant la détection du déplacement normal de la surface d'un solide au passage de l'onde acoustique ont aussi été décrites. Dans une dernière partie, les deux dispositifs expérimentaux utilisés au cours de nos travaux ont été détaillés. Le premier dispositif est le plus classique puisque la génération des ondes de surface s'effectue en régime impulsionnel tandis que le second en permet une génération quasi-monochromatique.

Au troisième chapitre, nous avons étudié la propagation des ondes de surface dans les structures du type couche sur substrat. Après avoir rappelé les équations fondamentales de l'acoustique, les courbes de dispersion des modes de Rayleigh pour différentes configurations de couche déposée sur un substrat ont été obtenues à l'aide d'un programme que nous avons développé. Ces résultats ont été comparés avec des exemples de simulations par éléments finis. Nous avons également étudié l'influence des différents paramètres d'une structure composée d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium sur la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh. Celui-ci est apparu bien adapté à la caractérisation des films minces. A l'aide de la méthode dite des « matrices de



transfert », les courbes de dispersion pour une structure multicouche ont aussi été présentées. Ceci nous a permis de négliger les effets de la couche d'accroche aux fréquences considérées.

Au quatrième chapitre nous nous sommes consacrés à l'étude d'échantillons réalisés au sein de notre laboratoire. Ceux-ci sont constitués d'une couche d'or micrométrique déposée par évaporation sous vide sur un substrat de silicium. L'ensemble des paramètres élastiques de ce type de structure a été déterminé et l'épaisseur du dépôt a été obtenue. L'originalité de notre méthode a résidé dans l'utilisation simultanée des ondes de tête et de Rayleigh se propageant dans le substrat afin d'en évaluer ses paramètres élastiques. Ceux de la couche mince, ainsi que son épaisseur, ont ensuite été obtenus par une méthode d'inversion en faisant correspondre la courbe de dispersion expérimentale du premier mode de Rayleigh avec celle théorique. Nous avons montré que les principales limitations de cette méthode reposaient sur la maîtrise de l'épaisseur du dépôt. Il s'est donc avéré nécessaire de pouvoir mettre en évidence la non uniformité de l'épaisseur de la couche. L'interaction du premier mode de Rayleigh avec un tel défaut a donc été étudiée. Nous avons par ailleurs aussi décelé la présence de microfissures sur cette couche. D'autre part, nous nous sommes intéressés aux effets d'une absence localisée de couche de forme circulaire sur le premier mode de Rayleigh. Les simulations effectuées par éléments finis ont montré un très bon accord avec les résultats expérimentaux. Ce type de défaut de surface a des effets similaires à ceux d'une lentille acoustique qui serait sélective en fréquence et pourrait être à la base de la réalisation de différentes fonctions de traitement du signal.

Au cinquième chapitre, nous avons porté un intérêt particulier à l'adhésion d'une couche mince à son substrat. Les courbes de dispersion analytiques représentatives de différents états d'adhésion ont premièrement été obtenues à l'aide du modèle de sauts de déplacements. Ceci nous a permis de connaître l'effet d'une plus ou moins bonne adhésion sur la dispersion des modes de Rayleigh. Diverses études expérimentales en régime impulsionnel mais aussi quasi-monochromatique ont été effectuées sur un échantillon dont la couche était faiblement adhérente. Il a été montré qu'au produit fréquence x épaisseur ici considéré, il était difficile de déceler cette faible adhésion. Néanmoins, nous avons clairement mis en évidence qu'il existait un seuil d'énergie pour lequel la source était thermoélastique sur la couche adhérente et ablative sur la couche non adhérente. La détection de défauts d'adhérence localisés a aussi été effectuée en augmentant l'amplitude du premier mode de Rayleigh par l'ablation d'une couche de marqueur déposée sur une partie adhérente ou bien par l'intermédiaire d'un réseau de sources linéiques thermoélastiques.

Dans ce travail, nous avons donc répondu à nos principaux objectifs. En effet, une démarche originale a consisté à utiliser les ondes de tête et de Rayleigh se propageant dans un substrat ainsi qu'une

méthode d'inversion afin d'évaluer l'ensemble des paramètres pertinents d'une structure du type couche sur substrat. Différents modèles analytiques ont été décrits et mis en œuvre afin de rendre compte de certaines interactions ondes-défauts. Nous avons notamment pu mettre en évidence une faible variation d'épaisseur du film mince ainsi que la présence de microfissures. Nous avons également présenté une méthode innovante permettant de discerner avec certitude un faible niveau d'adhésion de la couche d'un fort. Différents essais nous ont par ailleurs permis de localiser des défauts d'adhérence présents au sein d'une structure fortement adhérente.

Les principales limitations concernant la détermination des paramètres élastiques de la couche mince proviennent des variations d'épaisseur de celle-ci. Nous pourrions envisager de prendre en compte le profil d'épaisseur de la couche dans nos modèles, ce qui nous permettrait notamment d'obtenir la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh se propageant dans une telle structure.

En ce qui concerne la quantification de l'adhésion d'un film à son substrat, il nous faudra différencier l'effet de celle-ci sur le premier mode de Rayleigh de l'effet d'une variation d'épaisseur de la couche sur ce même mode. Il pourrait aussi s'avérer utile d'utiliser les modes d'ordres supérieurs et d'étendre la méthode d'inversion à l'ensemble de ceux-ci. Certains d'entre eux pourraient se révéler plus ou moins sensibles à un de ces défauts.



# ANNEXE A

## RELATIONS ENTRE QUELQUES GRANDEURS ACOUSTIQUES POUR UN SOLIDE ISOTROPE ET HOMOGENE

En fonction de :	$V_L, V_T$	$E, \nu$	$\lambda, \mu$
<b>Grandeur calculée :</b>			
<b>Vitesse de l'onde longitudinale</b> $V_L$	$V_L$	$\sqrt{\frac{E \cdot (1 - \nu)}{\rho \cdot (1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)}}$	$\sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}}$
<b>Vitesse de l'onde transversale</b> $V_T$	$V_T$	$\sqrt{\frac{E}{2\rho \cdot (1 + \nu)}}$	$\sqrt{\frac{\mu}{\rho}}$
<b>Coefficients de Lamé</b>	$\lambda$	$\rho \cdot (V_L^2 - 2V_T^2)$	$\frac{E \cdot \nu}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)}$
	$\mu$	$\rho \cdot V_T^2$	$\frac{E}{2(1 + \nu)}$
<b>Module de Young</b> $E$	$\rho \cdot V_T^2 \cdot \left(\frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2}\right)$	$E$	$\frac{\mu \cdot (3\lambda + 2\mu)}{\lambda + \mu}$
<b>Coefficient de Poisson</b> $\nu$	$\frac{V_L^2 - 2V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)}$	$\nu$	$\frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)}$
<b>Module élastique de volume</b> $K_V$	$\rho \cdot \left(V_L^2 - \frac{4}{3}V_T^2\right)$	$\frac{E}{3(1 - 2\nu)}$	$\lambda + \frac{2}{3}\mu$

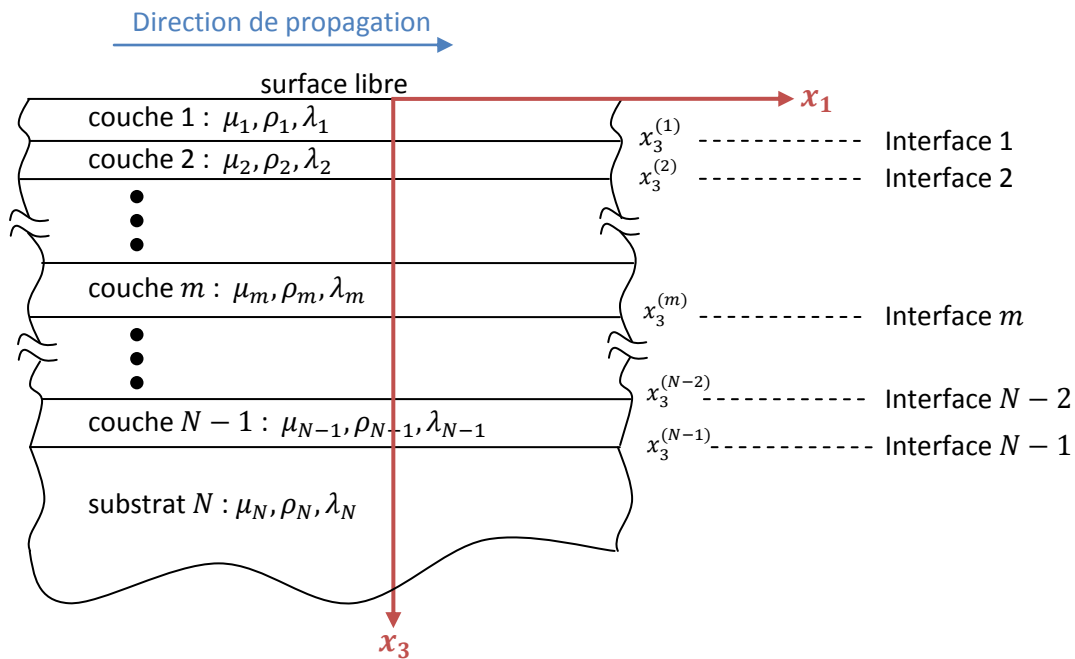
$\rho$  : Masse volumique du milieu.



# ANNEXE B

## DISPERSION DES ONDES DE SURFACE POUR DES STRUCTURES MULTICOUCHES SELON LA METHODE DE THOMSON ET HASKELL

On considère ici un milieu formé d'un empilement d'un nombre arbitraire  $N-1$  de couches solides homogènes et isotropes à faces parallèles déposées sur un substrat semi-infini. Le contact entre les différents éléments de la structure est considéré comme parfait. La configuration du système utilisé est illustrée à la figure B.1. L'axe  $x_1$  du repère de référence est pris parallèle aux couches et son sens positif est celui de la direction de propagation. L'axe  $x_3$  de ce même repère est quant à lui orthogonal aux différentes couches et son sens positif est dirigé vers le milieu considéré. La numérotation des différentes couches et interfaces se fait à partir de la surface libre.



**Figure B.1 :** Configuration du système utilisé pour une structure composée de  $N-1$  couches déposées sur un substrat semi-infini.

Chaque  $m^{\text{ième}}$  couche, ainsi que le substrat sont caractérisés par une série de paramètres qui sont :

- La densité :  $\rho_m$
- L'épaisseur de la couche :  $h_m$
- Les coefficients de Lamé :  $\mu_m, \lambda_m$
- La vitesse de propagation de l'onde longitudinale :  $V_{L_m} = [(\lambda_m + 2\mu_m)/\rho_m]^{1/2}$
- La vitesse de propagation de l'onde transversale :  $V_{T_m} = [\mu_m/\rho_m]^{1/2}$

Du chapitre 3, où l'on considérait une seule couche sur un substrat, on reprend les valeurs propres suivantes :

- $b_{(1)m} = -i \left[ 1 - (V_p/V_{T_m})^2 \right]^{1/2}$
- $b_{(2)m} = -i \left[ 1 - (V_p/V_{L_m})^2 \right]^{1/2}$

La méthode de THOMSON et HASKELL, prend en compte les phénomènes de réflexion et de transmission qui s'opèrent à l'intérieur de chaque couche. On considère donc la propagation de deux catégories d'ondes planes élastiques à l'intérieur de chaque couche : les ondes montantes qui se propagent selon les  $x_3$  négatifs et les ondes descendantes qui se propagent selon les  $x_3$  positifs. Ces ondes sont schématiquement représentées sur la figure B.2 et sont notées :

- $T_m^+$  pour l'onde transversale montante se propageant dans la couche  $m$ ,
- $T_m^-$  pour l'onde transversale descendante se propageant dans la couche  $m$ ,
- $L_m^+$  pour l'onde longitudinale montante se propageant dans la couche  $m$ ,
- $L_m^-$  pour l'onde longitudinale descendante se propageant dans la couche  $m$ .

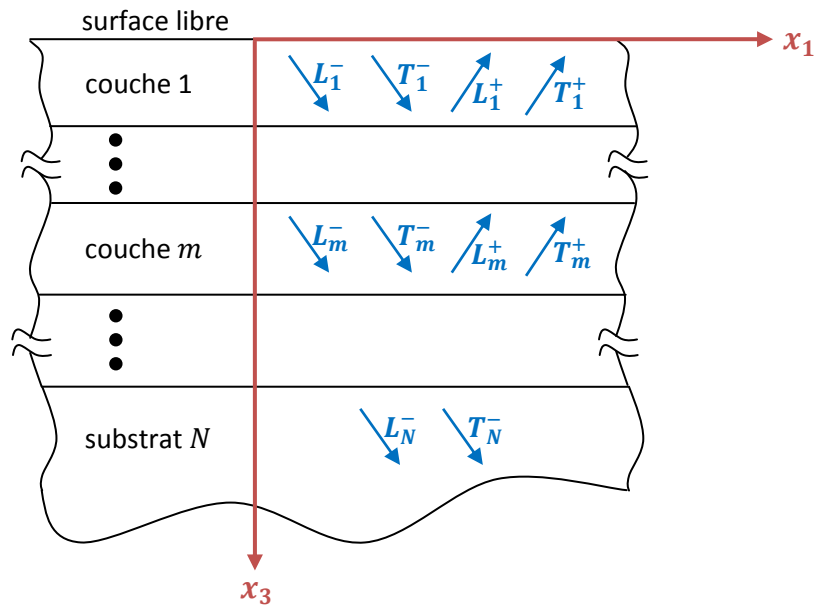


Figure B.2 : Représentation des ondes montantes et descendantes se propageant à l'intérieur de chaque couche.

Les composantes du tenseur de déformation dans la couche  $m$  notées  $S_m$  pour l'allongement et  $R_m$  pour la torsion sont définies par les relations suivantes :

$$S_m = \frac{\partial u_{1m}}{\partial x_3} + \frac{\partial u_{3m}}{\partial x_1} = e^{i(\omega t - kx_1)} \cdot [S_m^+ \cdot e^{ikb_{(2)m}x_3} + S_m^- \cdot e^{-ikb_{(2)m}x_3}] \quad (B.1)$$

$$R_m = \frac{1}{2} \cdot \left[ \frac{\partial u_{1m}}{\partial x_3} - \frac{\partial u_{3m}}{\partial x_1} \right] = e^{i(\omega t - kx_1)} \cdot [R_m^+ \cdot e^{ikb_{(1)m}x_3} + R_m^- \cdot e^{-ikb_{(1)m}x_3}] \quad (B.2)$$

Dans les équations (B.1) et (B.2) :

- $R_m^+$  et  $S_m^+$  sont des constantes liées respectivement à l'allongement et à la torsion dans le cas des ondes montantes se propageant dans la couche  $m$ .
- $R_m^-$  et  $S_m^-$  sont des constantes liées respectivement à l'allongement et à la torsion dans le cas des ondes descendantes se propageant dans la couche  $m$ .
- $k = \omega/V_p$  est le nombre d'onde de l'onde de Rayleigh.

Les composantes des déplacements  $u_{1m}$  et  $u_{3m}$  ainsi que la contrainte normale  $T_{33m}$  et la contrainte tangentielle  $T_{31m}$  peuvent être exprimées en fonction de  $S_m$  et  $R_m$  :

$$u_{1m} = -\left(\frac{V_{Lm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial S_m}{\partial x_1} - 2\left(\frac{V_{Tm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial R_m}{\partial x_3} \quad (\text{B.3})$$

$$u_{3m} = -\left(\frac{V_{Lm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial S_m}{\partial x_3} - 2\left(\frac{V_{Tm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial R_m}{\partial x_1} \quad (\text{B.4})$$

$$T_{33m} = \rho_m \left[ V_{Lm}^2 \cdot S_m + 2V_{Tm}^2 \cdot \left[ \left(\frac{V_{Lm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial^2 S_m}{\partial x_1^2} + 2\left(\frac{V_{Tm}}{\omega}\right) \cdot \frac{\partial^2 R_m}{\partial x_1 \partial x_3} \right] \right] \quad (\text{B.5})$$

$$T_{31m} = 2\rho_m V_{Tm}^2 \cdot \left[ -\left(\frac{V_{Lm}}{\omega}\right)^2 \cdot \frac{\partial^2 S_m}{\partial x_1 \partial x_3} + \left(\frac{V_{Tm}}{\omega}\right)^2 \cdot \left( \frac{\partial^2 R_m}{\partial x_1^2} - \frac{\partial^2 R_m}{\partial x_3^2} \right) \right] \quad (\text{B.6})$$

Les conditions aux limites à chaque interface du multicouche sont les mêmes que celles déterminées au chapitre 3 dans le cas d'une structure du type couche sur substrat. On retrouve donc pour l'interface  $x_3^{(m-1)}$  :

$$(u_{1m})_{x_3^{(m-1)}} = (u_{1m-1})_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.7})$$

$$(u_{3m})_{x_3^{(m-1)}} = (u_{3m-1})_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.8})$$

$$(T_{31m})_{x_3^{(m-1)}} = (T_{31m-1})_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.9})$$

$$(T_{33m})_{x_3^{(m-1)}} = (T_{33m-1})_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.10})$$

Et pour l'interface  $x_3^{(0)}$  :

$$(T_{311})_{x_3^{(0)}} = 0 \quad (\text{B.11})$$

$$(T_{331})_{x_3^{(0)}} = 0 \quad (\text{B.12})$$

Par ailleurs, sachant que la continuité des déplacements est assurée si les composantes de la vitesse de déplacement notées  $\dot{u}_1$  et  $\dot{u}_3$  sont continues, on peut utiliser les grandeurs  $\dot{u}_1/V_p$  et  $\dot{u}_3/V_p$  pour



remplacer les conditions aux limites définies en (B.7) et (B.8) par :

$$\left( \frac{\dot{u}_{1m}}{V_p} \right)_{x_3^{(m-1)}} = \left( \frac{\dot{u}_{1m-1}}{V_p} \right)_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.13})$$

$$\left( \frac{\dot{u}_{3m}}{V_p} \right)_{x_3^{(m-1)}} = \left( \frac{\dot{u}_{3m-1}}{V_p} \right)_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.14})$$

Pour une couche  $m$ , en posant  $x_3^{(m-1)} = 0$  et  $x_3^{(m)} = h_m$  et en utilisant la forme trigonométrique de  $e^{ikb_m x_3}$ , il est alors possible d'obtenir l'égalité suivante en substituant (B.1) et (B.2) dans (B.3) à (B.6) pour l'interface  $x_3^{(m)}$  :

$$\left( \begin{array}{c} \dot{u}_{1m}/V_p \\ \dot{u}_{3m}/V_p \\ T_{31m} \\ T_{33m} \end{array} \right)_{x_3^{(m)}} = D_m \left( \begin{array}{c} S_m^- + S_m^+ \\ S_m^- - S_m^+ \\ R_m^- + R_m^+ \\ R_m^- - R_m^+ \end{array} \right) \quad (\text{B.15})$$

où  $D_m$  est la matrice donnée par :

$$D_m = \left( \begin{array}{cccc} -(V_{Lm}/V_p)^2 \cos P_m & i(V_{Lm}/V_p)^2 \sin P_m & -\gamma_m b_{(1)m} \cos Q_m & i\gamma_m b_{(1)m} \sin Q_m \\ i(V_{Lm}/V_p)^2 b_{(2)m} \sin P_m & -(V_{Lm}/V_p)^2 b_{(2)m} \cos P_m & -i\gamma_m \sin Q_m & \gamma_m \cos Q_m \\ -\rho_m V_{Lm}^2 (\gamma_m - 1) \cos P_m & i\rho_m V_{Lm}^2 (\gamma_m - 1) \sin P_m & -\rho_m V_p^2 \gamma_m^2 b_{(1)m} \cos Q_m & i\rho_m V_p^2 \gamma_m^2 b_{(1)m} \sin Q_m \\ -i\rho_m V_{Lm}^2 \gamma_m b_{(2)m} \sin P_m & \rho_m V_{Lm}^2 \gamma_m b_{(2)m} \cos P_m & i\rho_m V_p^2 \gamma_m (\gamma_m - 1) \sin Q_m & -\rho_m V_p^2 \gamma_m (\gamma_m - 1) \cos Q_m \end{array} \right) \quad (\text{B.16})$$

avec :

- $\gamma_m = 2(V_{Tm}/V_p)^2$
- $P_m = kb_{(2)m} h_m$
- $Q_m = kb_{(1)m} h_m$

Pour l'interface  $x_3^{(m-1)}$  les conditions aux limites nous donnent :

$$\left( \begin{array}{c} \dot{u}_{1m-1}/V_p \\ \dot{u}_{3m-1}/V_p \\ T_{31m-1} \\ T_{33m-1} \end{array} \right)_{x_3^{(m-1)}} = E_m \left( \begin{array}{c} S_m^- + S_m^+ \\ S_m^- - S_m^+ \\ R_m^- + R_m^+ \\ R_m^- - R_m^+ \end{array} \right) \quad (\text{B.17})$$

avec :

$$E_m = \left( \begin{array}{cccc} -(V_{Lm}/V_p)^2 & 0 & -\gamma_m b_{(1)m} & 0 \\ 0 & -(V_{Lm}/V_p)^2 b_{(2)m} & 0 & \gamma_m \\ -\rho_m V_{Lm}^2 (\gamma_m - 1) & 0 & -\rho_m V_p^2 \gamma_m b_{(1)m} & 0 \\ 0 & \rho_m V_{Lm}^2 \gamma_m b_{(2)m} & 0 & -\rho_m V_p^2 \gamma_m (\gamma_m - 1) \end{array} \right) \quad (\text{B.18})$$

En combinant (B.15) avec (B.17), on obtient :

$$\begin{pmatrix} \dot{u}_{1m}/V_p \\ \dot{u}_{3m}/V_p \\ T_{31m} \\ T_{33m} \end{pmatrix}_{x_3^{(m)}} = D_m E_m^{-1} \begin{pmatrix} \dot{u}_{1m-1}/V_p \\ \dot{u}_{3m-1}/V_p \\ T_{31m-1} \\ T_{33m-1} \end{pmatrix}_{x_3^{(m-1)}} \quad (\text{B.19})$$

où  $E_m^{-1}$  est l'inverse de  $E_m$  et est égale à :

$$E_m^{-1} = \begin{pmatrix} -2(V_{Tm}/V_{Lm})^2 & 0 & (\rho_m V_{Lm}^2)^{-1} & 0 \\ 0 & V_p^2(\gamma_m - 1)/V_{Lm}^2 b_{(2)m} & 0 & (\rho_m V_{Lm}^2 b_{(2)m})^{-1} \\ (\gamma_m - 1)/\gamma_m b_{(1)m} & 0 & -(\rho_m V_p^2 \gamma_m b_{(1)m})^{-1} & 0 \\ 0 & 1 & 0 & (\rho_m V_p^2 \gamma_m)^{-1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.20})$$

La matrice de transfert de la couche  $m$  comprise entre l'interface  $x_3^{(m-1)}$  et  $x_3^{(m)}$  est alors donnée par :

$$A_m = D_m E_m^{-1} \quad (\text{B.21})$$

En combinant les conditions aux limites de chaque interface, on a :

$$\begin{pmatrix} \dot{u}_{1N-1}/V_p \\ \dot{u}_{3N-1}/V_p \\ T_{31N-1} \\ T_{33N-1} \end{pmatrix}_{x_3^{(N-1)}} = A_{N-1} A_{N-2} \cdots A_1 \begin{pmatrix} \dot{u}_{11}/V_p \\ \dot{u}_{31}/V_p \\ T_{311} \\ T_{331} \end{pmatrix}_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.22})$$

où le produit  $A_{N-1} A_{N-2} \cdots A_1$  est généralement appelé matrice globale.

Puis, en appliquant les conditions aux limites à l'interface  $x_3^{(N-1)}$ , on obtient :

$$\begin{pmatrix} S_N^- + S_N^+ \\ S_N^- - S_N^+ \\ R_N^- + R_N^+ \\ R_N^- - R_N^+ \end{pmatrix} = E_N^{-1} A_{N-1} A_{N-2} \cdots A_1 \begin{pmatrix} \dot{u}_{11}/V_p \\ \dot{u}_{31}/V_p \\ T_{311} \\ T_{331} \end{pmatrix}_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.23})$$

ou encore, en posant  $J = E_N^{-1} A_{N-1} A_{N-2} \cdots A_1$  :

$$\begin{pmatrix} S_N^- + S_N^+ \\ S_N^- - S_N^+ \\ R_N^- + R_N^+ \\ R_N^- - R_N^+ \end{pmatrix} = J \begin{pmatrix} \dot{u}_{11}/V_p \\ \dot{u}_{31}/V_p \\ T_{311} \\ T_{331} \end{pmatrix}_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.24})$$

Pour terminer, puisque dans le substrat nous avons  $S_N^+ = 0$  et  $R_N^+ = 0$  et puisque à la surface libre nous avons  $(T_{311})_{x_3^{(0)}} = 0$  et  $(T_{331})_{x_3^{(0)}} = 0$ , alors :

$$\begin{pmatrix} S_N^- \\ S_N^- \\ R_N^- \\ R_N^- \end{pmatrix} = J \begin{pmatrix} \dot{u}_{11}/V_p \\ \dot{u}_{31}/V_p \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.25})$$

Quatre équations distinctes sont ainsi déterminées :

$$S_N^- = J_{11} \cdot (\dot{u}_{11}/V_p)_{x_3^{(0)}} + J_{12} \cdot (\dot{u}_{31}/V_p)_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.26})$$

$$S_N^- = J_{21} \cdot (\dot{u}_{11}/V_p)_{x_3^{(0)}} + J_{22} \cdot (\dot{u}_{31}/V_p)_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.27})$$

$$R_N^- = J_{31} \cdot (\dot{u}_{11}/V_p)_{x_3^{(0)}} + J_{32} \cdot (\dot{u}_{31}/V_p)_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.28})$$

$$R_N^- = J_{41} \cdot (\dot{u}_{11}/V_p)_{x_3^{(0)}} + J_{42} \cdot (\dot{u}_{31}/V_p)_{x_3^{(0)}} \quad (\text{B.29})$$

En éliminant  $S_N^-$  par soustraction de (B.26) et (B.27) et  $R_N^-$  par soustraction de (B.28) et (B.29) on parvient à l'égalité suivante :

$$\begin{pmatrix} \dot{u}_{11} \\ \dot{u}_{31} \end{pmatrix}_{x_3^{(0)}} = \frac{J_{22} - J_{12}}{J_{11} - J_{21}} = \frac{J_{42} - J_{32}}{J_{31} - J_{41}} \quad (\text{B.30})$$

Dans cette dernière expression, chaque élément de la matrice  $J$  étant fonction de la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh  $V_p$  et du nombre d'onde  $k$ , l'équation de dispersion en vitesse de phase est alors obtenue lorsque :

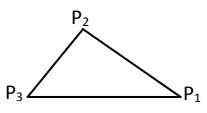
$$\frac{J_{22} - J_{12}}{J_{11} - J_{21}} - \frac{J_{42} - J_{32}}{J_{31} - J_{41}} = 0 \quad (\text{B.31})$$

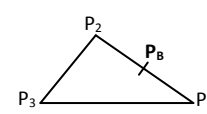
# ANNEXE C

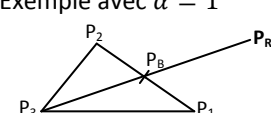
## METHODE DU SIMPLEXE POUR UN ESPACE A DEUX DIMENSIONS

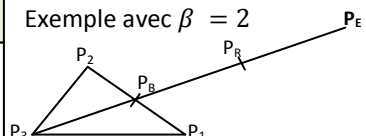
Objectif : Minimiser la fonction  $f(x)$ ,  $x$  appartenant à  $\mathbb{R}^2$ , à partir du simplexe initial défini par les points  $P_1, P_2, P_3$ .

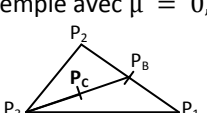
Le critère d'arrêt est  $f(x) < \varepsilon$ , où  $\varepsilon > 0$ .

<b>1 : Trier/Renuméroter</b>	
Renuméroter $P_1, P_2, P_3$ tel que : $f(P_1) \leq f(P_2) \leq f(P_3)$	

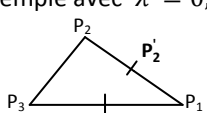
<b>2 : Définir <math>P_B</math></b>	
$P_B$ est le barycentre des deux meilleures solutions : $P_B = \frac{1}{2}(P_1 + P_2)$	

<b>3 : Réflexion <math>P_3/P_B</math></b>	Exemple avec $\alpha = 1$
$P_R = P_B + \alpha(P_B - P_3)$ avec $\alpha > 0$	

<b>Fin d'itération</b> Remplacer $P_3$ par $P_R$	Comparer $f(P_R)$ avec $f(P_1), f(P_2), f(P_3)$	$f(P_R) < f(P_1)$	<b>3b : Expansion de <math>P_R</math></b>	Exemple avec $\beta = 2$ $P_E = P_B + \beta(P_B - P_3)$ avec $\beta > 1$	
---	---	-------------------	---	--	---

<b>4 : Contraction <math>P_3/P_B</math></b>	Exemple avec $\mu = 0,5$
$P_C = P_B + \mu(P_3 - P_B)$ avec $0 < \mu < 1$	

<b>Fin d'itération</b> Remplacer $P_3$ par $P_C$	Comparer $f(P_C)$ avec $f(P_3)$	$f(P_C) < f(P_3)$	Comparer $f(P_E)$ avec $f(P_R)$	$f(P_R) < f(P_E)$	<b>Fin d'itération</b> Remplacer $P_3$ par $P_E$
---	---------------------------------	-------------------	---------------------------------	-------------------	---

<b>5 : Rétrécissement du simplexe</b>	Exemple avec $\lambda = 0,5$
$P'_2 = P_1 + \lambda(P_1 - P_2)$ $P'_3 = P_1 + \lambda(P_1 - P_3)$ avec $0 < \lambda < 1$	

<b>Fin d'itération</b> Remplacer $P_2$ par $P'_2$ Remplacer $P_3$ par $P'_3$
--

A chaque fin d'itération, on effectue l'étape 1 (Trier/Renuméroter) et on teste le critère d'arrêt :  $f(P_1) < \varepsilon$ .

La meilleure solution numériquement trouvée étant alors  $P_1$ .



# ANNEXE D

## PRINCIPE DE LA TRANSFORMEE DE FOURIER A DEUX DIMENSIONS

La transformée de Fourier à deux dimensions est une technique de traitement du signal classiquement utilisée pour l'analyse fréquentielle des signaux.

Le déplacement à la surface  $u(x, t)$  d'une onde de surface se propageant dans l'échantillon suivant la direction  $\vec{X}$  peut se mettre sous la forme analytique suivante :

$$u(x, t) = A(\omega) \cdot \exp(i(kx - \omega t - \varphi_0)) \quad (\text{D.1})$$

où  $A(\omega)$  représente l'amplitude de l'onde, qui dépend de la pulsation  $\omega$ ,  $k$  est le nombre d'onde et  $\varphi_0$  est la phase à l'origine. L'onde de surface présente donc des composantes qui varient en fonction du temps et de l'espace tout au long de sa propagation suivant la direction  $\vec{X}$ . Appliquer une transformée de Fourier à deux dimensions à cette équation permet d'obtenir l'amplitude de l'onde en fonction du nombre d'onde  $k$  et de la fréquence  $f$  :

$$H(k, f) = \iint u(x, t) \cdot \exp(-i(kx - \omega t)) \cdot dx \cdot dt \quad (\text{D.2})$$

Les résultats sont en général tracés sous la forme de graphique en trois dimensions, ou de surface. Les courbes de dispersion sont directement visibles sur ce genre de tracé.



# ANNEXE E

## PRINCIPE DE LA TRANSFORMEE EN ONDELETTES CONTINUE

La transformée en ondelettes est une technique de traitement du signal introduite par J. MORLET au début des années 1980. Elle est utilisée dans de nombreux domaines scientifiques comme la mécanique des fluides, le génie biologique et médical ou encore l'acoustique vocale.

L'ondelette mère est définie par une fonction  $O((t - u)/s)$  où  $t$  représente la variable temps,  $u$  est un paramètre de translation temporelle et  $s$  un paramètre d'échelle permettant d'effectuer une dilatation ou une contraction de la fonction  $O$ . Il est alors possible de définir une famille d'ondelettes filles dont l'expression est la suivante :

$$O_{u,s}(t) = \frac{1}{\sqrt{s}} O\left(\frac{t-u}{s}\right) \quad (\text{E.1})$$

La transformée en ondelettes continue d'un signal  $F(t)$  s'exprime alors par :

$$W_{u,s} = \int_{-\infty}^{+\infty} F(t) \cdot O_{u,s}^*(t) \cdot dt \quad (\text{E.2})$$

où \* représente le complexe conjugué.

Dans le domaine temporel pour une fréquence donnée, la transformée en ondelettes est simplement le résultat du filtrage du signal par un filtre passe-bande dont la fonction de transfert est particulière. En notant  $F_C$  la fréquence centrale de l'ondelette mère, les ondelettes filles seront centrées sur les fréquences  $(F_C/s)$ . Cette dernière relation permet de passer de la représentation temps-échelle à la représentation temps-fréquence.

La durée  $\Delta t$  et la bande passante  $\Delta f$  de chaque fonction analysante  $O_{u,s}(t)$  sont données par :

$$\begin{cases} \Delta t = s\Delta t_0 \\ \Delta f = \Delta f_0/s \end{cases} \quad (\text{E.3})$$

où  $\Delta t_0$  et  $\Delta f_0$  sont respectivement la durée et la bande passante de l'ondelette mère. Ces relations montrent qu'en basse fréquence ( $s$  grand), la résolution temporelle de la transformée en ondelettes est moins bonne qu'en haute fréquence mais que la résolution fréquentielle y est meilleure. Dans le plan temps-fréquence,  $\Delta t \Delta f$  est constant et vérifie l'inégalité de HEISENBERG  $\Delta t \Delta f \geq (1/4\pi)$ . La transformée en ondelettes d'un signal est souvent représentée sous la forme d'un scalogramme. Celui-ci est défini par  $|W_{u,s}|^2$ , il permet de connaître la répartition énergétique du signal  $F(t)$  dans le plan temps-fréquence.





# ANNEXE F

## PRINCIPE DE LA TRANSFORMEE DE HILBERT

La transformée de Hilbert, introduite par D. HILBERT, est un outil mathématique très utilisé en théorie du signal pour décrire l'enveloppe complexe d'une grandeur réelle modulée par un signal. Elle associe à un signal temporel  $x(t)$ , un signal en quadrature  $\tilde{x}(t)$  défini par :

$$\tilde{x}(t) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{x(\tau)}{t - \tau} d\tau \quad (\text{F.1})$$

Par définition,  $\tilde{x}(t)$  est appelé transformée de Hilbert de  $x(t)$  et  $\tau$  est une variable temporelle. Il peut être constaté que la fonction  $\tilde{x}(t)$  n'est autre que la convolution de  $x(t)$  avec une fonction  $g(t)$  donnée par :

$$g(t) = \frac{1}{\pi t} \quad (\text{F.2})$$

On a alors :

$$\tilde{x}(t) = x(t) * \frac{1}{\pi t} \quad (\text{F.3})$$

C'est donc une opération de filtrage du signal  $x(t)$  par un système linéaire de réponse impulsionnelle  $g(t)$ .

La transformée de Hilbert intervient dans l'étude des signaux causaux. Les signaux non-stationnaires sont souvent étudiés via leur signal analytique. Ce dernier, est calculé en utilisant la transformée de Hilbert. Le signal analytique associé à  $x(t)$  est défini par la fonction  $\hat{x}(t)$  comme suit :

$$\hat{x}(t) = x(t) + j\tilde{x}(t) \quad (\text{F.4})$$

Le module de ce signal analytique fournit l'enveloppe de  $x(t)$ , soit :

$$|\hat{x}| = \sqrt{x(t)^2 + \tilde{x}(t)^2} \quad (\text{F.5})$$





# **CARACTERISATION DE COUCHES MINCES PAR ONDES DE SURFACE GENEREES ET DETECTEES PAR SOURCES LASERS**

## **RESUME :**

Les dépôts effectués sur substrats de silicium sont très courants notamment dans le domaine de la microélectronique. Les propriétés physiques recherchées pour ce type de structures dépendent fortement de celles de la couche. Il apparaît donc essentiel de connaître les paramètres élastiques ainsi que l'épaisseur des films considérés. De plus, la détection de certains défauts concernant la couche est souvent recherchée.

L'objectif de ce travail a été de contribuer à la caractérisation de structures du type couche sur substrat. Pour cela, les ultrasons-lasers présentent de nombreux avantages puisqu'ils autorisent entre autres leur contrôle non destructif sans contact. Les ondes acoustiques de surface dans une gamme de fréquence s'étendant jusqu'à 45 MHz ont été utilisées. Nous avons développé différents modèles analytiques et les résultats expérimentaux ont aussi été comparés à certaines simulations par éléments finis.

Plus particulièrement, nous avons montré qu'il était possible d'obtenir l'ensemble des paramètres élastiques du substrat et de la couche ainsi que l'épaisseur de cette dernière. Par ailleurs, nous nous sommes aussi intéressés à la détection de certains défauts en régime impulsionnel mais aussi quasi-monochromatique. Des résultats originaux concernant l'effet d'une absence de couche de forme déterminée sur le premier mode de Rayleigh ou bien encore de problèmes d'adhésion ont été présentés. Sur ce dernier point, une méthode innovante permettant de distinguer un fort niveau d'adhésion d'un faible a aussi été introduite.

## **MOTS-CLEFS :**

Couches minces – Ultrasons-lasers – Mode de Rayleigh – Epaisseur – Constantes élastiques – Microfissures – Adhérence – Eléments finis.

---

# **THIN FILMS CHARACTERIZATION USING SURFACE ACOUSTIC WAVES GENERATED AND DETECTED BY LASER SOURCES**

## **ABSTRACT:**

Thin films deposited on silicon substrates are very common especially in microelectronic applications. The physical properties expected for these types of structures depend on the properties of the layer. Therefore, it is essential to know elastic parameters and thickness of the films considered. Furthermore, some layer defects detection is often required.

The aim of this work was to contribute to the characterization of structures composed of a single layer deposited on a substrate. For this, laser ultrasonics offers many advantages since it is nondestructive and non-contact method. Surface acoustic waves excited in a frequency range up to 45 MHz are used. Analytical models have been developed and experimental results have also been compared with some finite element simulations.

More specifically, we have shown that it was possible to obtain the thickness of the layer and all elastic parameters of both substrate and layer. In addition, we have been interested in the detection of various defects with a broadband and quasi-monochromatic excitation. Original results concerning the effect of a lack of layer with a specific geometry on the first Rayleigh mode or even adhesion problems were presented. Concerning this last point, an innovative method to tell difference between high and low adhesion was introduced.

## **KEYWORDS:**

Thin films – Laser ultrasonics – Rayleigh mode – Thickness – Elastic constants – Microcracks – Adherence – Finite elements.