



HAL
open science

Caractérisation numérique et expérimentale par ultrasons de matériaux à gradient fonctionnel

Yosra Dammak

► **To cite this version:**

Yosra Dammak. Caractérisation numérique et expérimentale par ultrasons de matériaux à gradient fonctionnel. Acoustique [physics.class-ph]. Université du Maine, 2016. Français. NNT : 2016LEMA1039 . tel-01618700

HAL Id: tel-01618700

<https://theses.hal.science/tel-01618700v1>

Submitted on 18 Oct 2017

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

Yosra DAMMAK

*Mémoire présenté en vue de l'obtention du
grade de Docteur de l'Université du Maine
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire*

École doctorale : SPIGA

Discipline : 60

Spécialité : Acoustique

Unité de recherche : Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine

Soutenue le 01 Juin 2016

Caractérisation numérique et expérimentale par ultrasons de matériaux à gradient fonctionnel

Directeur de thèse : **Jean-Hugh THOMAS**, Maître de conférences HDR (LAUM), Université du Maine

Co-directeur de thèse : **Mohamed-Hédi BEN GHOZLEN**, Professeur (LPM), Université de Sfax

JURY

Rapporteurs : **Bernard BONELLO**, Directeur de recherche au CNRS, Université Pierre et Marie Curie
Belgacem EL JANI, Professeur, Faculté des Sciences de Monastir

Examineurs : **Denis MOUNIER**, Maître de conférences HDR(IMMM), Université du Maine
Anouar NJEH, Professeur (LPM), Université de Sfax

Invité(s) : **Hassiba KETATA**, Professeure, Institut préparatoire aux études d'ingénieur de Sfax
Nourdin YAAKOUBI, Maître de conférences (LAUM), Université du Maine



Table des matières

Remerciement	6
Résumé	173
Introduction général	9
I Matériaux à gradient fonctionnel et leur caractérisation par contrôle non destructif	12
I.1 Introduction	13
I.2 Matériaux à gradient fonctionnel	13
I.2.1 Les types de FGM	13
I.2.2 Applications potentielles des FGM	15
I.2.3 Apport des ultrasons pour caractériser les FGM	16
I.3 Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu homogène	17
I.3.1 Propagation d'ondes dans les solides non piézoélectriques	17
I.3.2 Propagation d'ondes dans les solides piézoélectriques	17
I.3.3 Onde guidée à la surface d'un solide	20
I.3.4 Solution de l'équation de propagation	23
I.3.4.1 Équations différentielles ordinaires (ODE)	24
I.3.4.2 ODE adaptées aux milieux piézoélectriques	26
I.3.4.3 Conditions aux limites	27
I.4 Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu hétérogène	29
I.4.1 Onde plane dans l'hétérostructure	30
I.4.2 Relations de continuité au niveau de l'interface	32
I.4.3 Ondes de Rayleigh dans les structures de type couche mince sur substrat	33
I.4.3.1 Réduction du système d'équations	33

I.4.3.2	Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh	34
I.5	Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu à gradient de propriétés . .	36
I.5.1	Historique	36
I.5.2	Matrice de transfert	37
I.5.3	Matrice de raideur	37
I.5.3.1	Matrice de raideur étendue pour un milieu piézoélectrique .	40
I.5.3.2	Coefficient de couplage électromécanique	41
I.6	Application sur des structures à base de PZT-4D	42
I.6.1	Présentation du modèle numérique	43
I.6.2	Implantation du gradient de propriétés	43
I.6.3	Homostructure FGPM	45
I.6.3.1	Vitesse de phase	46
I.6.3.2	Coefficient de couplage électromécanique	47
I.6.4	Hétérostructure FGPM	50
I.6.4.1	Les modes de Rayleigh	50
I.6.4.2	Coefficient de couplage électromécanique	52
I.7	Conclusion	54
	Bibliographie du chapitre 1	54
II	Élaboration des couches minces	59
II.1	Introduction	60
II.2	Élaboration des couches minces par pulvérisation	60
II.2.1	La pulvérisation cathodique	61
II.2.2	La pulvérisation cathodique radiofréquence	62
II.2.3	La pulvérisation cathodique en mode magnétron	63
II.3	Principales applications des couches minces	64
II.3.1	Les couches minces pour les capteurs	64
II.3.2	Les interconnexion dans les dispositifs électroniques	65
II.3.3	Les couches minces pour les composants et les dispositifs électroniques	65
II.3.4	Les couches minces pour l'optique	66
II.3.5	Les couches de protection	66

II.4	Dépôt des couches métalliques sur le silicium	67
II.4.1	Présentation des échantillons réalisés	67
II.4.1.1	Le substrat utilisé	67
II.4.1.2	Les cibles métalliques	68
II.4.2	Méthode de dépôt utilisée	69
II.4.2.1	Pulvérisation cathodique du Cuivre (Cu) sur le silicium	70
II.4.2.2	Paramètres de pulvérisation des cibles utilisées	71
II.5	Mesure des épaisseurs des couches minces	72
II.5.1	Mesure des épaisseurs par profilomètre à contact	72
II.5.2	Mesure des épaisseurs par interférométrie	73
II.5.2.1	Imagerie de la frontière	73
II.5.2.2	Interférométrie et décalage des franges	75
II.5.2.3	Démodulation de la phase optique	80
II.5.2.4	Évaluation des épaisseurs des dépôts	84
II.6	Conclusion	85
	Bibliographie du chapitre 2	85
III	Génération et Détection des Ondes de Surface par Sources lasers	88
III.1	Introduction	89
III.2	Généralités sur la méthode optoacoustique : Ultrason-Laser	89
III.2.1	Génération et détection des ultrasons par lasers	89
III.2.2	Les avantages de la technique des Ultrasons-laser	91
III.3	Génération d'ondes élastiques par effet photothermique	92
III.3.1	Les modes de génération	92
III.3.1.1	Le régime thermoélastique	92
III.3.1.2	Le régime d'ablation	93
III.3.2	Génération thermoélastique	94
III.3.2.1	Source ponctuelle	96
III.3.2.2	Source linéique	97
III.4	Détection des ondes élastiques par Interférométrie	98
III.4.1	Interférométrie homodyne	98

III.4.2	Avantage et Inconvénient	100
III.5	Dispositifs expérimentaux de génération et de détection optiques des ondes acoustiques utilisés pour nos essais	100
III.5.1	Présentation du montage	100
III.5.2	Évaluation de la sensibilité de la chaîne de mesure interférométrique :102	
III.5.3	Évaluation de rapport signal à bruit	104
III.5.4	Mesure des déplacements par la méthode ligne source/point récepteur	106
III.6	Conclusion	113
	Bibliographie du chapitre 1	114
IV	Caractérisation de structures de type multicouche mince sur substrat	118
IV.1	Introduction	119
IV.2	Influence des paramètres du substrat sur les courbes de dispersion : étude numérique	120
IV.2.1	L'anisotropie du silicium	120
IV.2.2	Influence des paramètres du substrat sur la dispersion	125
IV.3	Influence des paramètres de dépôt sur les courbes de dispersion : étude numérique	129
IV.3.1	Anisotropie des couches	129
IV.3.2	L'épaisseur des couches	130
IV.3.3	Les constantes de rigidité	131
IV.3.4	Insertion d'une couche FGM	133
IV.4	Caractérisation d'une multicouche métallique déposée sur un substrat de silicium	136
IV.4.1	Détermination des courbes de dispersion expérimentales	136
IV.4.1.1	Traitement spectral	136
IV.4.1.2	Traitement avec la méthode Matrix Pencil	139
IV.4.2	Résultats des mesures	142
IV.4.3	Détermination d'épaisseur	149
IV.5	Caractérisation d'une variation d'épaisseur nanométrique	153
IV.6	Conclusion	159
	Bibliographie du chapitre 4	159
	Conclusion générale	163
A	Méthode ODE	165

B Méthode de la matrice de transfert	168
C Transformée de Fourier à deux dimensions	170
D Méthode "Matrix-Pencil"	171
Résumé	173

Remerciements

Ce travail de thèse résulte d'une collaboration entre le laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM) et le laboratoire de Physique des Matériaux de l'Université de Sfax. Mes travaux ont été dirigés par Messieurs Mohamed-Hedi BEN GHOZLEN, Professeur à la Faculté des Sciences de Sfax et Jean-Hugh THOMAS, Maître de Conférences habilité à diriger des recherches à l'Université du Maine. Je les remercie vivement de m'avoir accueillie au sein de leurs laboratoires afin de réaliser ce travail dans de bonnes conditions. Je les remercie aussi vivement pour la grande confiance qu'ils m'ont accordée tout au long de ces années ainsi que pour l'aide qu'ils m'ont apportée notamment au travers de critiques toujours constructives.

Je remercie particulièrement Mr. Denis MOUNIER, Maître de Conférences à l'IMMM de l'Université du Maine, pour sa contribution à la réalisation du montage optique, pour ses remarques pertinentes, enrichissantes et sa grande disponibilité.

Mes remerciements vont également à Mr. Nourdin YAAKOUBI, Maître de Conférences à l'Université du Maine pour sa contribution à la réalisation des échantillons dans la salle blanche à l'aide de la doctorante Meriam KHELFA.

Je voudrais également remercier Messieurs Belgacem EL JANI et Bernard BONELLO d'avoir accepté de rapporter mes travaux et tous les membres de jury de me faire l'honneur d'assister à ma soutenance de thèse.

Tout au long de cette thèse, j'ai eu la chance de travailler dans une ambiance chaleureuse, grâce à l'ensemble des doctorants du laboratoire. Je pense notamment à Sylvain AMAILLAND et Vivien DENIS qui ont partagé avec moi le bureau P12 à l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans (ENSIM). Je les remercie pour leurs bonnes humeurs, leurs joies et les nombreuses discussions que nous avons eues.

”La théorie, c'est quand on sait
tout et que rien ne fonctionne.

La pratique, c'est quand tout
fonctionne et que personne
ne sait pourquoi”

Albert Einstein

Résumé

Ce travail porte sur l'étude de structures multicouches à gradient de propriétés (FGM : Functionally Graded Materials). Ces matériaux sont apparus afin d'obtenir des dépôts aux caractéristiques nouvelles et innovantes. Les FGM sont désormais présents dans divers applications de haute technologie.

Un système multicouche à gradient de composition entre le cuivre et le nickel, a fait l'objet d'une étude expérimentale par l'application de la technique des ultrasons laser (LU) couplée à une étude numérique basée sur le formalisme de Stroh et la méthode de la matrice de raideur. Le travail de thèse est organisé autour de quatre chapitres. Le premier chapitre est dédié à l'aspect théorique de la propagation des ondes de surface dans une structure multicouche et à gradient de propriétés. Ainsi, un développement des méthodes numériques pour les matériaux dotés de la piézoélectricité est fourni. Le second chapitre se consacre à l'élaboration des échantillons utilisés dans notre étude et obtenus par pulvérisation cathodique. Le troisième chapitre présente la méthode opto-acoustique utilisée pour caractériser les échantillons réalisés. le dernier chapitre présente les résultats expérimentaux, confrontés aux résultats théoriques, décrivant le comportement dispersif des multicouches submicrométriques.

abstract

This thesis focuses on the study of multilayered and FGM systems (FGM : Functionally Graded Materials). The main purpose of this type of materials is to obtain deposits with new and innovative features and to increase the fracture toughness. From now on, FGM have been used in various high technology application. A multilayer system with a composition gradient of copper and nickel was studied experimentally by the application of the laser ultrasonics (LU) technique which was coupled to a theoretical study based on the ordinary differential equations (ODE) and the Stiffness Matrix Method (SMM). This PhD thesis is organized around four chapters. The first chapter is dedicated to a theoretical study of the propagation behavior of surface acoustic wave (SAW) in a multilayer system with à gradient of properties. Thus, the numerical methods developed for the

piezoelectric materials (FGPM) are presented. The second chapter is devoted to describe the setup for making the samples used in this study which were obtained by sputtering technique. The third chapter presents the experimental study dedicated to the measurement of surface wave velocities in many crystal orientations. The last chapter of the manuscript presents experimental results, compared to the theoretical results, describing the dispersive behavior of submicrometer multilayers.

Introduction générale

Le développement des micros et nano-technologies et l'amélioration des méthodes d'élaboration des couches minces (Physical Vapor Deposition PVD, Chemical Vapor deposition CVD) a permis d'ouvrir la voie à la construction de nouveaux matériaux permettant d'améliorer la performance des composants et des dispositifs électroniques réalisés en couches minces. Ce développement conduit à la réalisation de structures multicouches ou à gradient continu qui doivent être optimisées pour répondre à une application.

Afin de connaître les propriétés des films minces de quelques nanomètres d'épaisseur, qui diffèrent de celles des mêmes matériaux pris à l'état massif, des méthodes de caractérisation sont utilisées. Le but est de déterminer les épaisseurs des films et leurs paramètres élastiques. Cette caractérisation est importante pour assurer la durée de vie ou bien la fonctionnalité des dispositifs électroniques dans lesquels ils sont intégrés.

La technique basée sur les ultrasons laser est une méthode non destructive bien adaptée à ce genre d'études, le plus souvent en utilisant des ondes acoustiques guidées. Les ultrasons laser apportent certains avantages comme l'absence de contact, une bonne résolution spatiale, une large bande passante et la possibilité d'inspecter des structures à hautes températures. Cependant, pour des épaisseurs de couche submicrométriques, leur utilisation nécessite de recourir à des ondes acoustiques à des fréquences de l'ordre du gigahertz. Le dispositif optique utilisé dans la thèse a permis de satisfaire cette contrainte.

Dans cette thèse, la caractérisation des matériaux étudiés est envisagée selon deux approches :

- 1) Une approche numérique, qui traite la propagation des ondes élastiques dans les structures stratifiées ou à gradient de propriétés. Cette étude repose sur des outils théoriques, mathématiques et physiques permettant de comprendre les phénomènes fondamentaux mis en jeu et de fournir les courbes de dispersion des ondes acoustiques de surface au sein du matériau.
- 2) Une approche expérimentale, qui s'intéresse à l'élaboration des couches minces, la génération et à la détection d'ondes acoustiques de type surfacique par des méthodes

optiques (ultrasons-laser). Des méthodes de traitement de signal sont également mises en œuvre, permettant d'affiner les courbes de dispersion expérimentales obtenues.

Ces deux approches sont développées dans le mémoire de thèse qui se subdivise en quatre chapitres structurés de la manière suivante :

Au premier chapitre, nous commençons par définir le contexte général de notre étude qui s'articule autour du contrôle des structures de type FGM (Functionally Graded Materials), c'est-à-dire des matériaux à gradient de propriétés, par les ultrasons. Pour aborder les phénomènes de propagation des ondes élastiques, des rappels généraux sur l'élasticité dans les milieux non-piézoélectriques et dans les milieux piézoélectriques sont présentés. Les équations fondamentales de l'acoustique sont également développées. Elle conduisent à deux méthodes pour modéliser la propagation des ondes élastiques dans les structures multicouches ou possédant des gradients continus de propriétés, la méthode ODE (Ordinary Differential Equation) et la méthode SMM (Stiffness Matrix Method). A partir de ces méthodes, la propagation des ondes de Lamb et des ondes de surfaces de type Rayleigh est décrite dans un système piézoélectrique couramment utilisé, formé d'une hétérostructure film/substrat et d'une plaque, dont les propriétés élastiques et piézoélectriques varient avec l'épaisseur. L'originalité réside dans la création d'un gradient dû à un changement de la température lors de l'élaboration du matériau, ce qui représente un FGM relevant de la réalité.

Au second chapitre, nous détaillons les techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration d'une structure de type couche sur substrat en citant quelques unes de leurs applications, comme la réalisation de composants électroniques et de capteurs. Par la suite, les différents échantillons élaborés par pulvérisation cathodique au sein de la salle blanche du LAUM sont présentés. Ceux-ci sont composés d'un bicouche de cuivre/nickel et d'un tricouche de cuivre/constantan/nickel subnanométrique déposé sur un substrat de silicium. Ces échantillons ouvrent la porte de l'étude expérimentale des systèmes FGM à gradient de composition (alliage).

Au troisième chapitre, le principe de la méthode de caractérisation non destructive utilisée basée sur les ultrasons laser est présentée et les différents modes de génération des ondes ultrasonores sont étudiés. La technique de détection optique utilisée dans ce travail est la méthode interférométrique homodyne qui est détaillée. Le protocole de mesure est décrit, les étapes et les paramètres des mesures entreprises sont expliquées. Une justification des choix effectués est donnée.

Le quatrième chapitre commence par la présentation des résultats de l'étude numérique basée sur la matrice de raideur. Les tracés des courbes de dispersion des multicouches élaborés pour différentes conditions permettent d'étudier l'influence des paramètres du substrat et du multicouche sur la vitesse de propagation des ondes acoustique, et notamment l'influence d'une insertion d'une couche FGM (constantan) dans un bicouche cuivre/nickel. Dans un second temps, une méthode récente, particulièrement attrayante pour déterminer les relations dispersives, à partir des données expérimentales dans les multicouches, appelée Matrix-Pencil, est décrite. La dernière partie est consacrée à une étude comparative des résultats expérimentaux obtenus et des courbes calculées numériquement. L'adéquation entre les courbes de dispersion numériques et expérimentales dans les basses fréquences permet alors d'évaluer l'épaisseur de dépôt.

La thèse a été menée dans le cadre d'une cotutelle entre le laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM) et le laboratoire de Physique des Matériaux de l'Université de Sfax en Tunisie.

Chapitre I

Matériaux à gradient fonctionnel et leur caractérisation par contrôle non destructif

I.1 Introduction

Un système à gradient de propriétés (Functionally Graded Materials FGM) est un matériau hétérogène, présentant des propriétés mécanique, physique ou/et chimique différentes suivant une ou plusieurs directions. Le gradient en question peut être issu des procédés de fabrication ou bien hérité de mécanismes de vieillissement. Ces systèmes se retrouvent dans de nombreuses applications industrielles, que le gradient de propriétés soit volontairement élaboré ou fruit d'un vieillissement. Ce chapitre, commence par une étude bibliographique sur les types de FGM et leurs procédés de fabrication puis l'application potentielle de ce type de matériau dans l'industrie est abordée.

Ensuite, un bref rappel est donné sur la propagation des ondes ultrasonores dans le cas d'un milieu homogène anisotrope. La loi de Hooke, l'équation de propagation des ondes élastiques sont exposées. L'étude théorique est étendue pour traiter aussi la piézoélectricité. Des méthodes numériques développées par Tan [1] dans le cas de matériaux multicouches sont décrites. Elle sont basées sur un formalisme matriciel reliant les vecteurs d'état mixtes des deux interfaces de chaque couche. La première étape de la méthode numérique concerne la résolution du système ordinaire d'équation différentielle connu sous l'appellation ODE, et la deuxième étape concerne le calcul d'une matrice dite de raideur. L'approche permettra de simuler le phénomène de dispersion se produisant dans les matériaux plus complexes, hétérogènes multicouches et à gradient de propriétés.

I.2 Matériaux à gradient fonctionnel

I.2.1 Les types de FGM

Les matériaux à gradient fonctionnel sont avant tout des matériaux que l'on peut définir comme des systèmes multiphasiques multicomposants, présentant des interpénétrations moléculaires effectives entre eux, mais en rajoutant la notion de variation d'un des réseaux, chimiquement ou physiquement différent des autres, selon la section de l'échantillon. Ainsi, ces matériaux à gradient fonctionnel peuvent être schématisés par un empilement d'un nombre infini de couches, chacune étant une sous-couche à part entière avec sa propre composition, sa propre séparation de phase, et donc sa propre morphologie et ses propres

propriétés. Le gradient peut alors présenter n'importe quel profil (linéaire, sinusoïdal, parabolique etc ...) suivant l'application recherchée et la méthode de synthèse utilisée.

Avec le développement des méthodes d'élaboration, les systèmes fonctionnels FGM peuvent être manufacturés comme substrat ou film dans des dispositifs à ondes acoustiques de surface, communément appelés SAW (Surface Acoustic Waves), basés sur l'intégration des matériaux piézoélectriques. Dans ce cas, la notion de matériaux à gradient fonctionnel est étendue aux matériaux piézoélectriques, appelés matériaux à gradient fonctionnel piézoélectrique (FGPM). Des méthodes fiables sont nécessaires pour la mesure non destructive des propriétés des matériaux de la catégorie FGPM.

Il y a plusieurs procédés de fabrication des FGM et FGPM selon l'application désirée. Notamment pour les revêtements de surface, les méthodes de dépôt suivantes peuvent être utilisées [2][3] : CVD (dépôt chimique en phase vapeur), PVD (dépôt physique en phase vapeur), le sputtering, le dépôt par jet plasma... Cette dernière méthode est en plein développement et concerne la majorité des publications de ces dernières années. Les barrières thermiques sont la principale contrainte de ce type de revêtement. Shodja *et al.* [4] ont étudié les contraintes électromécaniques dans un système FGM/substrat avec un échauffement au niveau du contact. Il apparaît que ce type de solution est plus résistant à la fatigue thermique et à la fatigue mécanique que les revêtements classiques.

L'autre famille de FGM est constituée des FGM massiques dont la fabrication se fait par d'autres techniques, par exemple la métallurgie des poudres (frittage) [5].

Les métaux purs ont peu d'utilité dans les applications d'ingénierie à cause de leurs propriétés. Une application peut par exemple nécessiter un matériau dur et ductile, qui n'existe pas dans la nature avec ces propriétés. Pour résoudre ce problème, un métal est combiné avec d'autres métaux ou des couches métalliques selon l'application désirée : { métal/ métal}, { polymère/ métal}, { polymère/ céramique}, { polymère/ carbone}.

Le passage d'un système bicouche à un gradient de composition, du métal à la céramique, permet d'accommoder les différences physiques (CDT pour coefficient de dilatation thermique, module d'Young, etc.) de ces deux matériaux permettant ainsi d'améliorer les propriétés thermiques et mécaniques de l'ensemble et de limiter l'apparition de contraintes résiduelles responsables de la délamination du dépôt. Par exemple, Khor *et al.*, [6] ont montré que la résistance aux chocs thermiques d'un dépôt à gradient de composition de

NiCoCrAlY à ZrO₂ était cinq fois supérieure à celle d'un dépôt bicouche.

Les dépôts à gradient de propriétés évoluent donc d'un composé à l'autre, mais peuvent aussi évoluer d'une structure à l'autre, en passant par exemple d'un dépôt dense à un dépôt poreux ce qui permet une évolution graduelle des propriétés de la couche et notamment des caractéristiques élastiques et thermiques. On peut alors réaliser un dépôt à gradient de porosité entraînant, par exemple, une meilleure accommodation des contraintes, ou encore une augmentation de l'isolation thermique.

Deux voies principales sont utilisées pour la réalisation de FGM, soit en modifiant les conditions de projection (composition des gaz plasmagènes, intensité d'arc, distance de tir..), soit en faisant varier la nature et la composition des poudres initialement injectées. Pour obtenir des dépôts à gradient de porosité, il y a ajout au sein de dépôt d'éléments qui seront ensuite éliminés par un traitement post thermique. Ces éléments sont couramment appelés des porogènes (composés organiques, métalliques, céramique fondant...) et sont très utilisés, par exemple dans l'élaboration de matériaux céramiques pour des applications médicales et en particulier pour l'élaboration d'os artificiels.

Une fois la couche réalisée, les éléments peuvent être éliminés, soit par pyrolyse, soit par sublimation entraînant l'apparition de pores ou de fissures. L'intérêt de cette méthode est de pouvoir faire varier le taux de ces particules au sein de la poudre initiale du matériau à projeter permettant ainsi de contrôler le pourcentage de porosité et par la suite la variation du module de Young le long de la couche [7].

I.2.2 Applications potentielles des FGM

Plusieurs avantages conduisent à l'emploi des FGM massiques (multiphasiques) : par exemple une face avec un contenu élevé en céramique (phase céramique) peut fournir une haute résistance à l'usure, alors que la phase opposée avec un contenu élevé en métal (phase métallique) offre la haute dureté et la force. Une composition graduelle se situe entre les deux phases de métal et de céramique. La graduation améliore la ténacité de la face en céramique, et prévient d'un décollement céramique-métal. Ainsi, de tels matériaux sont très souhaitables pour des applications tribologiques.

La tribologie est en effet un domaine d'application important des FGM. Guler [8] [9] a étudié le contact de deux matériaux massifs avec des revêtements à gradient de propriétés

en fonction du type de variation des propriétés mécaniques dans la couche. Schwarzer [10] a montré qu'une couche avec un module de Young variable selon la profondeur est la plus adaptée pour protéger une pièce soumise à de fortes contraintes normales et tangentielles (figure I.1). Cette variation (valeur maximale, épaisseur) doit être adaptée en fonction des propriétés du substrat et du chargement. Ce type de modulation des propriétés est maintenant réalisable avec certains matériaux.

Avec ce type de FGM, la résistance à l'usure et une dureté élevée sont simultanément requises.

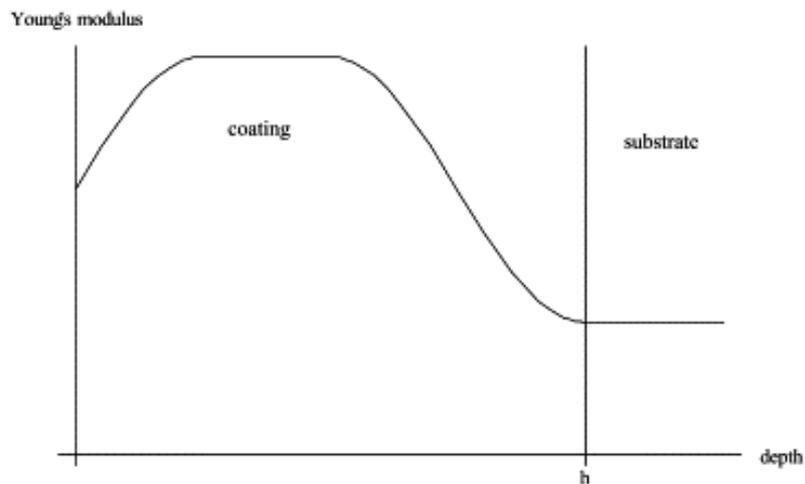


FIGURE I.1 – Variation optimale dans un revêtement, [10].

I.2.3 Apport des ultrasons pour caractériser les FGM

De nombreuses techniques sont employées pour caractériser les matériaux afin de déterminer leurs épaisseurs, leurs paramètres élastiques, leurs masses volumiques etc...

Les méthodes de caractérisation sont variées, certaines sont destructives, d'autres au contraire sont non destructives. Les méthodes ultrasonores, permettent de générer des ultrasons dans les pièces à contrôler selon deux voies :

- les méthodes avec contact utilisant un transducteur électroacoustique, générateur de vibrations mécaniques qui seront transmises à la pièce par couplage acoustique,
- les méthodes dites sans contact, qui permettent de contrôler des pièces de géométrie complexe sans craindre de les endommager.

Différentes techniques permettent la génération et la détection des ondes ultrasonores sans contact, comme la génération laser et la détection interférométrique [11] [12]. La caractérisation des matériaux par ultrasons nécessite une étude du problème de propagation des ondes acoustiques de surface décrite dans plusieurs travaux de recherche, qui ont proposé des méthodes numérique et analytique pour caractériser les ondes dans les matériaux à gradient de propriétés.

I.3 Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu homogène

I.3.1 Propagation d'ondes dans les solides non piézoélectriques

Les ondes élastiques se propageant dans une direction x_i au sein d'un solide résultent du déplacement u_i des particules sous l'action d'une force engendrant des contraintes. 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 [13] :

$$T_{ij} = C_{ijkl} S_{kl}, \quad (\text{I.1})$$

où T_{ij} et S_{kl} sont respectivement appelés tenseur des contraintes et tenseur de déformations. Les coefficients C_{ijkl} forment un tenseur appelé tenseur des constantes élastiques ou des rigidités élastiques.

L'équation de propagation s'obtient en appliquant le principe de la dynamique :

$$\frac{\partial T_{ik}}{\partial x_k} + f_i = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}, \quad (\text{I.2})$$

où f_i est la densité de force extérieure par unité de volume suivant l'axe x_i , ρ la masse volumique.

En tenant compte de la loi de Hooke et en négligeant la pesanteur (pas de force extérieure), l'équation du mouvement dans un solide anisotrope et non piézoélectrique s'écrit :

$$\rho \frac{\partial^2 u_l}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k}. \quad (\text{I.3})$$

I.3.2 Propagation d'ondes dans les solides piézoélectriques

La piézoélectricité est la propriété que présentent certains matériaux de se charger électriquement lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique : c'est l'effet direct,

qui permet d'utiliser ces matériaux comme capteurs (acquisition de signaux). L'effet piézoélectrique étant réversible, lorsque ces matériaux sont soumis à un champ électrique, ils se déforment ; c'est l'effet piézoélectrique inverse qui permet de les utiliser comme actionneurs. Ces deux effets sont illustrés à la figure I.2.

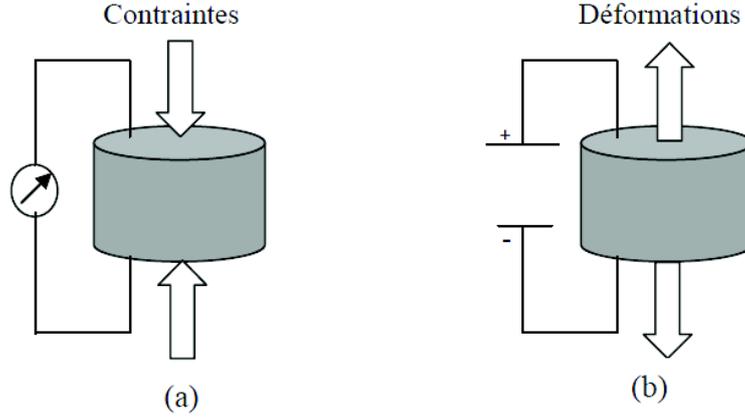


FIGURE I.2 – Effet piézoélectrique pour un cylindre de céramique piézoélectrique polarisé suivant l'axe vertical : (a) effet direct et (b) effet inverse.

Établissons maintenant les équations mathématiques qui décrivent le phénomène de piézoélectricité. Nous savons déjà qu'une déformation résulte de l'application d'une contrainte mécanique (loi de Hooke(I.1)). Cette déformation peut aussi s'écrire sous la forme

$$S_{ij} = s_{ijkl} T_{kl}, \quad (\text{I.4})$$

où la matrice s_{ijkl} est l'inverse de la matrice C_{ijkl} . Dans le cas d'un cristal piézoélectrique, l'application d'un champ extérieur \vec{E} peut également provoquer une déformation (effet piézoélectrique inverse). Un terme supplémentaire doit donc être ajouté à la loi précédente :

$$S_{ij} = s_{ijkl} T_{kl} + d_{kij} E_k, \quad (\text{I.5})$$

donnant :

$$T_{ij} = C_{ijkl} S_{kl} - e_{kij} E_k, \quad (\text{I.6})$$

où e_{kij} représente le tenseur des constantes piézoélectriques. L'équation (1.5) est la loi de Hooke généralisée en milieu anisotrope piézoélectrique.

Nous savons également qu'une déformation mécanique peut engendrer une polarisation au sein du matériau (effet piézoélectrique direct) : $P_i = \delta_{ijk} \times S_{jk}$. Cependant l'application d'un champ électrique peut elle aussi générer une polarisation au sein du matériau :

$P_i = \varepsilon_{ij} E_j$ où ε_{ij} est le tenseur de permittivité du matériau (ε_{ij} est symétrique [14]).

Les composantes du vecteur de polarisation totale \vec{D} s'écrit donc :

$$D_i = \varepsilon_{ij} E_j + \delta_{ijk} S_{jk}, \quad i = 1, 2, 3. \quad (\text{I.7})$$

\vec{D} est plus communément appelé déplacement électrique ou encore induction électrique.

Le tenseur δ_{ijk} traduit le couplage électromécanique pour l'effet piézoélectrique direct.

Puisque l'effet piézoélectrique inverse est le réciproque de l'effet piézoélectrique direct, il est possible de démontrer que le tenseur $e_{kij} = \delta_{ijk}$:

$$D_i = \varepsilon_{ij} E_j + e_{ijk} S_{jk}. \quad (\text{I.8})$$

Les équations (I.5) et (I.7) sont les équations fondamentales de la piézoélectricité.

l'équation (I.5) s'écrit en fonction du déplacement sous la forme suivante :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial \phi}{\partial x_k}, \quad (\text{I.9})$$

où ϕ est le potentiel électrique.

La Relation Fondamentale de la Dynamique (RFD)(I.2) peut être exprimée sous la forme suivante :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_j \partial x_k}. \quad (\text{I.10})$$

L'équation (1.9) est en réalité un système de trois équations à quatre inconnues, le potentiel ϕ venant s'ajouter aux trois composantes spatiales. Pour pouvoir résoudre ce système, il faut donc une quatrième équation. Cette équation peut être construite à partir de (1.7) et de la loi de Poisson dans un solide isolant :

$$\frac{\partial D_j}{\partial x_j} = 0. \quad (\text{I.11})$$

En injectant (1.7) dans la loi de Poisson, il vient :

$$e_{jkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_j \partial x_k} = 0. \quad (\text{I.12})$$

I.3.3 Onde guidée à la surface d'un solide

Les ondes de surface sont des ondes qui se propagent à la surface des matériaux dans une épaisseur de l'ordre de quelques longueurs d'onde. La vibration des particules dépend essentiellement de la nature du milieu et des conditions de propagation. Leurs amplitudes décroissent exponentiellement à l'intérieur du matériau. Une onde de surface peut se propager à l'interface entre un matériau solide ou liquide d'une part et l'air ou le vide d'autre part. C'est une onde de déplacement et de contrainte au sens de la théorie de l'élasticité. Par exemple, pour un solide cristallin, ce sont les atomes qui se déplacent en fonction du temps lors du passage de l'onde, bien qu'ils restent en moyenne à la même position. Les ondes de surface sont celles pour lesquelles le déplacement des particules est notable à la surface du matériau. Parmi les ondes de surface figurent les ondes de Rayleigh et les ondes de Love.

Onde de Lamb

Si l'on considère un milieu d'épaisseur finie (cas d'une plaque dans le vide), deux ondes de surface peuvent se propager sur chacune des interfaces libres lorsque l'épaisseur de la plaque est grande devant la longueur d'onde λ . Si l'épaisseur de la plaque est du même ordre de grandeur que λ , alors les ondes résultant du couplage des ondes partielles aux interfaces solide/vide peuvent se propager dans un matériau homogène isotrope. Ces ondes de plaque, dites onde de Lamb, sont dispersives et ont la particularité de mettre en mouvement la totalité de l'épaisseur de la plaque. Ces modes de Lamb sont classés en deux familles relatives aux symétries du champs de déplacement dans l'épaisseur de la plaque. On distingue donc les modes symétriques et antisymétriques, dont les déformations sont respectivement symétriques et antisymétriques dans l'épaisseur de guide (figure I.3).

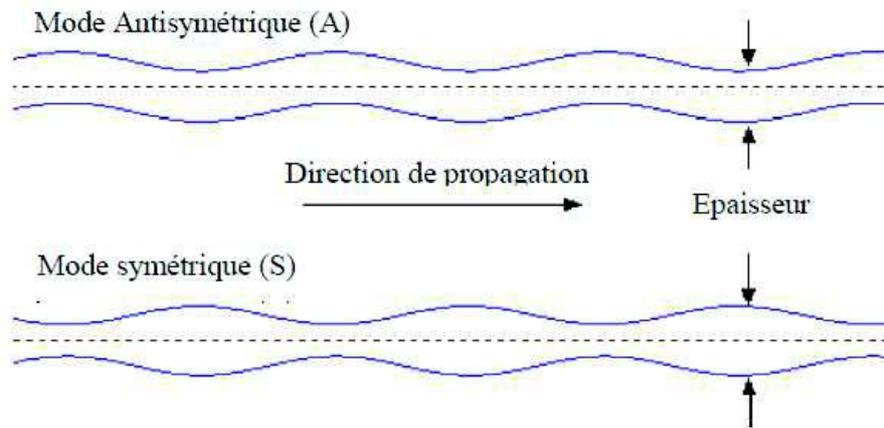


FIGURE I.3 – Ondes de Lamb se propageant dans un milieu homogène d'épaisseur h .

Onde de Rayleigh

Ces ondes de surface portent le nom du physicien Lord Rayleigh, qui les a découvertes en 1885 à l'occasion de ses travaux sur les tremblements de terre [15]. Ces ondes se propagent à la surface de tout milieu semi infini. Elles 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 [16] [17]. Dans le cas d'un milieu isotrope, le déplacement des particules est elliptique et situé dans le plan sagittal qui forme le plan perpendiculaire à la surface de propagation. Elles résultent de la composition d'une onde longitudinale de polarisation parallèle à la surface et d'une onde transversale perpendiculaire à celle-ci. Ces deux ondes se propagent à la même vitesse (dite vitesse de Rayleigh) indépendamment de la fréquence d'excitation. De même, l'amplitude du mouvement de ces ondes s'atténue très rapidement suivant l'épaisseur du milieu de propagation [18]. L'énergie de l'onde se concentre essentiellement sur une profondeur de l'ordre d'une longueur d'onde λ_R et le déplacement est quasi nul à partir d'une profondeur de deux longueurs d'onde (figure I.3)

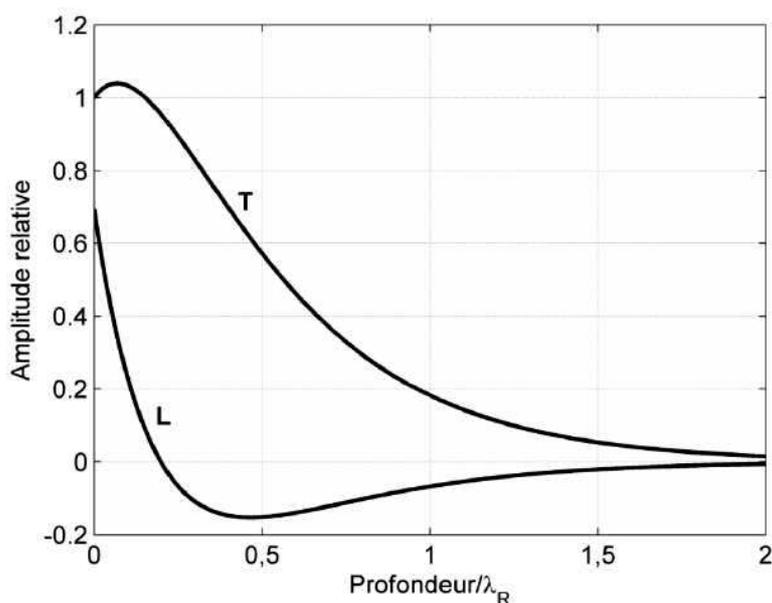


FIGURE I.4 – Décroissance des amplitudes des composantes longitudinale (L) et transversale (T) de l'onde de Rayleigh dans le silicium considéré comme isotrope [18].

Onde de Love

Les ondes de Love sont découvertes en 1911 par le physicien et géophysicien Augustus Love. C'est une onde transversale avec un déplacement des particules parallèle à la surface et perpendiculaire à la direction de déplacement de l'onde. Elle est dispersive et se propage dans un milieu constitué d'une couche sur un substrat, sous certaines conditions de symétrie et de vitesse des matériaux. Love a montré que la vitesse de propagation de l'onde, qui porte son nom, est comprise entre les vitesses transverses des deux milieux. Les ondes de Love ne peuvent d'ailleurs exister sans perte que si la vitesse transverse du substrat est supérieure à celle de la couche [13]. Les ondes de Love sont des ondes de cisaillement et présentent une propriété intéressante : leur célérité dépend du rapport de leur longueur d'onde à la dimension du milieu dans lequel elles se propagent. De ce fait, cette célérité dépend de la fréquence ; on dit que ces ondes sont dispersives. Les ondes de Love permettent de nombreuses applications pour les capteurs car le cisaillement n'est pas transmis dans les liquides.

Ces ondes acoustiques de surface (Rayleigh et Love) jouent un rôle important dans la

détection des contraintes résiduelles développées dans les matériaux [20]. En effet, ce type d'onde pénètre légèrement dans le matériau considéré (de l'ordre de quelques longueurs d'ondes), ce qui permet de détecter les contraintes résiduelles au niveau des couches. Des travaux assez récents ont montré que la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans un milieu élastique dépend des contraintes internes existant dans ce matériau [21].

I.3.4 Solution de l'équation de propagation

Fahmy et Adler [22] [23] ont exploité les relations constitutives de l'élasticité pour mettre en place une méthode générale de résolution des problèmes de propagation d'ondes planes monochromatiques dans les matériaux élastiques. Ils ont cherché à écrire le problème sous forme matricielle, en posant pour inconnus les déplacements et les contraintes du système et en ne faisant intervenir comme coefficients que les grandeurs directement dépendantes des propriétés intrinsèques du matériau, à savoir les vitesses de propagation des ondes élastiques ainsi que les constantes du matériau. La propagation des ondes de surface est fondée sur la résolution numérique des équations de propagation.

La résolution numérique des équations de mouvement s'exprime dans un système de coordonnées (x_1, x_2, x_3) où (x_1, x_3) désigne le plan sagittal. Le plan (x_1, x_2) représente la surface libre pour $x_3 = 0$. La direction de guidage se confond avec l'axe x_1 (figure I.5). Les équations de continuité sont établies numériquement en reprenant le modèle analytique mais en utilisant une vitesse de phase obtenue par des méthodes d'analyse numérique. L'idée consiste à proposer une valeur de la vitesse de phase, et à vérifier si cette vitesse permet de satisfaire les équations de propagation, les conditions aux interfaces, et les conditions aux limites. Le système d'équations de propagation admet une solution générale sous forme d'ondes planes monochromatiques de pulsation ω et de nombre d'onde k . Les déplacements u_i peuvent s'écrire sous la forme :

$$u_i = u_i^0 P_i e^{ik_3 x_3} e^{i(k_1 x_1 - \omega t)}, \quad (\text{I.13})$$

avec

l'indice $i=1,2,3$, indiquant la direction du déplacement,

u_i^0 l'amplitude de déplacement,

P_i la polarisation,

\vec{k} le vecteur d'onde avec $\vec{k} = \frac{\omega}{v} \vec{n}$,

$\omega = 2\pi f$ la pulsation,

\vec{n} la direction de propagation.

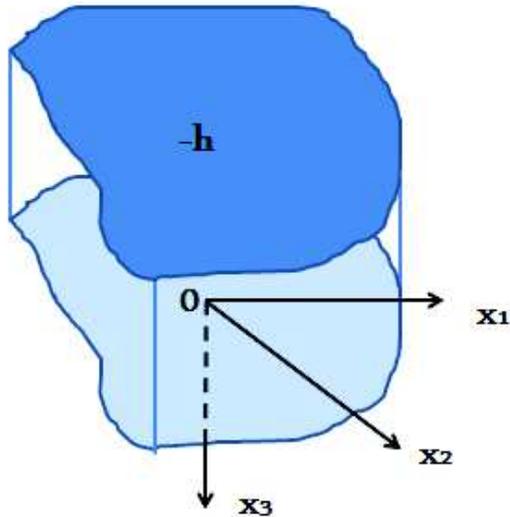
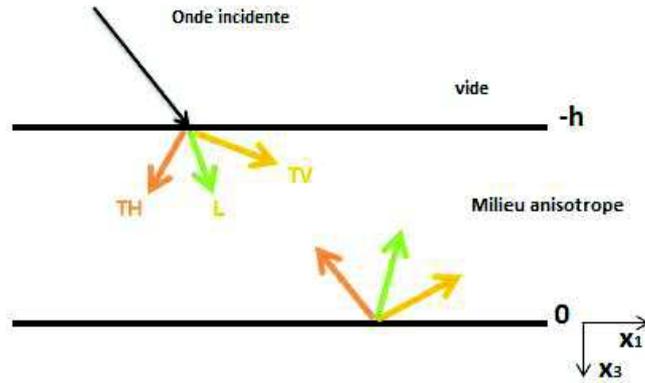


FIGURE I.5 – Système de coordonnées.

I.3.4.1 Équations différentielles ordinaires (ODE)

L'état vibratoire dans une couche homogène anisotrope est décrit par 6 ondes planes monochromatiques de pulsation ω dites ondes partielles. Trois sont dirigées vers le bas et les trois autres vers le haut (figure I.6).


 FIGURE I.6 – Ondes partielles se propageant dans un milieu homogène d'épaisseur h .

Le déplacement de l'onde dans ce milieu d'épaisseur h , s'exprime en fonction des déplacements des ondes partielles :

$$\vec{u} = \sum_{n=1}^6 \vec{u}^n. \quad (\text{I.14})$$

La méthode utilisée pour notre étude est celle du formalisme de Stroh [24]. Il est basé sur la formulation sous forme matricielle des équations différentielles du premier ordre à partir du vecteur d'état ξ ,

$$\xi = \begin{pmatrix} U \\ T \end{pmatrix}, \quad (\text{I.15})$$

où $U = [u_1 u_2 u_3]^T$ et $T = [T_{13} T_{23} T_{33}]^T$, sont respectivement les déplacements particuliers et le vecteur T_{i3} décrivant les contraintes interfaciales. L'exposant (T) représente l'opérateur transposé. La solution générale du vecteur d'état peut être représentée sous la forme suivante :

$$\xi(x_1, x_3, t) = \xi(x_3) e^{i(k_1 x_1 - \omega t)}. \quad (\text{I.16})$$

L'équation régissant l'état du vecteur ξ est donnée par un système d'équations différentielles introduisant ainsi le tenseur fondamental acoustique A [22] [23] telle que

$$\frac{\partial \xi(x_3)}{\partial x_3} = iA\xi. \quad (\text{I.17})$$

En fait le système (1.15) conduit à six équations différentielles couplées conformément aux blocs du tenseur fondamental acoustique A . Par ailleurs et ayant admis des solutions sous

forme d'ondes planes, l'équation (I.16) s'identifie à une équation aux valeurs propres. La diagonalisation conduit à la base des ondes partielles assurant le découplage des équations différentielles. Les valeurs propres s'identifient à l'ensemble des inconnues k_3 . Les vecteurs propres définissent des matrices permettant de remonter aux déplacements et contraintes au niveau des interfaces $x_3 = 0$ et $x_3 = -h$. Les ondes partielles au nombre de six, se subdivisent en trois ondes ascendantes et trois ondes descendantes (fig I.6). la reconnaissance de ces deux types d'ondes s'effectue généralement à travers le signe de la valeur propre correspondante k_3 .

En passant par un développement de la loi de Hooke et en intégrant les équations (I.13) aux équations (I.3) (voir Annexe A), on obtient le système d'équations

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial U}{\partial x_3} \\ \frac{\partial T}{\partial x_3} \end{pmatrix} = i \begin{pmatrix} -k_1 \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31} & -i \Gamma_{33}^{-1} \\ -i(\Gamma_{11} - \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31}) k_1^2 + i \rho \omega^2 I & -i k_1 \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U \\ T \end{pmatrix}. \quad (\text{I.18})$$

Le tenseur fondamental acoustique A pour un milieu non piézoélectrique est alors

$$A = \begin{pmatrix} -k_1 \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31} & -i \Gamma_{33}^{-1} \\ -i(\Gamma_{11} - \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31}) k_1^2 + i \rho \omega^2 I & -i k_1 \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.19})$$

La matrice (1.18) comprend toute l'information nécessaire au calcul des ondes partielles dans un solide non piézoélectrique avec I la matrice unité, Γ_{ik} les matrices 3×3 formées à partir des constantes élastiques, (voir Annexe A) telles que

$$\mathbf{\Gamma}_{\mathbf{ik}} = \begin{pmatrix} C_{1i1k} & C_{1i2k} & C_{1i3k} \\ C_{2i1k} & C_{2i2k} & C_{2i3k} \\ C_{3i1k} & C_{3i2k} & C_{3i3k} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.20})$$

I.3.4.2 ODE adaptées aux milieux piézoélectriques

Nous nous intéressons au cas des matériaux piézoélectriques. Le même modèle analytique va être considéré mais la résolution des équation de mouvement et de continuité va se faire en tenant compte des propriétés piézoélectriques du matériau. La formulation de Fahmy-Adler, nous a permis d'écrire l'équation de propagation des ondes planes dans un solide piézoélectrique en exprimant les tenseurs de contraintes et de déplacements généralisés en fonction des composantes des tenseurs élastique, piézoélectrique et diélectrique du matériau. Reprenons le système général d'équations décrivant la propagation d'une

onde dans un cristal anisotrope piézoélectrique (équations (I.9) et (I.11)). Dans ce cas, huit ondes planes monochromatiques se propagent dans le milieu, quatre dirigées vers le bas ($+x_3$) et quatre vers le haut ($-x_3$).

La méthode employée dans l'étude théorique est celle des équations différentielles ordinaires (ODE). Cette méthode est développée pour un matériau piézoélectrique en posant $\phi = u_4$:

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial u_4}{\partial x_k}, \quad (\text{I.21})$$

$$T_{ij} = e_{jkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial u_4}{\partial x_k}. \quad (\text{I.22})$$

Cette fois ci, le vecteur d'état ξ est défini par $\xi = \begin{pmatrix} U \\ T \end{pmatrix}$ avec $U = [u_1 u_2 u_3 u_4]^T$, $T = [T_{13} T_{23} T_{33} D_3]^T$ et le déplacement de l'onde plane dans ce milieu est la somme de huit déplacements partiels :

$$\vec{u} = \sum_{n=1}^8 \vec{u}^n. \quad (\text{I.23})$$

Le développement des équations de la piézoélectricité est détaillé dans l'Annexe A. Le tenseur fondamental acoustique A peut être écrit pour un milieu piézoélectrique, comme suit :

$$A = \begin{pmatrix} -k_1 \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31} & -i \Gamma_{33}^{-1} \\ -i(\Gamma_{11} - \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31}) k_1^2 + i \rho \omega^2 I & -i k_1 \Gamma_{13} \Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix}, \quad (\text{I.24})$$

où les sous matrices Γ_{ik} (4×4) ($i = 1, 3$ et $k = 1, 3$) dépendent des constantes élastique, diélectrique et piézoélectrique du matériau :

$$\Gamma_{\mathbf{ik}} = \begin{pmatrix} C_{1i1k} & C_{1i2k} & C_{1i3k} & e_{k1i} \\ C_{2i1k} & C_{2i2k} & C_{2i3k} & e_{k2i} \\ C_{3i1k} & C_{3i2k} & C_{3i3k} & e_{k3i} \\ e_{i1k} & e_{i2k} & e_{i3k} & -\varepsilon_{ik} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.25})$$

I.3.4.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites dépendent essentiellement de la nature des surfaces supérieure et inférieure du milieu : compte tenu de la faible densité de l'air comparativement à celle des matériaux solides, on peut considérer, au cours de la propagation, les surfaces libres du milieu, libres de toute contrainte, ce qui simplifie le calcul. Les conditions aux limites

du milieu libre, s'écrivent alors en annulant les contraintes normales et tangentielles sur les surfaces libres [25].

Conditions aux limites mécaniques

- Perpendiculaires au plan sagittal (Onde de Love) :

Annulation des contraintes transversales au niveau des surfaces libres :

$$T_{23}(-h) = T_{23}(0) = 0. \quad (\text{I.26})$$

- Dans le plan sagittal (Onde de Rayleigh-Lamb) :

Annulation des contraintes dans le plan sagittal au niveau des surfaces libres :

$$T_{13}(-h) = T_{13}(0) = 0, \quad (\text{I.27})$$

$$T_{33}(-h) = T_{33}(0) = 0. \quad (\text{I.28})$$

Conditions aux limites électriques

Pour décrire les ondes de surface dans un milieu piézoélectrique, les conditions aux limites électriques doivent être satisfaites. Deux configurations d'états électriques, sont prises en considération dans cette étude : circuit ouvert et court circuit.

Considérant le cas général des conditions aux limites électriques sur les surfaces libres : vide/matériau piézoélectrique ($x_3 = -h, x_3 = 0$), les densités surfaciques de charge σ_0 et σ_{-h} sont égales à la discontinuité du vecteur déplacement électrique D_3 à travers cette surface :

$$\sigma_0 = D_3(x_3 = 0^+) - D_3(x_3 = 0^-), \quad (\text{I.29})$$

$$\sigma_{-h} = D_3(x_3 = -h^+) - D_3(x_3 = -h^-), \quad (\text{I.30})$$

où : $D_3(x_3 = 0^-)$, $D_3(x_3 = -h^+)$ sont les déplacements électriques à l'intérieur du milieu piézoélectrique, et $D_3(x_3 = 0^+)$, $D_3(x_3 = -h^-)$ sont les déplacements juste en dehors du matériau piézoélectrique.

Hors de la plaque, dans les régions vides, le potentiel électrique D_3 est lié, du coté du vide, au potentiel ϕ par les relations

$$D_3(x_3 = 0^+) = -k_3 \varepsilon_0 \phi(x_3 = 0^+), \quad (\text{I.31})$$

$$D_3(x_3 = -h^-) = -k_3\varepsilon_0\phi(x_3 = -h^-), \quad (\text{I.32})$$

où ε_0 est la permittivité du vide.

En raison de la continuité du potentiel sur l'interface vide-solide piézoélectrique, traduit par $\phi(x_3 = 0^+) = \phi(x_3 = 0^-)$ et $\phi(x_3 = -h^+) = \phi(x_3 = -h^-)$, le déplacement électrique à la surface libre, en fonction des densités surfaciques de charge σ_0 et σ_{-h} et du potentiel $\phi = u_4$, s'exprime

$$D_3(x_3 = 0^-) = -\sigma_0 - k_3\varepsilon_0u_4(x_3 = 0^-), \quad (\text{I.33})$$

$$D_3(x_3 = h^+) = -\sigma_{-h} - k_3\varepsilon_0u_4(x_3 = -h^+). \quad (\text{I.34})$$

Par la suite, deux conditions aux limites électriques possibles sont considérées :

- La surface subit une métallisation (court-circuit (cc)), correspondant à l'annulation du potentiel électrique :

$$\phi(x_3 = -h) = 0, \quad (\text{I.35})$$

$$\phi(x_3 = 0) = 0. \quad (\text{I.36})$$

- La surface est non métallisée (circuit-ouvert(co)), correspondant à l'annulation de la densité de charges :

$$\sigma(x_3 = -h) = 0, \quad (\text{I.37})$$

$$\sigma(x_3 = 0) = 0. \quad (\text{I.38})$$

Les résultats (I.31-34) sont obtenus par application de la loi de Laplace $\Delta\phi = 0$ aussi bien dans la plaque que dans son voisinage.

I.4 Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu hétérogène

Dans la partie précédente, les caractéristiques des ondes de surface dans un milieu homogène fini libre ont été rappelées . Cette partie s'intéresse à la propagation de ces ondes dans une structure de couche mince sur substrat, comme illustré en figure I.7. Les interfaces couche-substrat et couche-surface libre se trouvent respectivement en $x_3 = 0$ et $x_3 = -h$.

Le film est d'épaisseur h , de masse volumique ρ^f , de tenseur de rigidité C_{ijkl}^f , déposé sur un substrat semi infini, de masse volumique ρ^s et de tenseur de rigidité C_{ijkl}^s .

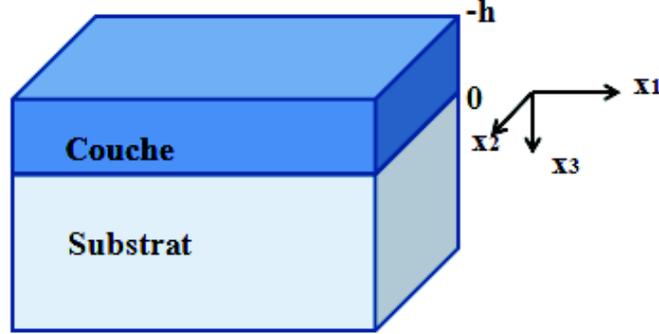


FIGURE I.7 – Système d'axes pour l'étude de la propagation dans une hétéro-structure.

Les paramètres et les variables liés au substrat seront désormais notés avec un exposant ' s ', ceux liés au film guidant avec un exposant ' f '. Le système de coordonnées est celui utilisé précédemment (figure I.4), avec (x_1, x_2) la surface libre, x_1 la direction de propagation, l'axe x_3 orienté positivement vers le substrat semi-infini.

I.4.1 Onde plane dans l'hétérostructure

Comme pour le cas précédent (milieu fini homogène), dans le film se propagent six ondes partielles (voir figure I.7). Ces ondes forment une base. Le déplacement global d'une particule, dans la couche, sera la somme des déplacements partiels dus à chacune des six ondes partielles :

$$U_f = \sum_{j=1}^3 [u_j^{+f} + u_j^{-f}], \quad (\text{I.39})$$

avec $U_f = [u_1^f, \quad u_2^f, \quad u_3^f]^T$,

et

$$u_j^{+f} = A_j^{+f} P_j^{+f} \exp(ik_3^{+f} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)), \quad (\text{I.40})$$

$$u_j^{-f} = A_j^{-f} P_j^{-f} \exp(ik_3^{-f} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)). \quad (\text{I.41})$$

Les ondes u_j^{+f} décrivent les ondes incidentes et les ondes u_j^{-f} les ondes réfléchies par le substrat (figure I.8). Les contraintes, dans la couche, liées à ce champ de déplacement

sont :

$$T_f = \sum_{j=1}^3 [T_j^{+f} + T_j^{-f}], \quad (\text{I.42})$$

avec $T_f = [T_{13}^f \quad T_{23}^f \quad T_{33}^f]^T$,

et

$$T_j^{+f} = A_j^{+f} d_j^{+f} \exp(ik_3^{+f} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)), \quad (\text{I.43})$$

$$T_j^{-f} = A_j^{-f} d_j^{-f} \exp(ik_3^{-f} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)). \quad (\text{I.44})$$

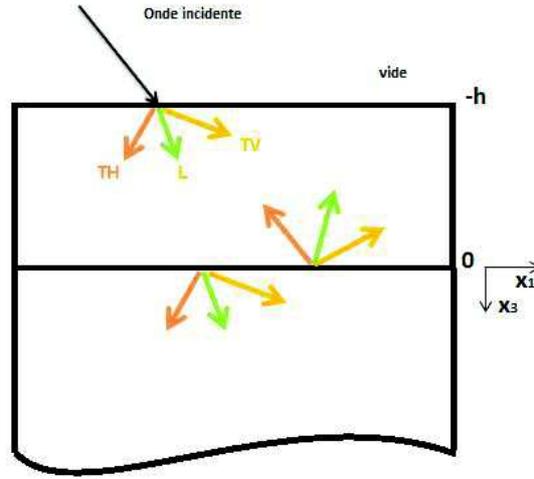


FIGURE I.8 – Ondes partielles dans un système couche mince/substrat

Dans le milieu semi-infini (le substrat), l'amplitude de l'onde recherchée doit tendre vers zéro lorsque la profondeur tend vers l'infini. Or les amplitudes des ondes réfléchies (-) augmentent exponentiellement avec la profondeur. Elles doivent donc être éliminées. Ainsi seules les ondes incidentes (+) sont prises en compte. L'onde recherchée dans le milieu semi-infini s'écrit sous la forme suivante :

$$U_s = \sum_{j=1}^3 u_j^{+s}, \quad (\text{I.45})$$

avec $U_s = [u_1^s, \quad u_2^s, \quad u_3^s]^T$,

et

$$u_j^{+s} = A_j^{+s} P_j^{+s} \exp(ik_3^{+s} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)), \quad (\text{I.46})$$

et leurs contraintes correspondantes s'écrivent :

$$T_s = \sum_{j=1}^3 T_j^{+s}, \quad (\text{I.47})$$

$$T_j^{+s} = A_j^{+s} d_j^{+s} \exp(ik_3^{+s} x_3) \times \exp(i(k_1 x_1 - \omega t)). \quad (\text{I.48})$$

La résolution du tenseur des conditions aux limites permet d'obtenir les amplitudes relatives A_j de chacune de ces ondes.

I.4.2 Relations de continuité au niveau de l'interface

La présence d'un film, sur la surface d'un substrat semi-infini, perturbe l'onde de surface qui devient dispersive, sa vitesse de propagation dépend alors de la fréquence. La dispersion des ondes de surface dans les structures de type couche sur substrat a initialement été analysée par Brimwich [26] et a largement été étudiée depuis [27], [28].

Les conditions aux limites et les relations de continuité dépendent de la nature de l'interface entre la couche et le substrat. Ici, le contact entre les deux milieux est supposé parfait. Les déplacements et les contraintes sont alors continus le long de l'interface entre les deux matériaux.

- Continuité du déplacement longitudinal à l'interface ($x_3 = 0$) :

$$u_1^f = u_1^s. \quad (\text{I.49})$$

- Continuité des déplacements transverses à l'interface ($x_3 = 0$) :

$$u_3^f = u_3^s, \quad (\text{I.50})$$

$$u_2^f = u_2^s. \quad (\text{I.51})$$

- Continuité des contraintes à l'interface ($x_3 = 0$) :

$$T_{31}^f = T_{31}^s, \quad (\text{I.52})$$

$$T_{32}^f = T_{32}^s, \quad (\text{I.53})$$

$$T_{33}^f = T_{33}^s. \quad (\text{I.54})$$

- Annulation des contraintes à la surface libre ($x_3 = -h$) :

$$T_{31}^f = T_{32}^f = T_{33}^f = 0. \quad (\text{I.55})$$

Rappelons que dans le film, six ondes partielles sont combinées tandis que dans le substrat, seulement 3 le sont.

I.4.3 Ondes de Rayleigh dans les structures de type couche mince sur substrat

I.4.3.1 Réduction du système d'équations

L'onde de Rayleigh, comme rappelé dans le paragraphe (I.3.3), ne présente pas d'effet dispersif lors de sa propagation dans un milieu semi-infini homogène, sa vitesse de propagation est indépendante de la fréquence [16], [20]. Cette vitesse ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau à la surface duquel l'onde se propage.

Au contraire, 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. L'examen de certains solides permet la réduction des matrices impliquées dans la résolution du système d'équations différentielles de la méthode ODE. En effet, la rotation du solide anisotrope modifie totalement ses propriétés élastiques (piézoélectrique et diélectrique pour un solide piézoélectrique). Un changement de base est alors effectué, de la base cristallographique (BC) vers la base de travail (BT).

Le découplage entre les différentes ondes partielles se propageant dans un solide peut être contrôlé aisément au niveau du tenseur fondamental acoustique A . Pour un solide caractérisé par :

- le plan sagittal parallèle à un plan miroir : une onde de Rayleigh dont les composantes suivant les axes x_1 et x_3 sont couplées et découplées de la composante transversale suivant l'axe x_2 se polarise dans le plan sagittal. Dans ce cas l'onde de Rayleigh est représentée par la matrice Γ_{ik} :

$$\mathbf{\Gamma}_{\mathbf{ik}} = \begin{pmatrix} C_{1i1k} & C_{1i3k} \\ C_{3i1k} & C_{3i3k} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.56})$$

Le tenseur fondamental acoustique devient de dimension (4×4) , le vecteur d'état est : $\xi = [u_1 \ u_3 \ T_{13} \ T_{33}]^T$.

- le plan sagittal perpendiculaire à un axe d'ordre deux : une onde de Love polarisée transverse horizontale suivant l'axe x_2 est représentée par :

$$\mathbf{\Gamma}_{\mathbf{ik}} = \left(C_{2i2k} \right). \quad (\text{I.57})$$

Le tenseur fondamental acoustique devient de dimension (2×2) , le vecteur d'état est $\xi = [u_2 \ T_{32}]^T$.

En tenant compte de ces réductions du système d'équations, il s'agit de déterminer par la suite les courbes de dispersion des modes de Rayleigh. Le tenseur fondamental acoustique A est déterminé à partir des équations (I.24).

I.4.3.2 Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh

Pour une combinaison couche-substrat, il existe deux limites extrêmes des vitesses transverses utiles pour déterminer la pente de la courbe de dispersion. Soit V'_T et V_T les vitesses transversales respectives de la couche et du substrat, les limites sont $V'_T = \sqrt{2}V_T$ et $V'_T = \frac{1}{\sqrt{2}}V_T$ [30].

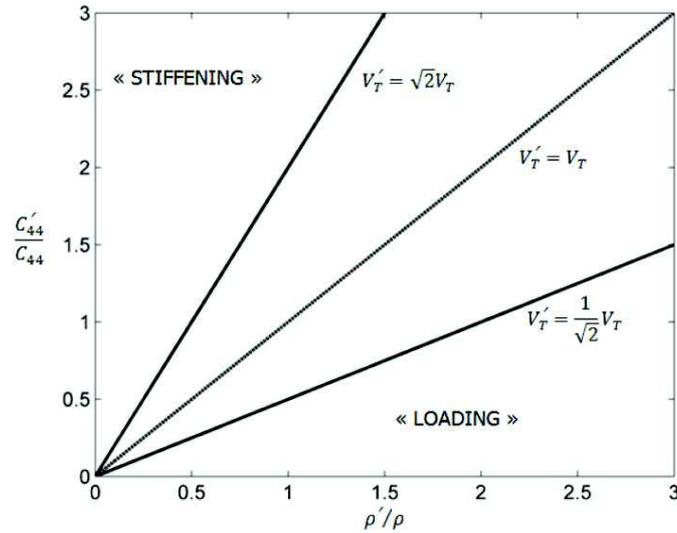


FIGURE I.9 – Domaines d'existence des cas **Loading** et **Stiffening** pour un matériau isotrope en fonction des rapports C'_{44}/C_{44} et ρ'/ρ [30] [18].

Pour une combinaison couche-substrat avec des vitesses transversales se trouvant au dessus de la première limite, la couche est dite **Stiffening**, elle renforce le substrat, ce

qui est responsable de l'augmentation de la vitesse de propagation de l'onde de surface au delà. Pour des vitesses transversales en dessous de 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. Il est difficile de prédire la pente de la courbe de dispersion lorsque les vitesses transversales se trouvent entre les deux limites.

La figure I.8 présente les domaines d'existence des cas **Loading** et **Stiffening** en fonction des rapports C'_{44}/C_{44} et ρ'/ρ .

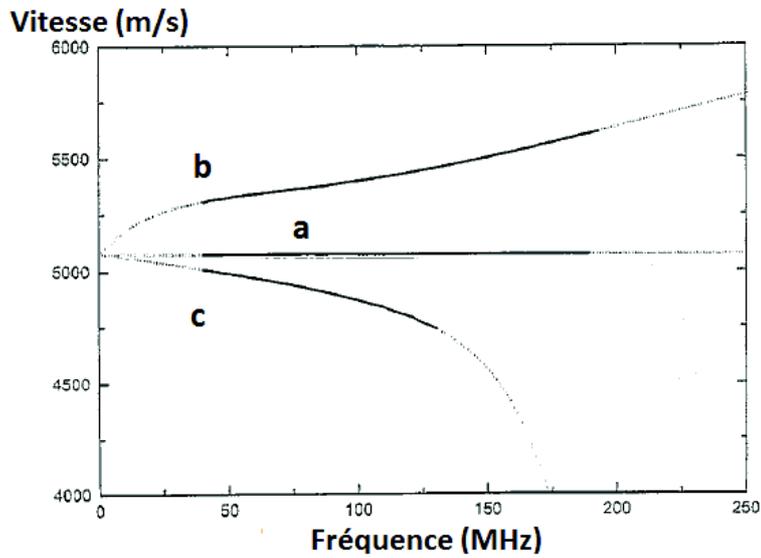


FIGURE I.10 – Courbes de dispersion du mode de Rayleigh se propageant sur (a) un substrat de Silicium semi-infini, (b) un substrat de silicium recouvert d'une couche de diamand, (c) un substrat de Silicium recouvert d'une couche de polymère [31].

La figure I.10 illustre les différents cas. Pour le cas **Stiffening**, Schneider [31] a pris un matériau composé d'une couche de diamand d'épaisseur $5 \mu m$ déposée sur un substrat de silicium. Pour cette structure, la pente de la courbe de dispersion est positive puisque le rapport des vitesses transversales est supérieur à la limite du cas **Stiffening** $V_T^{diamand}/V_T^{silicium} > \sqrt{2}$ (figure I.10 (b)).

Il apparait que pour cette combinaison de matériau, un seul mode de Rayleigh peut se propager et ceci jusqu'à une certaine fréquence. La courbe de dispersion de la 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.

Pour la deuxième combinaison dont le rapport $V_T^{polymere}/V_T^{silicium} < 1/\sqrt{2}$, la couche, dont l'épaisseur est de $1.85 \mu m$, charge le substrat **Loading** et la vitesse décroît lorsque la fréquence augmente (figure I.10 (c)).

I.5 Propagation d'ondes acoustiques dans un milieu à gradient de propriétés

I.5.1 Historique

La propagation d'ondes dans des milieux inhomogènes multicouches, dont les propriétés élastiques varient continument avec l'espace, est étudiée (figure I.11). Il s'agit de discrétiser le milieu et de modéliser la propagation d'ondes.

La modélisation est classiquement effectuée à travers une résolution matricielle de la matrice de transfert proposée par Thomson [32] et Haskell [33]. Cependant, cette méthode intuitive présente des instabilités numériques lorsque l'épaisseur de la couche ou la fréquence devient élevée. Ces questions d'instabilité ont donné lieu à d'intenses recherches pour proposer des variantes de la méthode de Thomson-Haskell : méthode de la matrice delta généralisée par Casting et Hosten [34] pour les multicouches monocliniques, méthode dite réverbérante d'onde très utilisée en sismologie [35], etc. Nous avons choisi la méthode dite de la matrice de rigidité récursive [36] qui combine les avantages d'éviter les instabilités numériques tout en conservant une simplicité d'implémentation et des coûts de calcul comparables à ceux de la méthode de la matrice de transfert. Cette méthode développée par Rokhlin et Wang pour les milieux élastiques anisotropes est ici étendue aux milieux multicouches piézoélectriques élastiques afin de déterminer les vitesses de propagation des ondes de Lamb et des ondes de surface de type Rayleigh dans les homostructures (plaques minces) et les hétérostructures (couche mince/ substrat).

I.5.2 Matrice de transfert

Cette méthode, développée par Thomson puis par Haskell, consiste à exprimer dans une matrice dite de transfert les déplacements et les contraintes à la surface supérieure d'une couche en fonction des déplacements et contraintes à la surface inférieure 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.

La technique de la matrice de transfert consiste alors à construire une matrice carrée qui relie le vecteur d'état, défini précédemment (I.14), d'une surface de la structure à celui de l'autre surface. Cette méthode est rappelée et détaillée en annexe B.

I.5.3 Matrice de raideur

La méthode de la matrice de raideur ou appelée aussi méthode de la matrice Stiffness (SMM) consiste à relier les vecteurs déplacements en haut et en bas d'une couche aux contraintes. Cette méthode sera détaillée pour le cas de couches non-piézoélectriques.

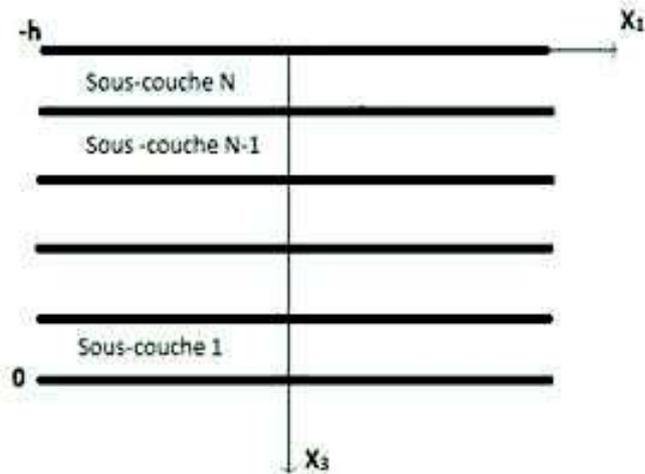


FIGURE I.11 – Structure multicouche

L'équation (I.13), représentant les déplacements mécaniques des six ondes partielles de la couche ' m ' d'épaisseur h_m , s'exprime sous forme matricielle de telle sorte que les

déplacements en haut de la couche sont notés u_m^- et ceux en bas u_m^+ :

$$\begin{pmatrix} u_m^- \\ u_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ P^+ H^+ & P^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}, \quad (\text{I.58})$$

avec $P^\pm = (P_1^\pm, P_2^\pm, P_3^\pm)$ les matrices (3×3) de polarisation et H^\pm les matrices diagonales (3×3) de déphasage qui s'écrivent sous la forme suivante :

$$H^+ = \text{Diag}(e^{ik_3^+ h_m}, e^{ik_3^+ h_m}, e^{ik_3^+ h_m}),$$

$$H^- = \text{Diag}(e^{ik_3^- h_m}, e^{ik_3^- h_m}, e^{ik_3^- h_m}).$$

Les contraintes en bas et en haut de la couche ' m ', T_m^- et T_m^+ , sont reliées aux amplitudes des ondes A_m par la représentation matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} T_m^- \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} D^+ & D^- H^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}, \quad (\text{I.59})$$

avec $D^\pm = (d_1^\pm, d_2^\pm, d_3^\pm)$, les matrices (3×3) des contraintes.

Les composantes $(d_j^\pm)_m$ du vecteur d_m^\pm sont liées au vecteur de polarisation P_m^\pm selon :

$$(d_j^\pm)_m = (C_{i3kl} k_k P_l^\pm)_m. \text{ L'indice 'm' représente les propriétés de la couche 'm'.$$

Les équations (1.56) et (1.57), qui relient les déplacements et les contraintes dans une couche aux amplitudes de déplacement A_m , entraînent :

$$\begin{pmatrix} T_m^- \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} D^+ & D^- H^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ P^+ H^+ & P^- \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} u_m^- \\ u_m^+ \end{pmatrix}, \quad (\text{I.60})$$

ou bien en faisant apparaître la matrice de Stiffness (6×6) d'une couche d'indice ' m ' :

$$\begin{pmatrix} T_m^- \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_m^{11} & K_m^{12} \\ K_m^{21} & K_m^{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_m^- \\ u_m^+ \end{pmatrix}, \quad (\text{I.61})$$

avec

$$K_m = \begin{pmatrix} K_m^{11} & K_m^{12} \\ K_m^{21} & K_m^{22} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.62})$$

La matrice de souplesse (6×6) qui est l'inverse de K_m s'écrit

$$S_m = \begin{pmatrix} S_m^{11} & S_m^{12} \\ S_m^{21} & S_m^{22} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.63})$$

Pour trouver la matrice de raideur globale à travers tout le milieu, l'algorithme de calcul récursif, développé par Wang et Rocklin [6], est utilisé en passant par deux étapes : la

matrice de raideur est calculée à travers une cellule, puis à travers le multicouche. Cette méthode est basée sur la continuité des déplacements et des contraintes pour chaque interface du système.

Soit deux couches voisines, $m = 1$ et $m = 2$, comme indiqué à la figure (I.11), la matrice de raideur de la couche '1', K^1 telle que

$$\begin{pmatrix} T_1^- \\ T_1^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_1^{11} & K_1^{12} \\ K_1^{21} & K_1^{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_1^- \\ u_1^+ \end{pmatrix}, \quad (\text{I.64})$$

et la matrice de Stiffness de la couche '2', K^2 telle que

$$\begin{pmatrix} T_2^- \\ T_2^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_2^{11} & K_2^{12} \\ K_2^{21} & K_2^{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_2^- \\ u_2^+ \end{pmatrix}. \quad (\text{I.65})$$

En reliant T_1^- et u_1^- avec T_2^+ et u_2^+ en utilisant $T_1^+ = T_2^+$ dans les équations (I.63) et (I.64), $K_{1,2}$, combinaison des deux matrices de Stiffness est obtenue :

$$K_{1,2} = \begin{pmatrix} K_1^{11} - K_1^{12}(K_1^{22} - K_2^{11})^{-1}K_1^{21} & -K_1^{12}(K_2^{11} - K_1^{22})^{-1}K_2^{12} \\ K_2^{21}(K_2^{11} - K_1^{22})^{-1}K_1^{21} & K_2^{21}(K_2^{11} - K_1^{22})^{-1}K_2^{12} + K_2^{22} \end{pmatrix}. \quad (\text{I.66})$$

Cette méthode récursive sera utilisée par récurrence pour combiner les couches voisines deux à deux jusqu'à l'obtention de la matrice de raideur globale K_T pour un système contenant N couches. La matrice de Stiffness globale relie les déplacements entre les interfaces $x_3 = -h$ et $x_3 = 0$ selon

$$\begin{pmatrix} T_{-h} \\ T_0 \end{pmatrix} = K_T \begin{pmatrix} U_{-h} \\ U_0 \end{pmatrix}. \quad (\text{I.67})$$

Pour un milieu semi-infini (substrat), la matrice de Stiffness K_s relie les déplacements et les contraintes à l'interface ($x_3 = 0$) selon

$$T_s = K_s U_s. \quad (\text{I.68})$$

En raison de la continuité des contraintes et déplacements à l'interface séparant le multicouche du substrat, les déplacements et les contraintes à la surface libre $x_3 = -h$ s'expriment en fonction des déplacements et des contraintes à l'interface $x_3 = 0$ en remplaçant respectivement les vecteurs $T_{m=1}^+$ et $u_{m=1}^+$ par T_s et U_s :

$$T_{-h} = (K_T^{12} - K_T^{11}(K_T^{21})^{-1}K_T^{22})U_s + K_T^{11}(K_T^{21})^{-1}T_s, \quad (\text{I.69})$$

$$U_{-h} = (K_T^{21})^{-1}(T_s - K_T^{22}U_s). \quad (\text{I.70})$$

T_s et U_s ont trois composantes correspondant aux ondes partielles dans le substrat. Vu l'absence d'ondes partielles retour dans le substrat, le dimensionnement est ainsi réduit de moitié.

La vitesse de phase d'une onde plane se propageant dans la structure couche/substrat de propriété non piézoélectrique correspond au minimum du déterminant de T_{-h} [38].

I.5.3.1 Matrice de raideur étendue pour un milieu piézoélectrique

Cette méthode consiste à relier les vecteurs déplacements en haut et en bas d'une couche avec les contraintes. Pour un milieu piézoélectrique, l'équation (I.23) représentant les déplacements mécaniques des huit ondes partielles de la couche ' m ', est décrite sous forme matricielle telle que :

$$\begin{pmatrix} u_m^- \\ u_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ P^+ H^+ & P^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}. \quad (\text{I.71})$$

avec $P^\pm = (P_1^\pm, P_2^\pm, P_3^\pm, P_4^\pm)$ les matrices (4×4) de polarisation et H^\pm les matrices diagonales de déphasage qui s'écrivent sous la forme suivante :

$$H^+ = \text{Diag}(e^{ik_3^+ h_m}, e^{ik_3^+ h_m}, e^{ik_3^+ h_m}, e^{ik_4^+ h_m}),$$

$$H^- = \text{Diag}(e^{ik_3^- h_m}, e^{ik_3^- h_m}, e^{ik_3^- h_m}, e^{ik_3^- h_m})$$

Les contraintes en bas et en haut de la couche ' m ', T_m^- et T_m^+ , sont reliées aux amplitudes des ondes A_m par la représentation matricielle

$$\begin{pmatrix} T_m^- \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} D^+ & D^- H^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}, \quad (\text{I.72})$$

avec $D^\pm = (d_1^\pm, d_2^\pm, d_3^\pm, d_4^\pm)$, les matrices (4×4) de contraintes.

La matrice de raideur pour un milieu piézoélectrique est donc de dimension (8×8) d'après

$$\begin{pmatrix} T_m^- \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} D^+ & D^- H^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ P^+ H^+ & P^- \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} u_m^- \\ u_m^+ \end{pmatrix}. \quad (\text{I.73})$$

Par la suite les contraintes à la surface libre T_{-h} s'expriment en fonction des déplacements du même niveau par

$$T_{-h} = (K_T^{12} - K_T^{11}(K_T^{21})^{-1}K_T^{22})U_s + K_T^{11}(K_T^{21})^{-1}T_s, \quad (\text{I.74})$$

$$U_{-h} = (K_T^{21})^{-1}(T_s - K_T^{22}U_s), \quad (\text{I.75})$$

avec

$$T_{-h} = \begin{pmatrix} T_{13} \\ T_{23} \\ T_{33} \\ D_3 \end{pmatrix}_{-h}, \quad (\text{I.76})$$

et

$$U_{-h} = \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \\ \phi \end{pmatrix}_{-h}. \quad (\text{I.77})$$

Deux matrices M_{cc} et M_{co} relatives aux deux types de polarisation circuit-ouvert (co) et court-circuit (cc) sont maintenant introduites. Elle définissent dans le base A_S un système d'équations linéaires et sans second membre. L'annulation du déterminant de chacune des matrices, permet de remonter au comportement dispersif du système, c'est-à-dire au lien entre la fréquence et la vitesse de phase.

$$\begin{pmatrix} T_{i3} \\ \sigma \end{pmatrix}_{-h} = M_{co}(A_S), \quad (\text{I.78})$$

$$\begin{pmatrix} T_{i3} \\ \phi \end{pmatrix}_{-h} = M_{cc}(A_S), \quad (\text{I.79})$$

avec

$$M_{co} = \begin{pmatrix} T_{-h}(1 : 3, :) \\ T_h(4, :) + \varepsilon_0 k_1 u_{-h}(4, :) \end{pmatrix}, \quad (\text{I.80})$$

$$M_{cc} = \begin{pmatrix} T_{-h}(1 : 3, :) \\ u_{-h}(4, :) \end{pmatrix}. \quad (\text{I.81})$$

I.5.3.2 Coefficient de couplage électromécanique

Le coefficient de couplage électromécanique K traduit l'aptitude d'un matériau à transformer l'énergie mécanique (ou électrique) en énergie électrique (ou mécanique) [39].

Dans un matériau piézoélectrique, une onde est piezoélectriquement active si la variation

de sa vitesse, en raison de l'effet piézoélectrique, est non nulle. Ce coefficient K exprime l'influence de la piézoélectricité sur la vitesse des ondes élastiques. Plus ce coefficient sera élevé, plus les caractéristiques de propagation de l'onde seront dépendantes des paramètres électriques du système. Le carré du coefficient du couplage électromécanique K^2 est déterminé à l'aide de la relation suivante :

$$K^2 = 2 \frac{V_{co} - V_{cc}}{V_{co}}, \quad (\text{I.82})$$

avec V_{co} et V_{cc} les vitesses de phases des deux conditions aux limites circuit-ouvert (co) et court circuit (cc), respectivement. Le coefficient de couplage électromécanique K est très utile pour comparer l'efficacité des matériaux piézoélectriques.

I.6 Application sur des structures à base de PZT-4D

Dans cette partie, est abordée la modélisation de la propagation d'ondes de surface dans les structures à base de PZT (matériau anisotrope piézoélectrique). La méthode SMM est déployée afin de décrire les ondes de Lamb, les ondes de surface de type Rayleigh, et les aspects liés au couplage électromécanique et aussi étudier l'effet de l'inhomogénéité de propriétés sur la propagation des ondes de surface, dans l'homostucture (plaque mince) et dans le film d'hétérostructure (couche mince-substrat). Cette inhomogénéité est introduite sous forme de gradient fonctionnel de propriétés. Le matériau obtenu *Functional Graded Piezoelectrical Material* est assimilé de manière artificielle à un système stratifié nécessitant la résolution du système ordinaire d'équations différentielles ODE dans chaque strate suivie par l'application des conditions aux limites comme expliqué précédemment. Les courbes de dispersion des ondes de surface de type Lamb et Rayleigh sont ainsi exploitées de façon similaire au cas homogène.

Les zircono-titanates de plomb dits PZT, de structure pérovskite $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$, appartenant à la catégorie des cristaux à symétrie hexagonale, occupent une place prédominante au sein de l'industrie électromécanique grâce à ses nombreux avantages : bonnes caractéristiques piézo-électriques et un excellent coefficient de couplage électromécanique, ce qui explique leur rôle important dans le domaine des matériaux adaptatifs. Ils sont utilisés dans de très nombreuses applications comme générateurs d'impulsion, transducteurs ultrasonores, capteurs, actionneurs, dispositifs de positionnement ou moteurs piézoélectriques.

I.6.1 Présentation du modèle numérique

Le calcul des vitesses de phase de l'onde de surface pour un matériau anisotrope met en jeu la complexité des équations. Ce problème n'admet pas de solution analytique connue comme dans le cas de matériaux isotropes. La procédure de calcul est donc entièrement numérique et s'inspire des travaux menés par Farnell [40]. La valeur V_R de la vitesse minimisant le déterminant de la matrice des conditions de continuité M_{cc} ou M_{co} est recherchée parmi un ensemble de valeurs possibles $V_{min} < V < V_{max}$ par itérations successives.

Le modèle numérique développé pour étudier la propagation des ondes de surface dans un milieu hétérogène (multicouche, FGPM), est implémenté par des sous programmes Matlab qui accomplissent les tâches suivantes :

- Calcul des tenseurs de rigidité (des tenseurs électriques pour un milieu piézoélectrique) dans n'importe quelle base de travail.
- Détermination du tenseur acoustique fondamental A .
- Détermination des matrices de polarisation et des matrices de contraintes.
- Application de la méthode de la matrice Stiffness K pour obtenir T_{-h} et U_{-h} .
- Recherche de la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh.
- Présentation graphique des courbes de dispersion.

Un sous programme permet la résolution du tenseur acoustique fondamental A dans chaque sous-couche du milieu hétérogène. Cette résolution donne les polarisations P^\mp et les contraintes D^\mp .

I.6.2 Implantation du gradient de propriétés

L'étude des structures FGPM ou FGM doit être fonctionnelle, c'est-à-dire que le gradient créé, l'est pour un but bien déterminé. Les travaux publiés précédemment sont principalement basés sur une approche analytique en utilisant un coefficient unique de gradient qui signifie que les paramètres électriques et mécaniques changent de la même manière dans la limite de l'épaisseur [41] [42]. Les constantes élastiques, électriques, et piézoélectriques sont dans le calcul théorique distribuées dans l'épaisseur selon un profil décrit par une fonction mathématique (linéaire, exponentielle, Gaussienne ou quadratique)[43]. Ces constantes correspondent souvent à des structures irréalisables en pratique.

L'étude présente concerne l'implantation d'un gradient de température sur un matériau piézoélectrique.

L'objectif est de caractériser la propagation des ondes de surface dans ces conditions, en obtenant les courbes de dispersion. Ces courbes pourront ensuite être utilisées dans le but d'obtenir des transducteurs ultrasonores de large bande fréquentielle. En effet, les propriétés piézoélectriques d'un matériau ne le sont en général que dans un domaine de température et de pression donné. La plupart des matériaux piézoélectriques présentent, à une haute température, une transition de phase appelée température de Curie (T_C). A cette température, des anomalies des propriétés diélectriques du matériau sont habituellement observées. La forme de l'évolution de la polarisation, des constantes diélectriques, ou de toute autre grandeur physiques reliée dépend de la nature de la transition. Dans notre cas, on considère une plaque d'épaisseur h (figure I.13), et on crée un gradient linéaire de température à travers cette épaisseur, en faisant varier la température de dépôt lors de l'élaboration. Par la suite les propriétés de la plaque varient le long de l'épaisseur. La détermination de ces profils de variation est faite à partir des travaux de Sferrit [44]. Par des mesures expérimentales des constantes élastiques, diélectriques et piézoélectriques d'une céramique PZT-4D par la technique d'impédancemétrie de résonance dans un intervalle de température compris entre $0^\circ C$ et $100^\circ C$, les auteurs ont pu déterminer les relations donnant ces constantes en fonction de la température. Ces données permettent, à partir du gradient de température implant, de déduire les variations des constantes en fonction de l'épaisseur.

Les évolutions obtenues de dix constantes indépendantes de PZT-4D dont cinq élastiques (S_{ij}), trois piézoélectriques (d_{ij}) et deux diélectriques (ε_{ij}), sont illustrées à la figure I.12 en fonction de l'épaisseur de l'échantillon avec

$$C_{ij} = S_{ij}^{-1}, \quad (\text{I.83})$$

$$e_{kj} = d_{ki} C_{ij}. \quad (\text{I.84})$$

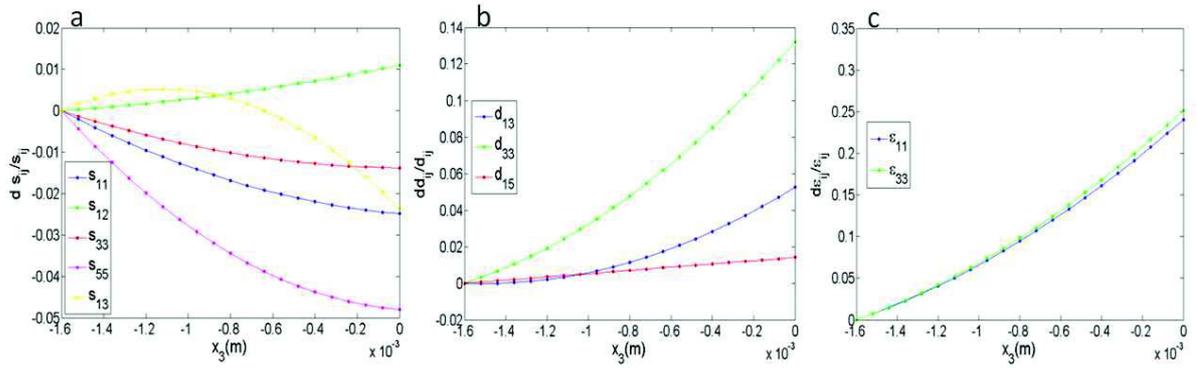


FIGURE I.12 – Distribution relative des constantes élastiques (a), piézoélectrique (b), diélectrique (c) en fonction de l'épaisseur de l'échantillon.

I.6.3 Homostucture FGPM

Cette étude permet d'identifier les modes de Lamb d'une homostucture piézoélectrique constituée d'une plaque mince d'épaisseur $h=1,6$ mm [46]. Au cours de la propagation, les surfaces de la plaque sont considérées libres de toute contrainte. Ces conditions aux limites conduisent à l'annulation des contraintes tangentielles T_{23} (mode TH) et de T_{13} , T_{33} (ondes de Lamb) sur les surfaces libres. En tenant aussi compte des conditions aux limites électriques, si la surface est non métallisée (circuit-ouvert(cc)), la densité surfacique de charges s'annule et si la surface subit une métallisation (cort-circuit (cc)), le potentiel électrique s'annule. La modélisation de la propagation des ondes de Lamb dans ce type de structure repose sur les méthodes ODE et SMM détaillées dans la partie précédente (I.5). Le vecteur d'état s'écrit

$$\xi(x_3) = \begin{pmatrix} -i\omega u_1 \\ -i\omega u_3 \\ -i\omega \phi \\ T_{13} \\ T_{33} \\ D_3 \end{pmatrix}. \quad (\text{I.85})$$

A partir des conditions aux limites précisées ci dessus pour $x_3 = 0$ et $x_3 = -h$, des conditions de continuité de déplacements et des contraintes normales, la valeur recherchée

de la vitesse de phase est la valeur pour laquelle le déterminant des matrices M_{co} et M_{cc} (I.79) et (I.80) est égal à zéro [45].

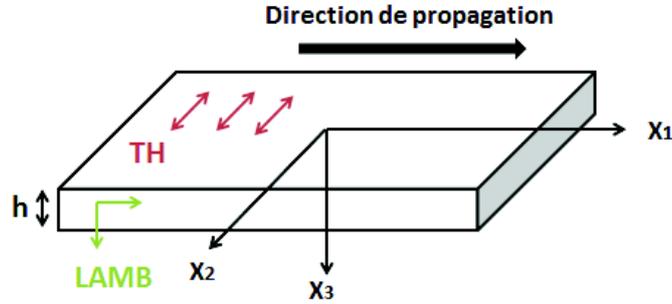


FIGURE I.13 – Repère associé à la plaque FGPM

I.6.3.1 Vitesse de phase

Les figures (1.14) et (1.15) présentent les vitesses de phase des modes S_0 et A_0 pour une plaque piézoélectrique à gradient de propriétés créé par un gradient de température (FGPM). Ces résultats sont par la suite comparés au cas d'une plaque homogène avec un dépôt à température ambiante.

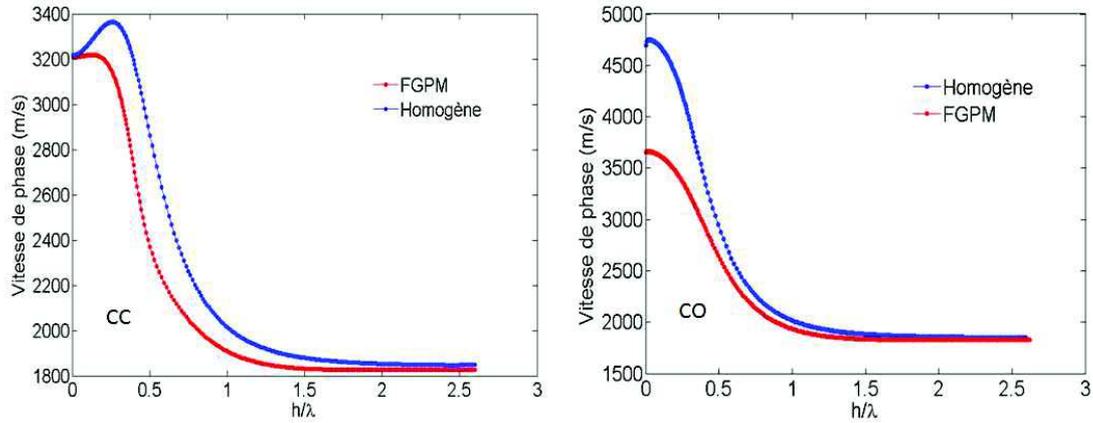


FIGURE I.14 – Courbes de dispersion du mode symétrique S_0 pour les polarisation court-circuit et circuit-ouvert.

La gamme de fréquences explorée s'étend jusqu'à $3MHz$, ce qui correspond au rapport

$h/\lambda = 3$. Les vitesses de phases sont calculées en polarisation CC et CO pour la configuration parallèle. Le matériau est orienté de façon à être polarisé sous l'action des ondes de Lamb, l'axe piézoélectrique se présente parallèle à la direction de propagation.

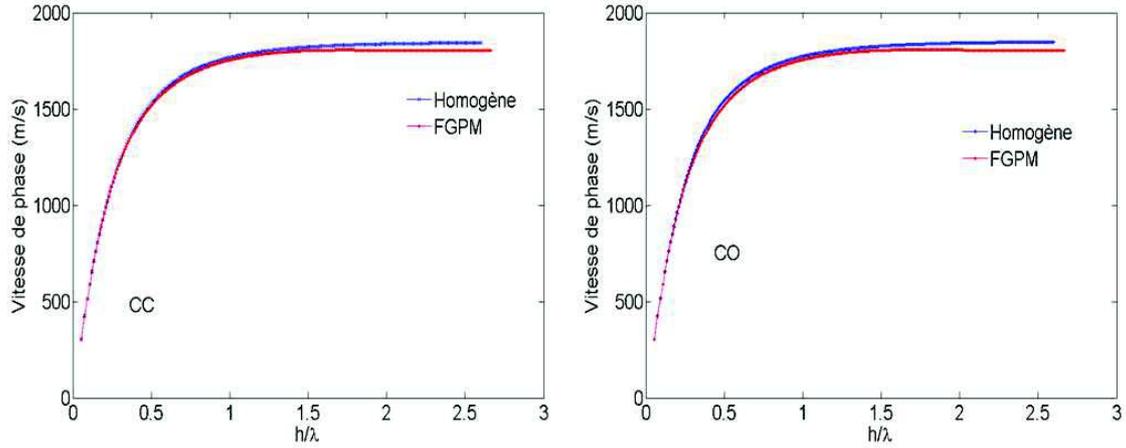


FIGURE I.15 – Courbes de dispersion du mode symétrique A_0 pour les polarisations court-circuit et circuit-ouvert.

Les modes A_0 et S_0 d'ordre zero sont les seules modes propagatifs lorsque le rapport h/λ tend vers zero. Ces modes n'ont pas de fréquence de coupure, ils existent quelle que soit la fréquence de travail choisie.

La résolution passe par la stratification de la plaque, la division de cette dernière en N sous-couches traitées chacune comme une couche homogène. D'un point de vue théorique, plus le nombre des couches est grand, plus les résultats obtenus sont précis. Ici $N = 20$ avec un pas de température tel que $(T_N - T_{N-1}) = 5^\circ C$.

I.6.3.2 Coefficient de couplage électromécanique

Le coefficient de couplage électromécanique, comme défini précédemment (paragraphe I.5.3.2), traduit le fait qu'un matériau piézoélectrique transforme, en énergie mécanique superficielle, approximativement une fraction K^2 de l'énergie qui lui est fournie sous forme électrique.

Ce coefficient K exprime l'influence de la piézoélectricité sur la vitesse des ondes élastiques. Plus ce coefficient sera élevé, plus les caractéristiques de propagation de l'onde seront

dépendantes des paramètres électriques du système. Il est déterminé à partir de la relation (1.81).

Les figures (I.16, I.17, I.18) montrent les variations du carré du coefficient de couplage en fonction du rapport h/λ dans le cas d'un système homogène et dans le cas d'un système à gradient fonctionnel.

On remarque que le coefficient de couplage électromécanique des deux modes A_0 et S_0 varie d'une manière importante sous l'effet de l'implantation du gradient, K^2 diminue de 64 % dans le cas FGPM pour le mode S_0 , et de 88 % pour le mode A_0 .

Les maxima sont situés à proximité de $h/\lambda = 0,2$ pour le mode S_0 pour les deux cas homogène et FGPM et de $h/\lambda = 0,45$ et $h/\lambda = 12$ pour le mode A_0 pour les deux cas homogène et FGPM respectivement. Les coefficients de couplage électromécanique pour les deux premiers modes de Lamb A_0 et S_0 varient en fonction de h/λ de façon inverse. Pour le premier mode, le coefficient de couplage électromécanique croît rapidement à h/λ_{max} et au delà, il décroît rapidement. Par contre pour le mode S_0 , le coefficient décroît rapidement vers zero. Sa valeur maximal est atteinte pour des valeurs de (h/λ) faibles et devient nul pour les valeurs hautes fréquences.

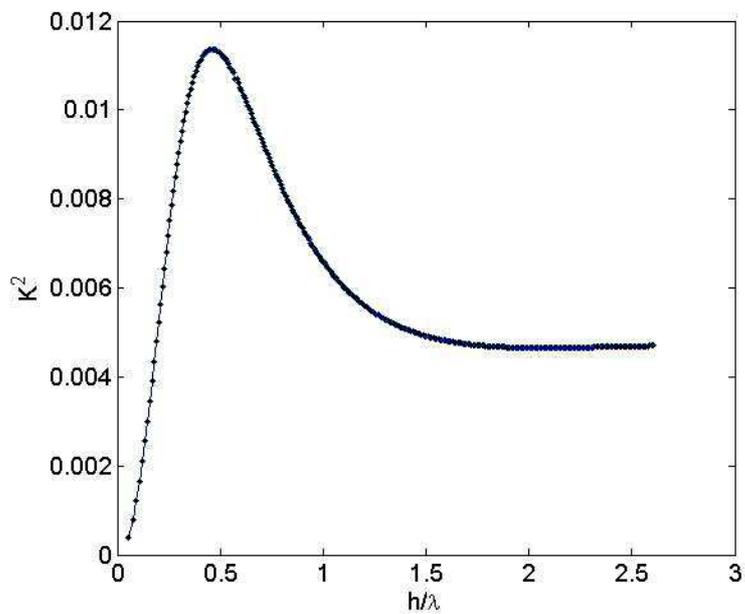


FIGURE I.16 – Coefficient de couplage électromécanique du mode A_0 pour une plaque homogène.

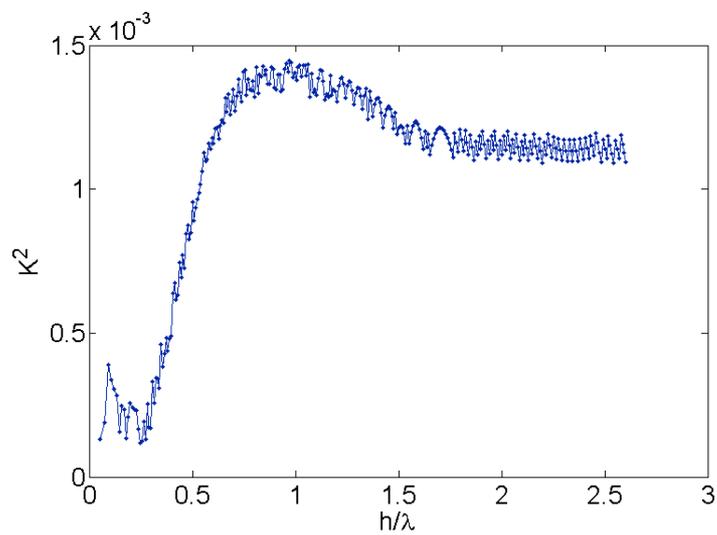


FIGURE I.17 – Coefficient de couplage électromécanique du mode A_0 pour une plaque FGPM.

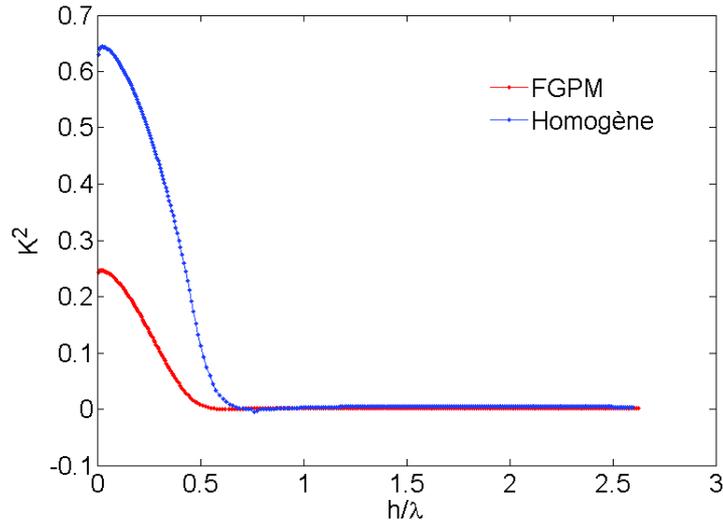


FIGURE I.18 – Coefficient de couplage électromécanique du mode S_0 pour le cas homogène et FGPM.

I.6.4 Hétérostructure FGPM

La propagation des ondes de surface de type Rayleigh est étudiée numériquement dans un système constitué d'un film $PZT - 4D$ de type FGPM, déposé sur un substrat de Silice (SiO_2) supposé homogène et isotrope [47]. L'axe piézoélectrique est présenté pour deux directions différentes par rapport à la direction de propagation : parallèle et perpendiculaire. L'axe six du film se confond avec l'axe de propagation x_1 ou x_3 respectivement. Suivant ces deux directions, le matériau se polarise sous l'action des ondes de Rayleigh. Le gradient est implanté dans le film, ce qui impose une variation graduelle des propriétés du matériau avec l'épaisseur de film. Dans cette structure, la présence d'un substrat (milieu semi-infini) impose des conditions aux limites différentes de celles d'une homostructure (paragraphe 1.4.2).

I.6.4.1 Les modes de Rayleigh

L'application des méthodes numériques, détaillées dans le paragraphe 1.5, permet de calculer les valeurs propres qui correspondent aux vecteurs d'onde et les vecteurs propres équivalents aux polarisations d'un mode pour des valeurs de fréquence et de vitesse de

phase bien déterminées.

Les vitesses de phase des ondes Rayleigh sont calculées pour l'hétérostructure homogène pour laquelle le film a été déposé à température ambiante et comparées au cas du film piézoélectrique à gradient. La gamme de fréquences explorée s'étend jusqu'à 50 MHz , ce qui correspond au produit nombre d'onde \times épaisseur $kh = 15$. Les figures (I.19 et I.20) présentent les trois premiers modes des ondes Rayleigh en polarisation cc et co pour les configurations parallèle et perpendiculaire.

Il est à remarquer que les vitesses dépendent davantage de la fréquence en dessous de $kh = 5$.

Configuration parallèle

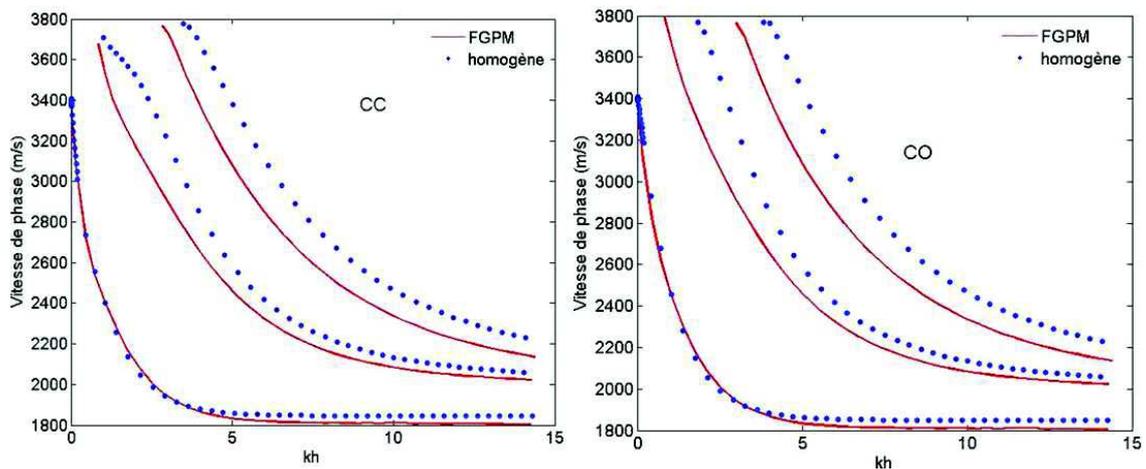


FIGURE I.19 – Vitesse de phase des trois premiers modes de Rayleigh pour le cas homogène et le cas FGPM.

En basse fréquence, en présence d'une grande longueur d'onde de guidage λ , la vitesse de Rayleigh dans le FGPM est voisine de celle dans le substrat. En haute fréquence, pour des longueurs d'onde λ faible, la vitesse de Rayleigh s'approche de celle dans un milieu semi-infini de $PZT - 4D$.

Les courbes de dispersion montrent un grand écart de vitesse dans le système homogène et la structure à gradient. Par conséquent, le profil des courbes de dispersion pour les trois premiers modes confirme que l'effet du gradient est important mais l'allure des courbes de

dispersion dans le cas FGPM reste similaire à celle des ondes de Rayleigh dans le matériau homogène.

Configuration perpendiculaire

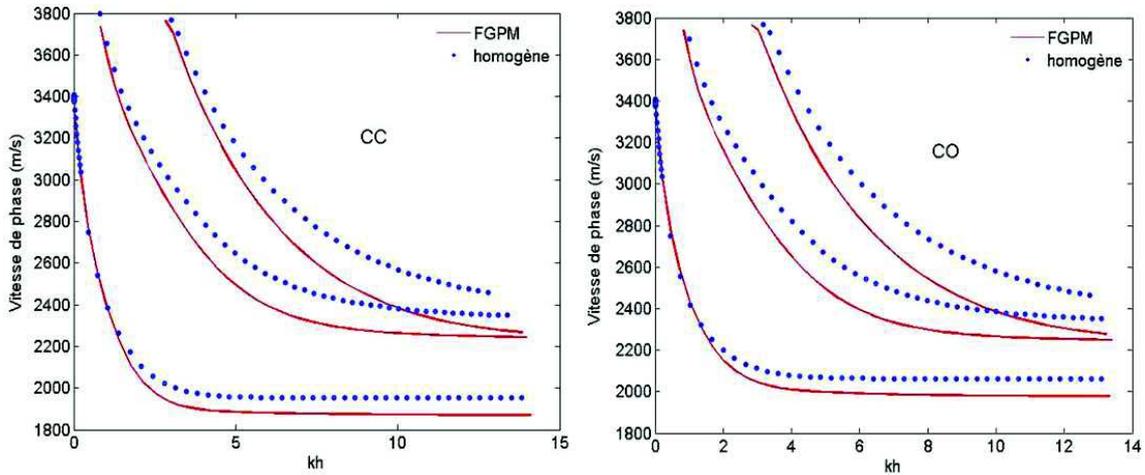


FIGURE I.20 – Vitesse de phase des trois premiers modes Rayleigh pour le cas homogène et le cas FGPM.

I.6.4.2 Coefficient de couplage électromécanique

Pour le système homogène, l'écart entre les vitesses de phase pour les deux polarisations $V_{co} - V_{cc}$ diminue pour les modes supérieurs, V_{co} et V_{cc} sont les vitesses de phase respectivement pour les polarisations cc et co . K^2 varie de 0.135 pour le premier mode jusqu'à 0.075 pour le troisième mode, les maxima sont obtenus à des fréquences extrêmement différentes respectivement $f = 2.5MHz$ et $f = 25MHz$. Pour le mode fondamental, K^2 est très sensible à la fréquence en dessous de $kh = 2$. Ailleurs le coefficient K^2 ne dépasse guère 0.02. Remarquons que l'effet de gradient par comparaison avec le cas homogène est important pour les propriétés sensibles à la température (figures I.21 et I.22).

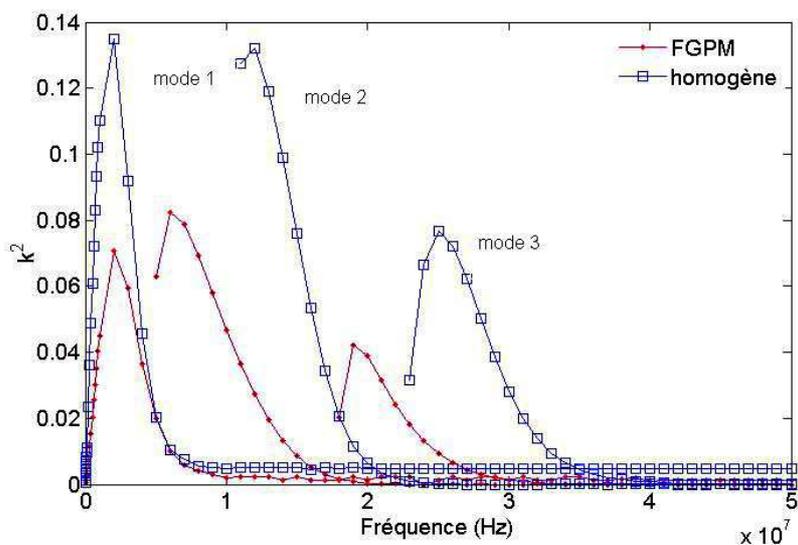


FIGURE I.21 – Coefficient de couplage électromécanique pour le cas homogène et le cas FGPM dans la configuration parallèle.

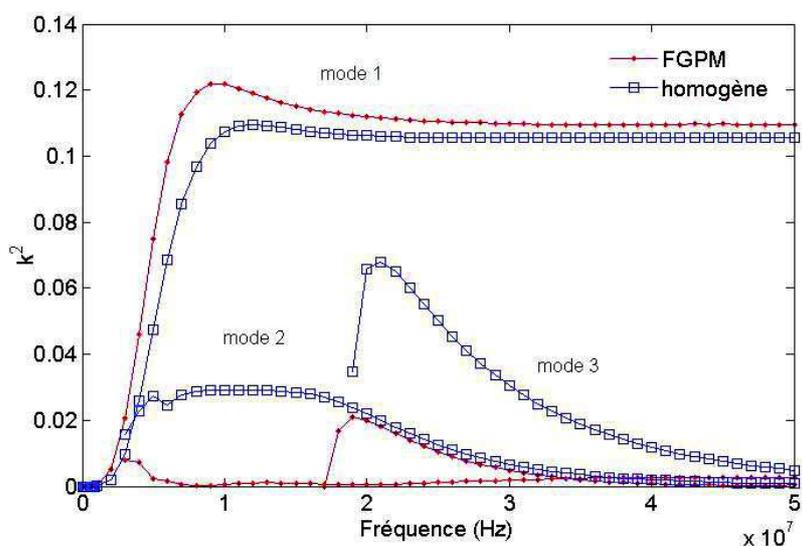


FIGURE I.22 – Coefficient de couplage électromécanique pour le cas homogène et le cas FGPM dans la configuration verticale.

I.7 Conclusion

L'étude numérique exposée dans ce chapitre permet de présenter les diagrammes de dispersion relatifs à la propagation des ondes de Lamb et des ondes de surface de type Rayleigh dans différentes structures à base de PZT-4D. Les méthodes de calcul, SMM et ODE sont développées pour des cas de milieux très complexes caractérisés par une anisotropie, la piézoélectricité et une inhomogénéité. Ces propriétés créées pour des raisons fonctionnelles pourront être utilisées dans le domaine des dispositifs à onde de surface appelés SAW (Surface Acoustique Wave) comme les transducteur ultrasoniques, les MEMS,...

Bibliographie

- [1] E. L. Tan, *Hybrid compliance-stiffness matrix method for stable analysis of elastic wave propagation in multilayered anisotropic media*, J. Acoust. Soc. Am., 119(1) :45-53, 2006.
- [2] J.F. Groves, H.N.G. Wadley, *Functionally graded materials synthesis via low vacuum directed vapor deposition*, Composites part B : Engineering, vol. 28.
- [3] M. Ivosevic, R. Knight, S. R. Kalidindi, G.R. Palmese and J.K. Sutter, *Solid particle erosion resistance of thermally sprayed functionally graded coatings for polymer matrix composites*, Surface Coat Tech, 2005.
- [4] H.M. Shodja, A. Ghahremaninejad, *An FGM coated elastic solid under thermo mechanical loading : a two dimensional linear elastic approach*, Surface and Coatings Technology, vol. 200, pp. 4050-4064, 2006.
- [5] R. Knoppers, J.W. Gunnink, J. Van den Hout, W. Van Vliet, *The reality of functionally graded material products*, TNO science and industry, The Netherlands, pp 38-43.
- [6] K.A. Khor, T.S. Srivatsan, M. Wang, W. Zhou, F. Boey, *Processing and fabrication of advanced Materials*, 2000 World Scientific Publication Co. Pte. Ltd.
- [7] O. Tingaud, *Elaboration de dépôts à gradients de propriétés par projection plasma de suspension de particules submicronique*, Université de Limoges, Laboratoire Sciences des Procédés Céramiques et Traitements de Surfaces, 2008.
- [8] M.A. Guler, F. Erdogan, *Contact mechanics of graded coating*, Int. J. Solids struct. vol. 41, pp.3865-3889, 2004.
- [9] M.A. Guler, F. Erdogan, *Contact mechanics of two deformable elastic solids with graded coating*, Mechanics of Materials, vol. 38, pp. 633-647, 2006.

- [10] N. Schwarzer, *Coating design due to analytical modeling of mechanical contact problems on multilayer systems*, Surface and Coating Technology, vol. 133-134, pp. 397-402, 2000.
- [11] R. E. Green, *Non-contact ultrasonic techniques*, Ultrasonics 42, 9–16, 2004.
- [12] 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.
- [13] D. Royer, E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée*, Dunod, ISBN-10 : 2225834415, ISBN-13 : 978-2225834417, 1999.
- [14] R. Feynman, R. Leighton, M. Sands, *le cours de physique de Feynman, Électromagnétisme*, InterEditions, Paris, 1979.
- [15] R. M. White, *Surface Elastic Waves*, IEEE, Vol. 58, No. 8, (1970).
- [16] I.A. Viktorov, *Rayleigh and Lamb Waves, Physical Theory and Applications*, Plenum press, New York, 1967
- [17] F. Faese, F. Jenot, M. Ouafouh, M. Duquennoy, *Ondes de Rayleigh générées et détectées par laser – Applications à la détection de défauts*, NDT.NET, 2012.
- [18] E. Dieulesaint, D. Royer, *Propagation et génération des ondes élastiques*, Technique de l'ingénieur, E 3 210, 2001.
- [19] S. Fourez, *caractérisation de couche mince par onde de surface générées et détectées par sources lasers* Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013. French. NNT : 2013VALE0014, tel-01069748
- [20] A. D. Degtyar, S. I. Rokhlin, *Absolute stress determination in orthotropic materials from angular dependences of ultrasonic velocities*, J. Appl. Phys., vol. 78, pp.1547-1556 (1995).
- [21] D.S. Hughes, J.L. Kelly, *Second order elastic deformation of solids*, Physical Review. Vol 14, pp 1145 (1953).
- [22] A. H. Fahmy and E. L. Adler, *propagation of acoustic surface waves in multilayers : A matrix description*, Appl. Phys. Lett. Vol 22, pp 495-497 (1973).
- [23] E. L. Adler, *SAW and Pseudo-SAW Properties Using Matrix Methods*, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control vol 41, pp 876-882 (1994).

- [24] A.N. Stroh, *Steady state problems in anisotropic elasticity*, J. Math. Physics 41, pp 77-103, (1962).
- [25] A.D. Degtyar, S.I Rokhlin, *Absolute stress determination in orthotropic materials from angular dependences of ultrasonic velocities*, J. App. Phys. Vol. 3, pp 78-91, 1995.
- [26] T.J. Bromwich, *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.
- [27] I. Ben Salah, A. Njeh, M. H. Ben Ghazlen, *A Theoretical Study of the Propagation of Rayleigh Wave in a Functionally Graded Piezoelectric Material (FGPM)*, Ultrasonics, **52**, 306-314 (2012).
- [28] S. Mseddi, A. Njeh, D. Schneider, H. Fuess, M. H. Ben Ghazlen, *X-ray Diffraction and Surface Acoustic Wave Analysis of BST/Pt/TiO₂/SiO₂/Si Thin film*, Journal Of Applied Physics, **110**, (2011).
- [29] J.L. Rose, *Ultrasonic Waves in solid Media*, Cambridge University Press, ISBN-10 : 0521640431, ISBN-13 : 978-0521640435, 1999.
- [30] H.F. Tiersten, *Elastic surface waves guided by thin films*, J. Appl. Phys. Vol. 40, 1969.
- [31] D. Schneider, T. Schwarz, *A photoacoustic method for characterising thin films*, Surface and Coating Technology 91, 136-146 (1997).
- [32] W.T. Thomson, *Transmission of Elastic Waves Through a Stratified Solid Medium*, J. Appl. Phys. 21, 89-93 (1950).
- [33] N.A. Haskell, *The dispersion of surface waves on multilayered media*, Seismol. B. Soc. Am. 43, 377-393 (1953).
- [34] M. Castaings, B. Hosten , *Delta operator technique to improve the Thomson-Haskell method stability for propagation in multilayered anisotropic absorbing plates*, J. Acoust. Soc. Am. 95, 1931-1941 (1993).
- [35] B. Kennet, *Seismic Wave Propagation in Stratified Media*, Cambridge university Press, Cambridge (1983).
- [36] L. Wang, S.I. Rokhlin, *Recursive asymptotic stiffness matrix method for analysis of surface acoustic wave device on layered piezoelectric media*, Appl. Phys. Lett. vol. 81, pp. 4049 (2002).

- [37] L. Wang, S.I. Rokhlin, *Stable recursive algorithm for elastic wave propagation in layered anisotropic media : Stiffness matrix method*, Stable recursive algorithm for elastic wave propagation in layered anisotropic media : Stiffness matrix method
- [38] Y. Wali, *Acoustoelastic analysis of thin pre-stressed films by the stiffness matrix method*, Mechanics Research Communications, vol. 34, pp.295–304 (2007)
- [39] K.A. Ingebrigtsen, *Surface waves in piezoelectrics*, J. Appl. Phys., Vol. 40, pp. 2681-2686, 1969.
- [40] G.W. Farnell and E.L. Adler, *Elastic wave propagation in thin layers*, Physical Acoustics; edited by W.P. Mason and R.N. Thurston, Academic. Press, New York, Vol. 9, p. 35-127, (1972)
- [41] Z. Qian, F. Jin, T. Lu, K. Kishimoto, *Transverse surface waves in functionally graded piezoelectric materials with exponential variation*, Smart Mater. Struct., 17, 1–7, 2008
- [42] X.Y. Li, K.Z. Wang, S.H. Huang, *Love waves in functionally graded piezoelectric materials*, Int. J. Solids Struct., Vol. 41, pp 7309-7328, 2004.
- [43] I. Ben salah, Y. Wali, M.H. Ben Ghazlen, *Love waves in functionally graded piezoelectric materials by stiffness matrix method*, Ultrasonics, Vol. 51, pp. 310–316, 2011.
- [44] S. Sferrit, H.D. Yang, H.D. Wiederick, B.K. Mukherjee, *Temperature Dependence of the Dielectric, Elastic and Piezoelectric material constants of Lead Zirconate Titanate Ceramics*, Proceeding of the International Conference on Smart materials (1999).
- [45] Y. Wali, M.H. Ben Ghazlen, *Surface wave in ZnO/SiO₂/Si piezoelectric structure*, Physics Procedia vol. 2 pp. 1385-1390, 2008.
- [46] Y. Dammak, J.H. Thomas, M.H. Ben Ghazlen, *Lamb wave Propagation in Functionally Graded Piezoelectric Material Created by Internal Temperature Gradient*, Physics Procedia vol. 70, pp. 122 – 125, 2015.
- [47] Y. Dammak, J.H. Thomas, M.H. Ben Ghazlen, *Effet de Gradient Élastique, Piézoélectrique et Diélectrique sur la Propagation des Ondes Rayleigh*, CFA 2014 Poitiers, pp.17-23, Avril 2014.

Chapitre II

Élaboration des couches minces

II.1 Introduction

Plusieurs méthodes de dépôt existent afin d'obtenir des couches minces. Par définition une couche mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions, qu'on appelle épaisseur, est fortement réduite de telle sorte qu'elle s'exprime habituellement en nanomètres. Cette couche, déposée sur un autre matériau appelé substrat, a des propriétés physiques différentes par rapport à l'état massif. Ses 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.

Le choix de la méthode de dépôt est important car il doit permettre de satisfaire les exigences pour le dépôt inscrites dans un cahier des charges précis défini au préalable. L'adhérence de la couche, les contraintes résiduelles, la porosité, la variation d'épaisseur, sont quelques exemples de critères à prendre en compte avant de faire ce choix. Les méthodes de dépôt physique (PVD pour *physical vapor deposition*) ou chimique (CVD pour *chemical vapor deposition*) en phase vapeur, permettent notamment d'obtenir une couche mince d'une pureté et d'une régularité importante.

En une première partie, nous détaillerons les méthodes les plus couramment utilisées parmi celles-ci les méthodes de dépôt physique (PVD). Les principales applications des films minces seront vues dans une deuxième partie et nous aborderons dans une troisième partie les techniques expérimentales employées pour l'élaboration et la caractérisation des composés proposés dans notre étude.

II.2 Élaboration des couches minces par pulvérisation

Ces techniques consistent à chauffer sous vide le matériau à déposer : les atomes du matériau à évaporer reçoivent de l'énergie calorifique afin que leur énergie vibratoire dépasse leur énergie de liaison et provoque donc l'évaporation. Le matériau ainsi évaporé peut ensuite être recueilli par condensation sur le substrat à recouvrir. Les principales techniques par évaporation sous vide se différencient par le mode de chauffage du matériau [1] :

- Évaporation par bombardement d'électrons (pulvérisation cathodique)

- Évaporation par effet joule
- Évaporation par arc électrique
- Évaporation par induction
- Évaporation par illumination laser

II.2.1 La pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique, (ou *sputtering* en anglais) [2], est basée sur le phénomène d'éjection des particules à la surface d'un matériau bombardé par un flux de particules énergétiques. Le processus classique utilisé en pulvérisation cathodique est le procédé diode. Un schéma de principe de ce procédé est présenté à la figure II.1. Avec ce processus, la cible de pulvérisation fait partie de la cathode du système alors que le substrat sur lequel on souhaite déposer le film est fixé sur l'anode, située à quelques centimètres de la cathode. Ces deux électrodes, disposées dans une enceinte sous vide, baignent dans un ou plusieurs gaz, en général neutre (l'argon par exemple) appelé plasma. L'application d'un champ électrique entre l'anode et la cathode, par une alimentation continue (DC) permet d'ioniser le gaz présent dans l'enceinte et de le rendre conducteur. Ce sont alors les ions positifs présents dans le gaz résiduel, attirés par la cathode, qui pulvérisent les atomes de la cible. Le dépôt est alors dû à la condensation des atomes pulvérisés provenant de la cible [3].

Les étapes dans le processus de dépôt par pulvérisation sont :

- la génération du plasma,
- le bombardement et la pulvérisation de la cible,
- le transfert des particules pulvérisées de la cible au substrat,
- la condensation de ces particules sur le substrat.

La pulvérisation cathodique résulte d'un processus essentiellement mécanique : les ions incidents arrachent des particules à la cible en leur transférant une partie de leur quantité de mouvement (ou moment cinétique). Les atomes de l'argon sont projetés avec une certaine énergie cinétique sur la cible du matériau à déposer, le transfert de l'énergie va d'abord repousser la particule de la cible vers l'intérieur de celle-ci. Pour avoir éjection de particules, il faut une série de collisions à l'intérieur de la cible. Le transfert par cascade est schématisé sur la figure II.1, l'arrachement d'un atome de surface se produisant lorsque

l'énergie transférée dépasse l'énergie de liaison (quelques eV). Certains ions peuvent être implantés dans le matériau cible, jusqu'à des profondeurs de l'ordre de 10 nm.

L'avantage de ce genre de technique est qu'elle permet de déposer n'importe quel type de matériau, simple ou composé, isolant ou conducteur. Cependant, dans le cas de cibles constituées de matériaux isolants, il se pose un problème : lors du bombardement, les charges positives s'accumulent sur la cathode, faisant chuter la tension effective appliquée et provoquant l'arrêt de la pulvérisation. Ce problème peut être résolu par l'utilisation de la pulvérisation cathodique radiofréquence.

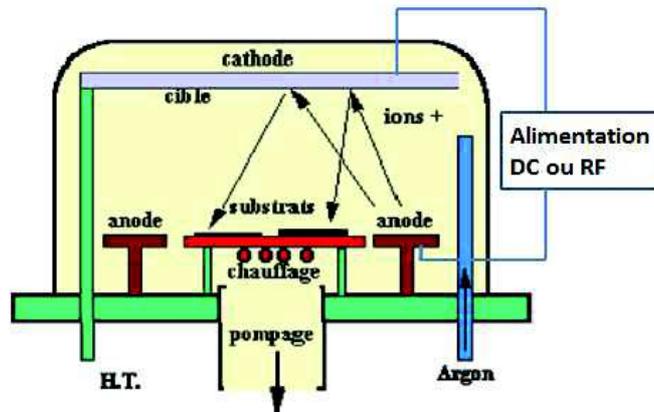


FIGURE II.1 – Pulvérisation cathodique : principe de la technique.

II.2.2 La pulvérisation cathodique radiofréquence

La pulvérisation cathodique en continu (DC) s'applique en effet essentiellement aux métaux. Pour les métaux semi-conducteurs ou isolants, ils ne peuvent pas être pulvérisés par ce procédé. En effet l'accumulation de charges positives apportées par le plasma (les ions Ar^+) à la surface de la cible interdit toute pulvérisation. Pour éviter cela, au lieu d'appliquer une tension continue entre les électrodes, un signal radio-fréquence (RF) est utilisé comme indiqué à la figure II.1. L'excitation électrique est produite par une tension radio-fréquence qui contrairement à une tension continue permet de maintenir la décharge en présence d'une cible isolante [4].

II.2.3 La pulvérisation cathodique en mode magnétron

Les industriels utilisent une amélioration de la pulvérisation cathodique radiofréquence. La pulvérisation cathodique à magnétron possède le même procédé général que la pulvérisation cathodique simple mais permet de résoudre le problème rencontré lorsque des électrons « sont perdus » car ils ne rencontrent pas tous des molécules de gaz, s'écartant vers l'anode plutôt que vers la cathode. Un champ magnétique est alors appliqué autour de la cible, grâce à des aimants permanents, qui modifie la trajectoire des électrons. Dans le dispositif de pulvérisation cathodique à magnétron, le champ magnétique est donc orienté de manière à ce que les lignes de champs soient parallèles à la surface bombardée par les ions (Figure II.2). Grâce à celui-ci, les électrons ont des trajectoires courbes à proximité de la cathode. Ils acquièrent plus d'énergie, et surtout parcourent des distances plus grandes, augmentant ainsi le taux d'ionisation. Il en résulte de l'accroissement la vitesse de dépôt et une diminution du bombardement électronique de la couche en croissance avec, pour conséquence, un moindre échauffement du substrat au cours du dépôt [5].

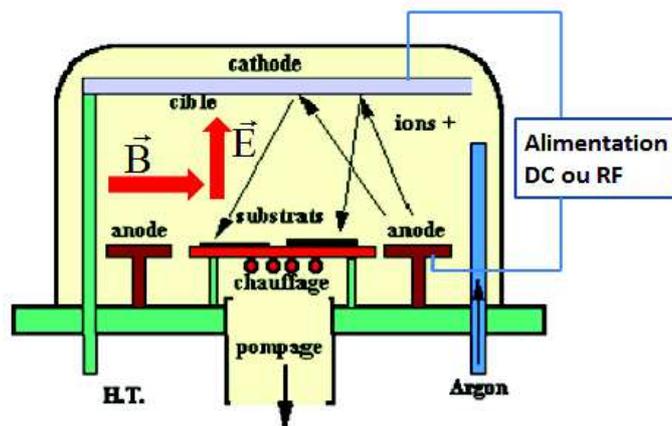


FIGURE II.2 – Pulvérisation cathodique en mode magnétron : principe de la technique.

Avec cette technique, les industriels peuvent travailler dans des conditions de pression plus extrêmes afin d'obtenir une plus grande pureté de la couche [6]. Ce procédé de pulvérisation, qui permet de déposer et donc de déposer différents types de matériaux (isolants ou des métaux), est beaucoup utilisé dans l'industrie de la micro-électronique [7].

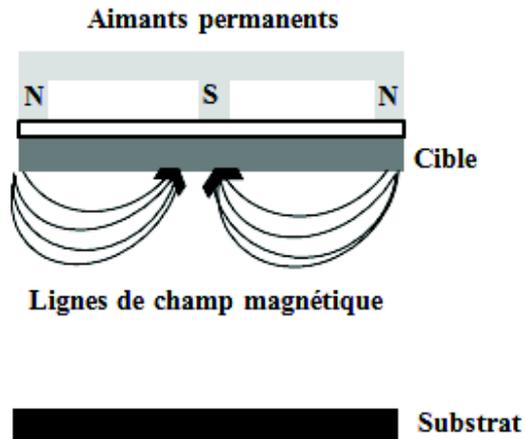


FIGURE II.3 – Configuration d'une cathode magnétron.

II.3 Principales applications des couches minces

Les applications des couches minces sont nombreuses et interviennent dans différents domaines tels que l'électronique ou l'optique pour

- la réalisation de capteurs,
- les interconnexions dans les dispositifs électroniques.
- l'implantation des composants électroniques passifs ou actifs, de revêtement en optique.
- la protection de certaines surfaces.

Les procédés de fabrication sont plus ou moins complexes selon le type d'application.

II.3.1 Les couches minces pour les capteurs

Le développement continu de la technologie d'élaboration, à des épaisseurs nanométriques, a conduit à réaliser des capteurs physiques ou chimiques. En effet, l'une des propriétés des couches minces est leur grande sensibilité aux sollicitations extérieures. Les capteurs thermiques en couche mince servent par exemple 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. Les capteurs mécaniques permettent de mesurer les déformations à partir des variations de leurs résistances électriques et d'en déduire les

contraintes mécaniques. On retrouve par ailleurs des capteurs de pression à jauge d'extensométrie en couche mince. On voit aussi de plus en plus apparaître des applications biochimiques, pour la surveillance médicale de certaines maladies comme l'épilepsie, qui utilisent des systèmes d'électrodes en couche mince déposées sur un support flexible [18].

II.3.2 Les interconnexions dans les dispositifs électroniques

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 [18].

Trois métaux sont couramment utilisés : le cuivre, l'or et l'aluminium. Le cuivre, ductile et malléable, est apprécié par la facilité avec laquelle on peut le travailler pour lui donner la forme de fil et par son excellente conductivité électrique [9]. Sa faible résistivité se révèle très importante dans les dispositifs ultra miniaturisés fonctionnant à des fréquences élevées.

L'or a l'avantage d'avoir une encore meilleure conductibilité et aucun risque d'oxydation. 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 semi-conducteurs.

II.3.3 Les couches minces pour les composants et les dispositifs électroniques

Les couches minces servent à la réalisation de dispositifs techniques très employés telles que les têtes de lecture des disques durs (couche magnétique), des ordinateurs et les têtes d'impression des imprimantes à jet d'encre. Il est possible de réaliser des transistors, des résistances et des condensateurs de grande précision et de haute stabilité dans le temps et en température. Les couches minces sont développées du simple composant électronique à des composants plus complexes dans divers domaines : les circuits analogiques, les codeurs, des applications hyperfréquences et optoélectroniques. Le filtre à onde acoustique de surface est 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,...) [18].

II.3.4 Les couches minces pour l'optique

Le domaine de l'optique exploite la technologie des couches minces principalement pour deux types d'application, basés d'une part sur des couches réfléchissantes et d'autre part, sur des couches au contraire anti-reflet [18].

Le premier type concerne des applications utilisant des miroirs plans ou non (miroirs astronomiques) et surtout des réflecteurs complexes tels certains optiques de phare de véhicules automobiles qui sont effectivement des dispositifs métallisés sous vide et comportant une couche d'aluminium. Cependant cette couche d'aluminium relativement fragile et supportant mal des conditions d'environnement sévères, doit être protégée par une couche de silice, déposée par *PVD*, immédiatement après le dépôt d'aluminium, c'est-à-dire dans le même cycle de vide. Le deuxième type d'application concerne les couches antireflets, utilisées dans les revêtements optiques 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. Ces interférences vont entraîner la réflexion ou la transmission de certaines longueurs d'onde.

II.3.5 Les couches de protection

Les couches minces peuvent aussi être employées pour protéger ou renforcer la surface d'un matériau. Des couches anticorrosion sont en effet utilisées dans des pare-chocs ou encore des pièces nickelées destinées à des dispositifs à hautes performances techniques comme par exemple les satellites. L'amélioration de la robustesse ou de l'imperméabilité d'un circuit à puces par exemple consiste à appliquer sur 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. Le dépôt en surface assure 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 d'origine. Le Nickel, qui a l'avantage d'être solide, dur et ductile en même temps, est utilisé pour le plaquage de fer, cuivre, laiton, grâce à sa résistance à l'oxydation et à la corrosion. On le trouve fréquemment accompagné de cobalt ou de cuivre (Constantan : alliage Cu/Ni).

II.4 Dépôt des couches métalliques sur le silicium

Cette partie présente les échantillons utilisés dans les expérimentations liées aux travaux de thèse. Le choix d'un dépôt de couches métalliques sur un substrat de silicium sera tout d'abord justifié et l'anisotropie sera abordée. La méthode de dépôt utilisée au sein du laboratoire du LAUM sera également exposée.

II.4.1 Présentation des échantillons réalisés

II.4.1.1 Le substrat utilisé

Le choix du silicium comme support des couches minces se justifie par ses bonnes propriétés, comme le prouve son utilisation généralisée dans les circuits intégrés et les puces électroniques.

Le silicium monocristallin appartient au groupe cristallographique cubique à faces centrées. Il est produit par un processus de croissance cristalline bien contrôlé consistant 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 parle de wafers (quelques centaines de microns) ou de substrats (quelques dizaines de millimètres) [18].

Le repère des directions cristallographiques principales du substrat ou du wafer est le méplat dit primaire. Un méplat secondaire peut également être présent, permettant de distinguer facilement le plan dans lequel est situé le substrat ((100), (110) ou (111)) et d'identifier le type de dopant utilisé (substrat de type P ou de type N). Les configurations suivantes sont schématisées sur la figure II.4.

- Un substrat de silicium de type P situé dans le plan (100) est identifiable par un angle de 90° entre les deux méplats.

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

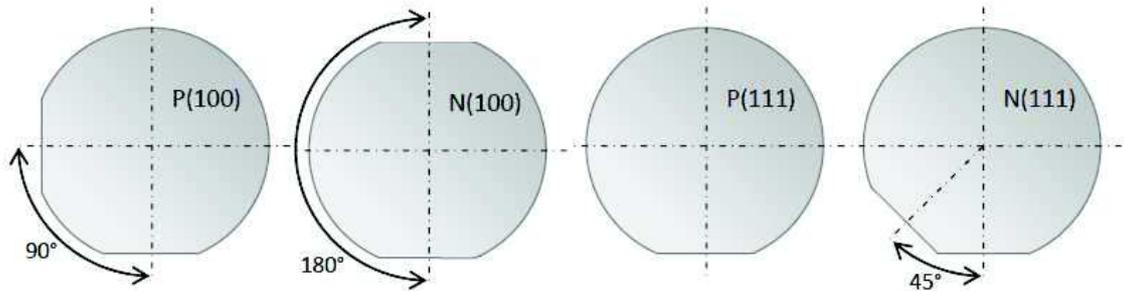


FIGURE II.4 – Position des méplats suivant le type de substrat.

II.4.1.2 Les cibles métalliques

Le cuivre et le nickel, très courants dans le domaine de l'électronique, ont été privilégiés pour constituer les couches déposées. Les échantillons réalisés dans l'étude présente sont des systèmes multicouches sur substrat avec une couche supérieure de nickel, une couche inférieure de cuivre et une couche intermédiaire de type alliage Cu/Ni. Quatre échantillons ont été fabriqués avec les caractéristiques suivantes :

- **Échantillon A** : Il est composé d'un substrat de silicium orienté suivant le plan (111) d'épaisseur $280\mu m$ (un substrat de type P(111)) et de deux couches métalliques de cuivre et de nickel d'environ 150 nm d'épaisseur chacune (figure II.5.A).
- **Échantillon B** : Il est composé d'un substrat de silicium orienté suivant le plan (100) d'épaisseur $280\mu m$ (un substrat de type P(100)), avec un dépôt identique à celui de l'échantillon A (figure II.5.B).
- **Échantillon C** : Il est composé d'un substrat de silicium orienté suivant le plan (111) (un substrat de type P(111)) et de trois couches métalliques de cuivre, constantan et nickel d'environ 150 nm d'épaisseur chacune (figure II.5.C).

- **Échantillon D** : Il est composé d'un substrat de silicium orienté suivant le plan (100) (un substrat de type P(100)), avec le même dépôt que l'échantillon C, (figure II.5.D).

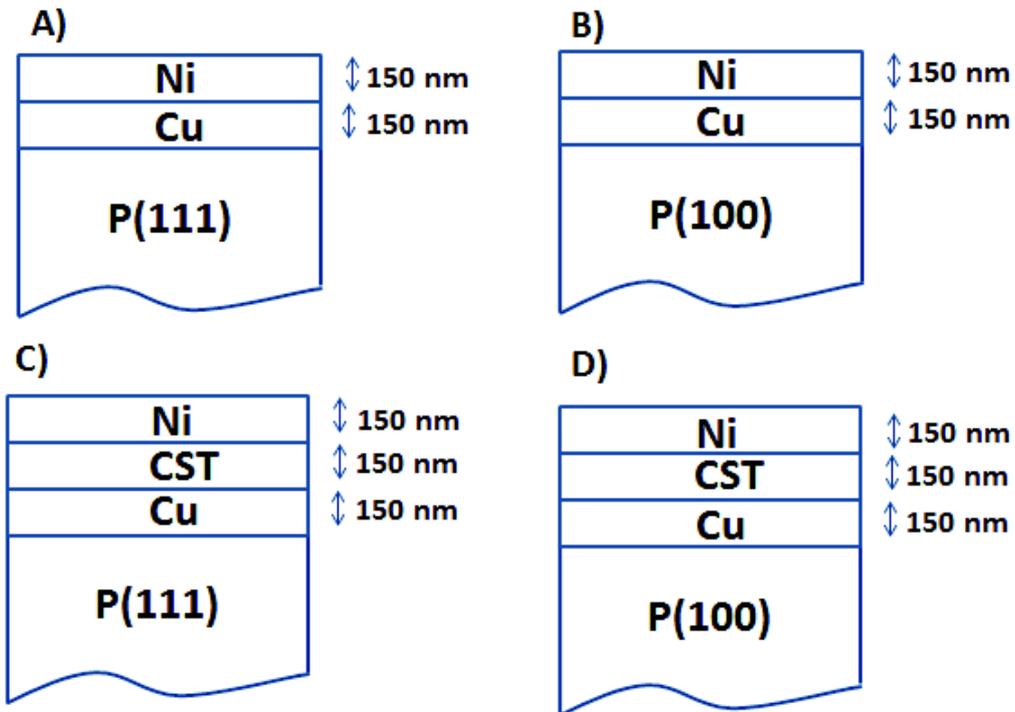


FIGURE II.5 – Les échantillons A, B, C et D réalisés dans la salle blanche du LAUM.

II.4.2 Méthode de dépôt utilisée

Les différents échantillons utilisés au cours de nos travaux ont été réalisés au sein de la salle blanche du LAUM par pulvérisation cathodique sous vide dont le principe a été expliqué précédemment au paragraphe II.1. La machine utilisée est présentée à la figure II.6.



FIGURE II.6 – Machine de pulvérisation du LAUM.

Il existe plusieurs catégories de salles blanches, désignées selon le nombre de particules d'une certaine taille par unité de volume. En Europe, le standard ISO est utilisé. La fabrication des échantillons a eu lieu dans une salle de classe 10000 (ISO 4), c'est-à-dire il n'y a pas plus que 10000 particules de taille $0.1 \mu\text{m}$ par m^3 . L'air, les produits chimiques, l'humidité, la pression, la température et la lumière y sont strictement contrôlés.

II.4.2.1 Pulvérisation cathodique du Cuivre (Cu) sur le silicium

Le dépôt de couche mince nécessite la formation de vide à hauteur de 15.8 mTorr dans l'endroit où les Wafers seront traités : la chambre de pulvérisation d'un bâti Plassys MP 4505.

Avant de pulvériser le cuivre, il faut nettoyer le substrat en bombardant sa surface avec de l'argon pour former le plasma, cela de façon continue pendant 2 mn . Le débit de flux est de 50.1 sccm (standard cubic centimeter par minute). En utilisant le programme DC1 de la machine, la pulvérisation de cuivre a été exécutée pendant 6 mn à une pression de

11.7 *mTorr*. Les ions de l'argon bombardent la source et éliminent les atomes de cuivre, qui en conséquence sous l'action de la différence de potentielle entre l'anode et la cathode, s'accrochent sur le substrat. Enfin, pour retirer le support, il faut casser la condition de vide en arrêtant le pompage.

II.4.2.2 Paramètres de pulvérisation des cibles utilisées

Les tableaux II.1 et II.2 synthétisent les paramètres employés lors de la pulvérisation permettant la préparation des échantillons.

Préparation des échantillons A et B

Paramètres	Cu/Si	Ni/Cu
sccm	35	50.1
Pression (<i>mTorr</i>)	11.7	17.1
Puissance (<i>W</i>)	130	110
Tension (<i>V</i>)	550	550
Intensité (<i>A</i>)	0.8	0.8
Durée	6 min	60 min

Tableau II.1 – Paramètres utilisés pour le dépôt de bicouche *Ni/Cu* sur le silicium.

Préparation des échantillons C et D

Paramètres	Cu/Si	CST/Cu	Ni/CST
sccm	35.2	35.5	50.6
Pression (<i>mTorr</i>)	11.7	11.8	16.5
Puissance (<i>W</i>)	130	130	110
Tension (<i>V</i>)	550	550	550
Intensité (<i>A</i>)	0.8	0.8	0.8
Durée	6 min	3 min 20 s	60 mn

Tableau II.2 – Paramètres utilisés pour le dépôt de tricouche *Ni/CST/Cu* sur le silicium.

II.5 Mesure des épaisseurs des couches minces

Il est important d'estimer les épaisseurs réalisées par la pulvérisation cathodique en vue de modéliser numériquement la propagation des ondes dans les échantillons. Deux méthodes sont proposées ici, l'une mécanique, utilisant le profilomètre à contact disponible au sein de la salle blanche, l'autre optique, sans contact.

II.5.1 Mesure des épaisseurs par profilomètre à contact

Les épaisseurs ont été mesurées à différents endroits (quatre emplacements à la frontière du dépôt de chaque échantillon) des échantillons au moyen d'un profilomètre de haute précision pour des épaisseurs micrométriques (figure II.7). Le tableau II.3 présente l'épaisseur moyenne obtenue pour chaque échantillon.

Echantillon	A	B	C	D
Épaisseur moyenne (<i>nm</i>)	216	309.5	480	482.2

Tableau II.3 – Épaisseur moyenne de la couche pour les échantillons réalisés.

Un écart maximum par rapport à l'épaisseur moyenne d'environ 100nm a été constaté entre les différentes mesures profilométriques réalisées. Les films minces ne sont pas donc uniformes au niveau de l'épaisseur figure II.8. Ceci est bien montré par cette méthode de mesure par profilomètre qui repose sur une mesure locale de l'épaisseur (effectuée sur les bords du dépôt).

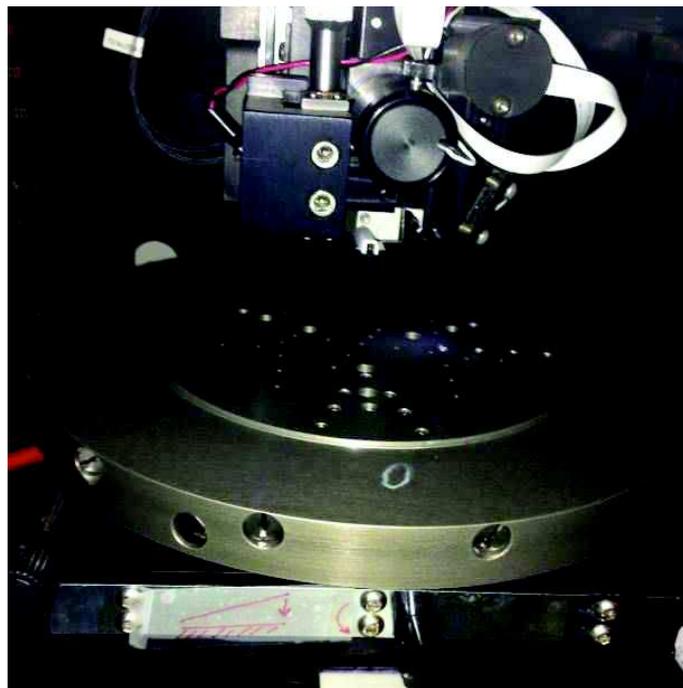


FIGURE II.7 – Profilomètre à contact du LAUM.

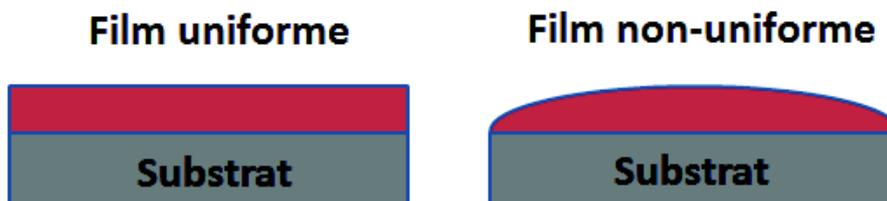


FIGURE II.8 – Types des dépôts.

II.5.2 Mesure des épaisseurs par interférométrie

II.5.2.1 Imagerie de la frontière

Une mesure des épaisseurs du dépôt a également été effectuée par une méthode optique sans contact. Dans un premier temps, il s'agit d'imager la frontière entre la surface de silicium et la surface du dépôt métallique. La figure II.9 présente le montage optique utilisé pour l'observation. Il s'agit d'un montage optique de grandissement, le principe

est d'obtenir, à l'aide d'un instrument d'observation (caméra CDD), une image d'une autre taille (généralement, elle est plus grande), le grandissement est associé au rapport d'une grandeur de l'objet à son équivalent pour l'image de cet objet à travers un système optique. Soit A' et B' les images des objets A et B données par le système optique composé d'une lentille convergente de distance focale f et de centre optique o , le grandissement transversale peut s'écrire

$$\gamma = \frac{A'B'}{AB} \quad (\text{II.1})$$

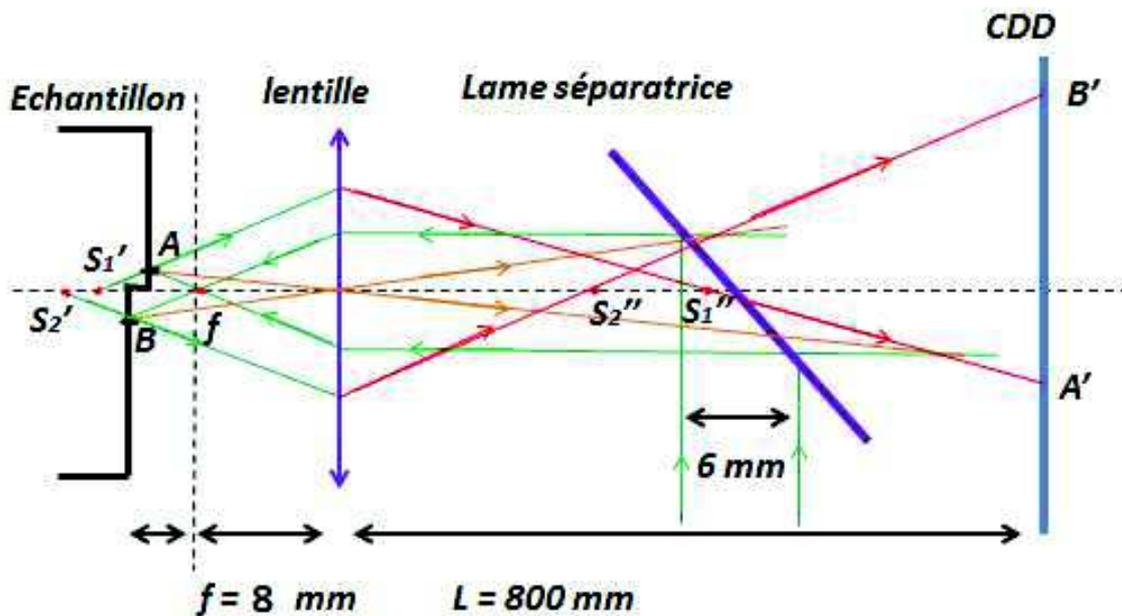


FIGURE II.9 – Montage optique pour observer la frontière

Les mesures optiques sont réalisées sur une zone de $100 \mu\text{m}$ au voisinage de la frontière. La figure II.10 présente l'image de dimension avoisinant 1 cm^2 captée par une caméra avec un agrandissement $\times 100$. Cette figure permet d'observer le décalage des épaisseurs entre la surface de silicium et la surface de nickel mais elle est insuffisante pour évaluer l'épaisseur de dépôt métallique.

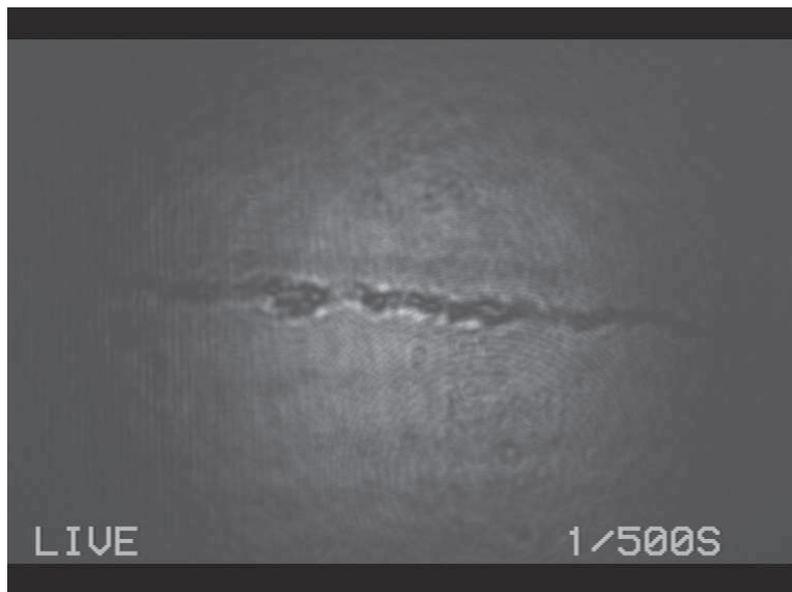


FIGURE II.10 – La frontière observée avec un agrandissement $\times 100$.

II.5.2.2 Interférométrie et décalage des franges

En interférant le faisceau (S), réfléchi par l'échantillon, avec un autre faisceau (R), réfléchi par un miroir placé perpendiculairement à la lame séparatrice (figure II.11), on obtient une figure d'interférence sous forme d'ensemble d'anneaux concentriques, successivement sombres et clairs (figure II.12).

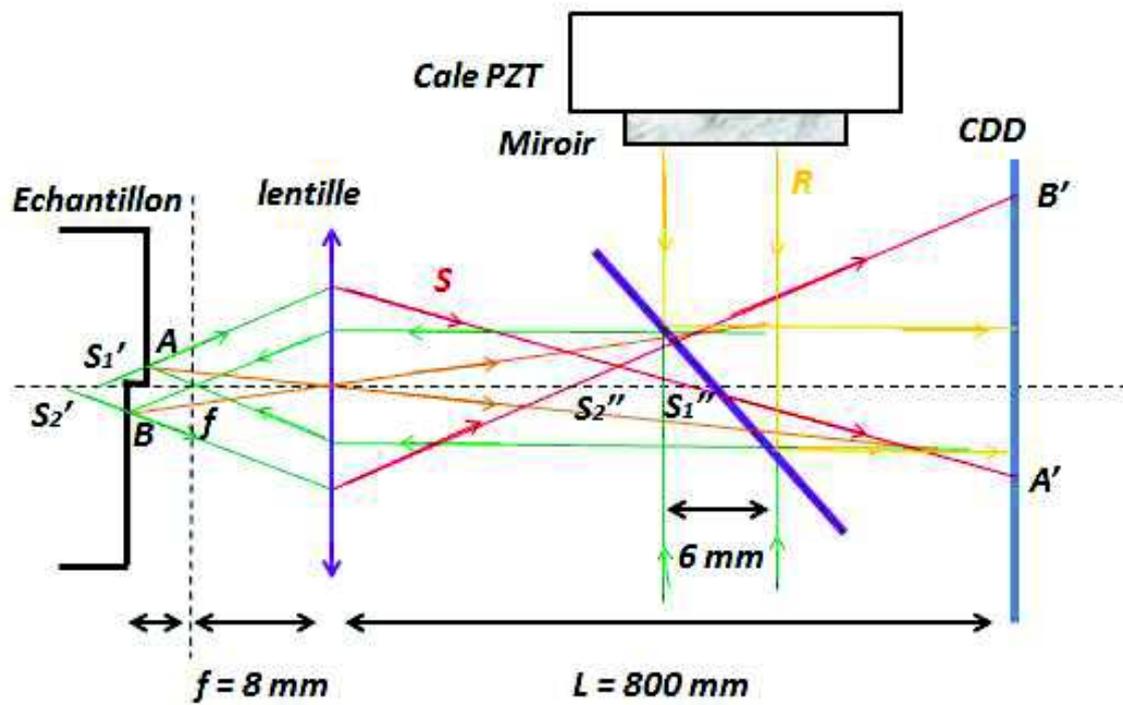


FIGURE II.11 – Montage optique d'interférence.

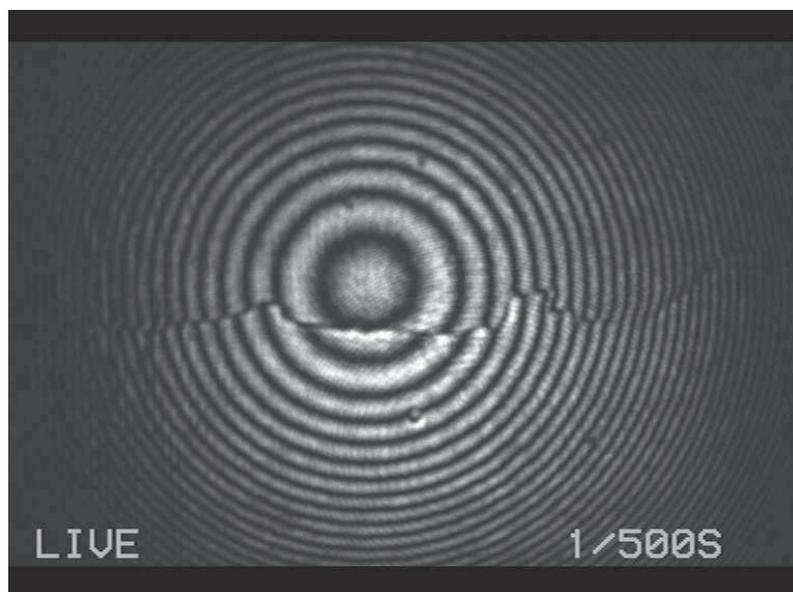


FIGURE II.12 – Les franges d'interférence observées au niveau de la frontière.

La formulation mathématique de ce champ d'interférence I peut être définie à l'aide de ses coordonnées spatiales (x, y) :

$$I(x, y) = I_0(x, y)[1 + m(x, y)f(\Phi(x, y))], \quad (\text{II.2})$$

avec :

$I_0(x, y)$ le niveau moyen du signal,

$m(x, y)$ la modulation de la figure de franges (contraste),

$\Phi(x, y)$ la phase interférométrique,

f une fonction définissant le profil des franges.

L'état d'interférence décrit par la phase interférométrique dépend du déphasage entre les deux faisceaux S et R, il change par modification du chemin optique de l'un de ces faisceaux.

$$\Phi(x, y) = \varphi_{ech}(x, y) - \varphi_{ref}(x, y) \quad (\text{II.3})$$

avec φ_{ech} et φ_{ref} sont les phases des faisceaux S et R respectivement.

La périodicité de la figure de franges, incite à décrire l'intensité sous forme harmonique, en utilisant pour f la fonction cosinus,

$$I(x, y) = a(x, y) + b(x, y)\cos[\Phi(x, y)], \quad (\text{II.4})$$

avec $a(x, y)=I_0(x, y)$ et $b(x, y)=I_0(x, y)m(x, y)$ respectivement le niveau moyen et l'amplitude de l'onde harmonique. La figure d'interférence II.12 montre que le contraste diminue à mesure que l'on s'éloigne du centre. Cette figure de franges constitue un outil de mesure particulièrement intéressant qui donne une information spatiale instantanée : les franges constituent des lignes d'égale variation de phase optique et la régularité des anneaux traduit l'homogénéité en épaisseur du dépôt. Il s'agit donc d'évaluer le décalage interférométrique $\Delta\Phi$ en un point de la frontière entre deux milieux D_1 et D_2 (figure II.13) de façon analogue à l'équation (II.2).

Au voisinage de cette frontière, les phases au niveau des points B_1 et B_2 appartenant à D_1 et D_2 , sont notées $\varphi_{ech}(B_1)$ et $\varphi_{ech}(B_2)$ telles que

$$\varphi_{ech}(B_1) = \varphi_1(B), \quad (\text{II.5})$$

$$\varphi_{ech}(B_2) = \varphi_2(B). \quad (\text{II.6})$$

Le déphasage interférométrique au voisinage la frontière pour les deux domaines est alors :

$$\Phi_1(B) = \varphi_1(B) - \varphi_{ref}, \quad (\text{II.7})$$

$$\Phi_2(B) = \varphi_2(B) - \varphi_{ref}. \quad (\text{II.8})$$

Le décalage de phase interférométrique induit par la suite un décalage des frange d'interférence au niveau de la frontière :

$$\Delta\Phi = \Phi_1(B) - \Phi_2(B). \quad (\text{II.9})$$

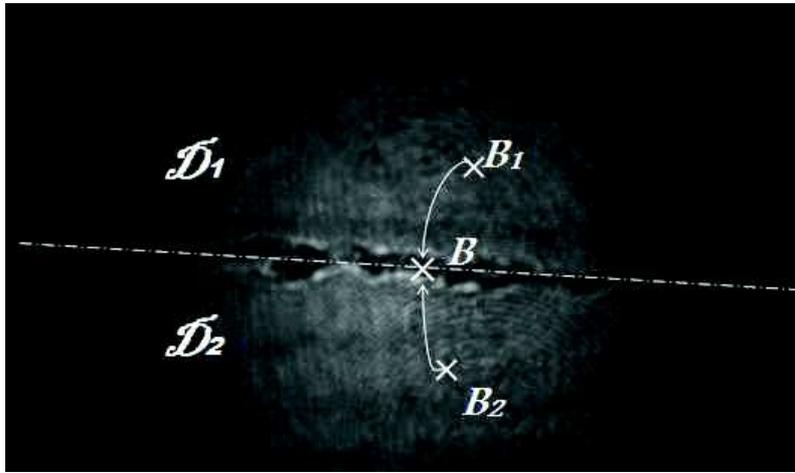


FIGURE II.13 – La phase optique au niveau de la frontière.

Ce décalage de phase est relié à l'épaisseur de dépôt métallique selon

$$\Delta\Phi_{[2\pi]} = \frac{4\pi}{\lambda}h. \quad (\text{II.10})$$

Il est néanmoins nécessaire d'apporter une petite correction dans la fonction de déphasage, due à la réflexion du faisceau (S) en incidence normale sur l'échantillon, conduisant à :

$$\Delta\Phi_{[2\pi]} = \frac{4\pi}{\lambda}h + [\Phi_r(Ni) - \Phi_r(Si)], \quad (\text{II.11})$$

avec $\Phi_r(Ni)$ et $\Phi_r(Si)$ les arguments des coefficients de réflexion pour les deux matériaux constituant les surfaces des deux domaines D_1 et D_2 . Dans le cas d'une incidence normale, le coefficient de réflexion s'écrit aussi en fonction de l'indice de réfraction n sous la forme

$$r = \frac{1 - n}{1 + n}. \quad (\text{II.12})$$

L'indice de réfraction qui caractérise un milieu en décrivant le comportement de la lumière dans celui-ci, dépend de la longueur d'onde de mesure et aussi des caractéristiques de l'environnement dans lequel se propage la lumière. Les figures II.14 et II.15 présentent l'évolution des indices de réfraction du silicium et du nickel en fonction de la longueur d'onde.

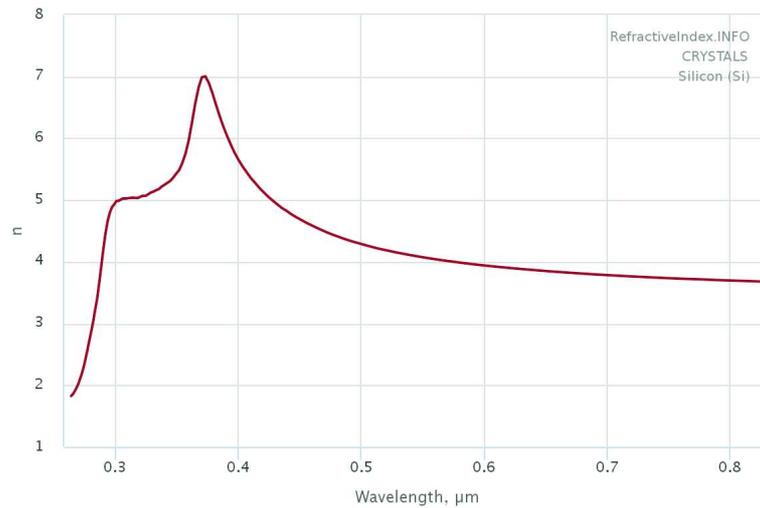


FIGURE II.14 – Indice de réfraction du silicium [10].

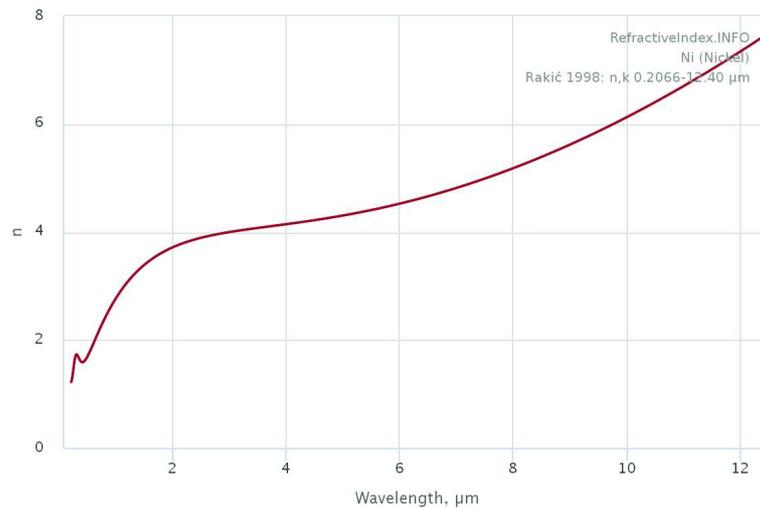


FIGURE II.15 – Indice de réfraction du nickel [10].

Le tableau 1.1 résume les constantes optiques dans les deux milieux pour la longueur d'onde du laser utilisé ($\lambda = 532nm$).

Matériau	n	R (Réflectance)	Φ_r
Ni	1.7764	0.60094	-152.585°
Si	4.136	0.37283	-179.227°

Tableau II.4 – Les constantes optiques pour le nickel et le silicium à la longueur d'onde $\lambda = 532nm$.

Afin de connaître l'épaisseur du dépôt, il est donc nécessaire d'après l'équation II.10 de déterminer le déphasage $\Delta\Phi$.

II.5.2.3 Démodulation de la phase optique

Les méthodes d'évaluation de la phase sont diverses [11],[12]. Une des méthodes les plus utilisées actuellement est la méthode dite du décalage de phase, apparue en 1966 [13], lorsque P. Carré inventa le procédé pour le comparateur interférentiel du Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). Le principe de cette méthode consiste à estimer la phase interférométrique $\Delta\Phi$ à l'aide d'une série de figures de franges déphasées combinées à une fonction arctangente ou exponentielle. D'une manière générale, la démodulation de la phase consiste à ajouter un terme de phase supplémentaire ϕ à la phase utile $\Delta\Phi$.

Ainsi l'expression de la figure des franges à un point B appartenant à la frontière se réécrit

$$I(B) = a(B) + b(B)\cos(\Delta\Phi + \phi). \quad (\text{II.13})$$

Cette expression contient trois inconnues a , b , $\Delta\Phi$. Il est donc nécessaire d'avoir au moins trois équations pour espérer obtenir les inconnues, c'est pourquoi on fait varier le terme ϕ ajouté suivant 4 valeurs [14].

L'application de cette méthode (le décalage de phase), est réalisée par le transducteur piézoélectrique sur lequel est collé le miroir réfléchissant. La déformation du matériau piézoélectrique suite à l'application d'une tension conduit à un changement de position de miroir, faisant varier finement la phase optique d'une valeur ϕ . Puisque le faisceau lumineux (R) est réfléchi en incidence normale, un déplacement δ du miroir de $\lambda/8$ est suffisant pour réaliser un déphasage interférométrique ϕ de $\pi/2$ (figure II.16).

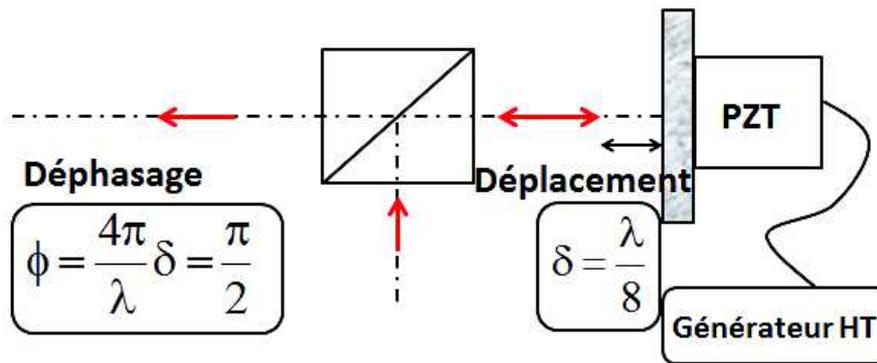


FIGURE II.16 – Décalage de phase par transducteur piézoélectrique.

Pour une tension de 82 mV le miroir se déplace d'une distance de $\lambda/8$. La modulation est une marche de phase que l'on maintient constante pendant l'intégration temporelle du détecteur. En pratique une variation en marches d'escalier de la tension est imposée afin de faire varier la phase ϕ de $\pi/2$ après chaque période ΔT .

La figure II.17 présente la tension en marche d'escalier pour moduler la phase.

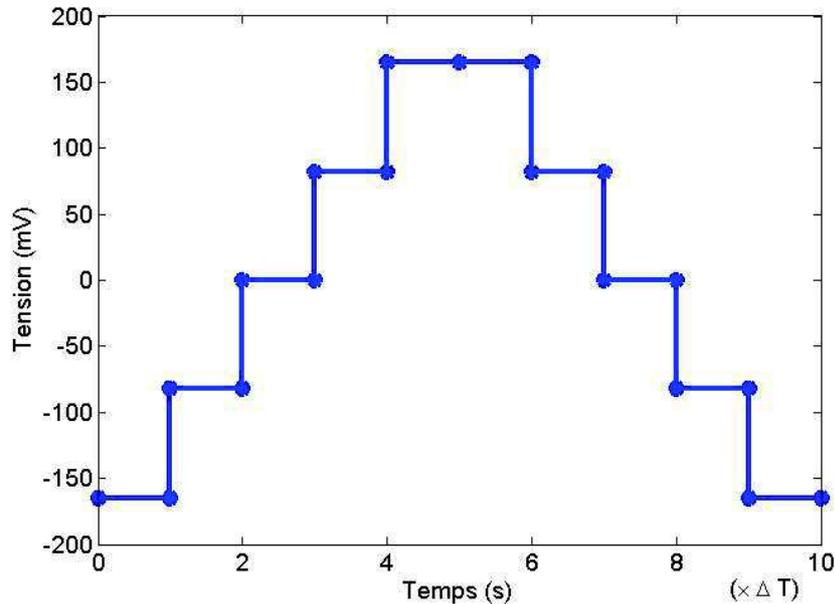


FIGURE II.17 – Tension appliquée pour la démodulation de phase.

Pour cette approche, dite de Wyant [11], quatre interférogrammes sont captés avec une figure de franges pour chaque marche de phase maintenue constante sur la durée ΔT (figure II.18). :

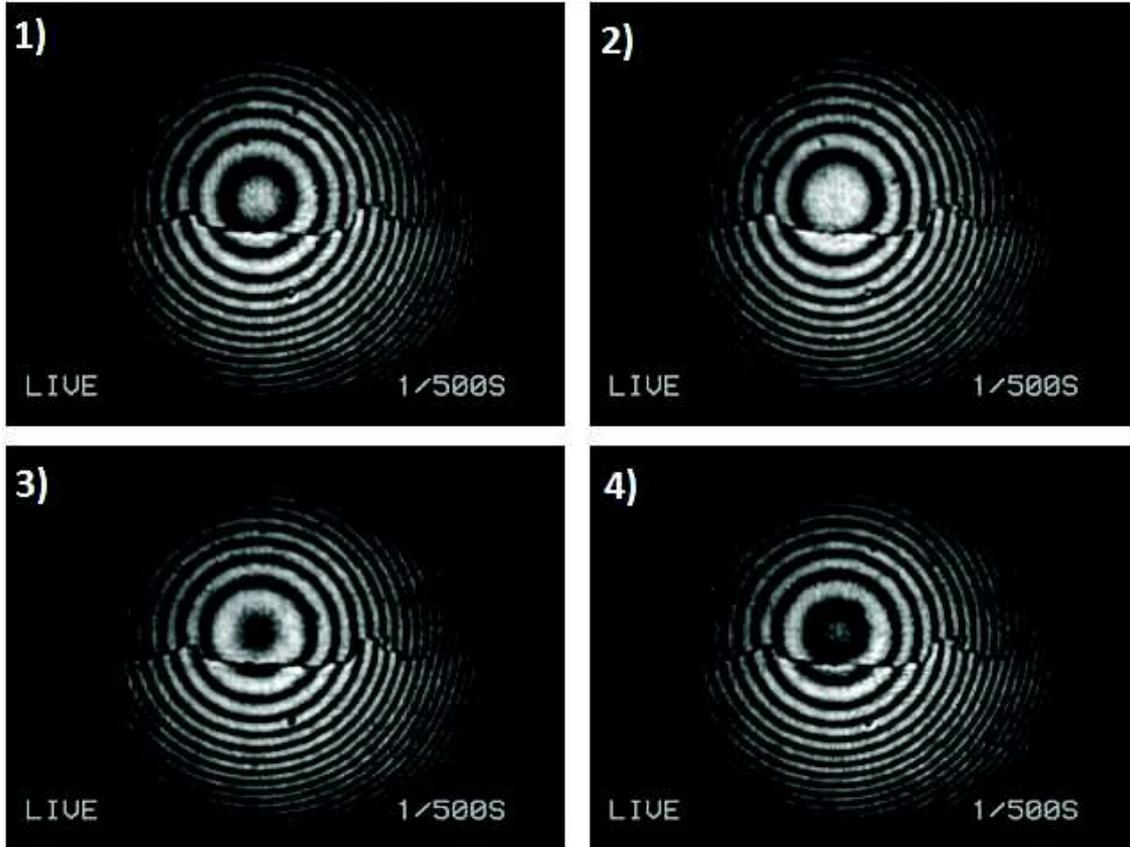


FIGURE II.18 – Visualisation des quatre interférogrammes déphasés de $\pi/2$.

L'intensité de chaque interférogramme s'écrit comme suit

$$I_1(B) = a(B) + b(B)\cos(\Delta\Phi), \quad (\text{II.14})$$

$$I_2(B) = a(B) + b(B)\cos(\Delta\Phi + \frac{\pi}{2}), \quad (\text{II.15})$$

$$I_3(B) = a(B) + b(B)\cos(\Delta\Phi + \pi), \quad (\text{II.16})$$

$$I_4(B) = a(B) + b(B)\cos(\Delta\Phi + \frac{3\pi}{2}). \quad (\text{II.17})$$

Il est alors simple de déduire la phase $\Delta\Phi$, en calculant

$$I = (I_1 - I_3) + j(I_4 - I_2), \quad (\text{II.18})$$

ce qui donne

$$I = 2b \exp(i\Delta\Phi). \quad (\text{II.19})$$

La variation de phase recherchée est donc

$$\Delta\Phi = \arg(I). \quad (\text{II.20})$$

La figure II.19 montre le résultat obtenu après application de l'algorithme sur les quatre interférogrammes déphasés de la figure II.18.

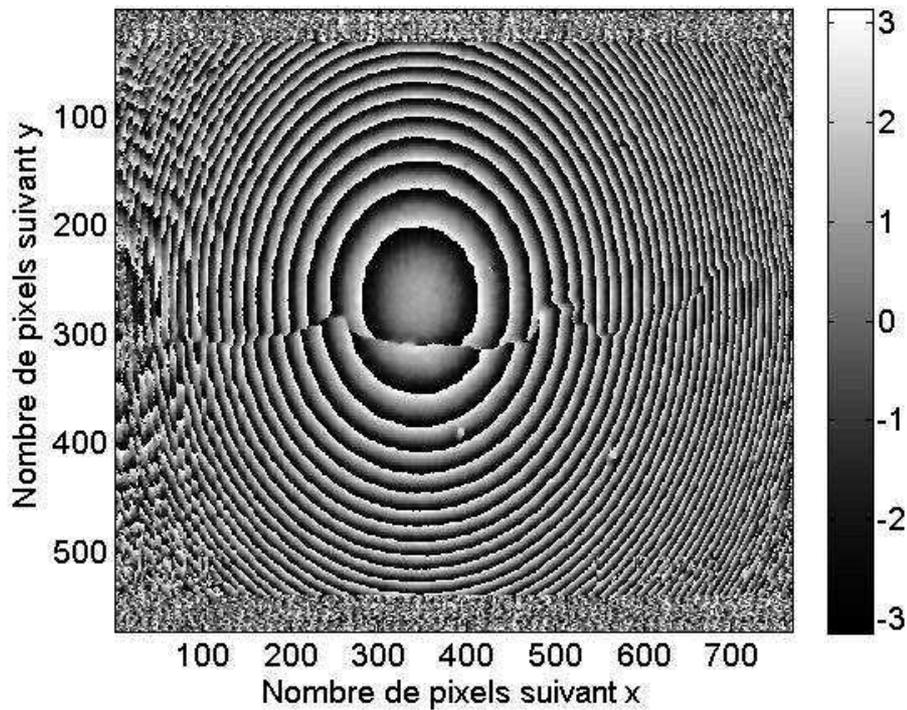


FIGURE II.19 – Phase non déroulée estimée avec les quatre interférogrammes déphasés

La phase est obtenue modulo 2π , la reconstruction de la variation de phase physiquement continue nécessite l'addition ou la soustraction d'un chiffre multiple entier de 2π . Ainsi les sauts de phase $\pm\pi$ sont supprimés. L'opération qui consiste à obtenir l'ordre de chaque frange et donc à reconstituer la continuité physique de la carte de phase s'appelle le déroulement de phase, « phase unwrapping » en anglais [15] (figure II.20).

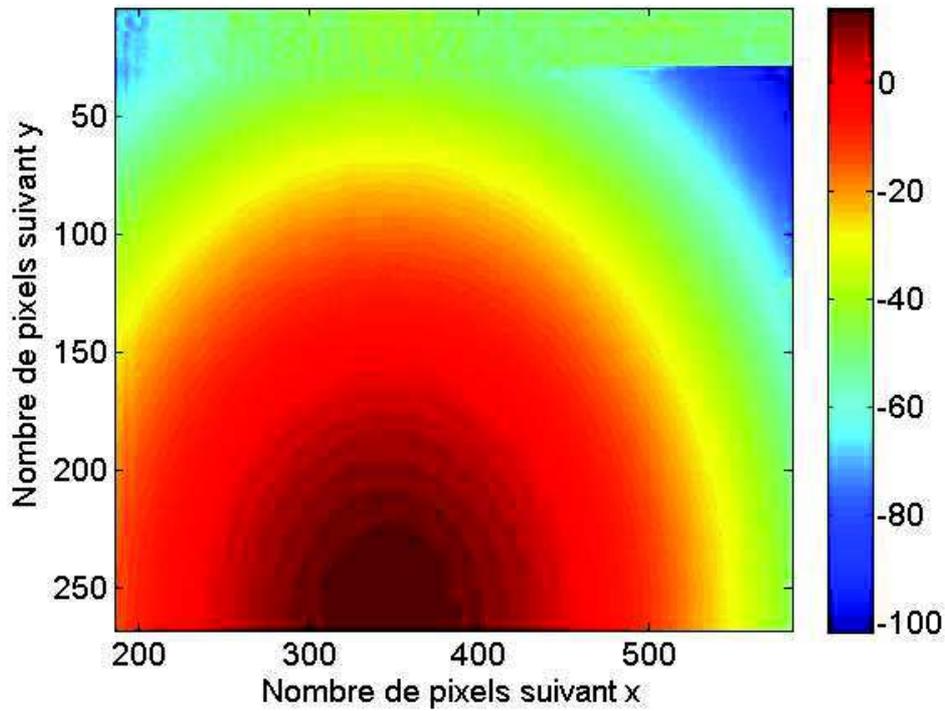


FIGURE II.20 – Phase déroulée.

II.5.2.4 Évaluation des épaisseurs des dépôts

L'épaisseur est calculée simplement à partir de la phase $\Delta\Phi$ obtenue modulo 2π , en ajoutant le terme $\lambda/2$ à l'expression de l'épaisseur déduite de l'équation (II.10). Ce terme ajouté correspond à l'addition de $+2\pi$ à la phase.

$$h = \frac{\lambda}{4\pi} \times (\Delta\Phi - [\Phi_r(Ni) - \Phi_r(Si)]) + \frac{\lambda}{2}. \quad (\text{II.21})$$

Échantillon	$\Delta\Phi_{essai1}$	$\Delta\Phi_{essai2}$	$\Delta\Phi_{essai3}$	$\Delta\Phi_{essai4}$	$h_{moy}[\text{nm}]$
Ech (A)	$0,52\pi$	$0,46\pi$	$0,64\pi$	$0,84\pi$	337
Ech (B)	$0,74\pi$	$0,62\pi$	$0,66\pi$	π	347
Ech (C)	$1,27\pi$	2π	$1,22\pi$	$0,93\pi$	426
Ech (D)	$0,97\pi$	$1,35\pi$	$1,06\pi$	$1,12\pi$	397

Tableau II.5 – Épaisseurs des quatre échantillons obtenus pour plusieurs essais de mesure interférométrique.

Cette méthode est limitée par la connaissance exacte des coefficients de réflexion des matériaux constituant les deux domaines D_1 et D_2 . Ici la différence $\Phi_r(Ni) - \Phi_r(Si)$ est calculée en considérant que le silicium et le nickel sont totalement purs. Or plusieurs facteurs peuvent intervenir dans la variation de leurs propriétés comme par exemple l'oxydation.

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre, les différents dispositifs expérimentaux utilisés pour l'élaboration et les mesures des épaisseurs des échantillons ont été décrits. Une première partie concernant la préparation des films de type bicouche et à gradient de composition (injection d'alliage entre le bicouche) a permis de détailler la phase d'élaboration basée sur la technique de pulvérisation cathodique. Ensuite dans une deuxième partie, nous avons présenté la technique optique utilisée pour la mesure d'épaisseur nanométrique sans contact.

Bibliographie

- [1] J.J. Bessot, *Dépôt par évaporation sous vide*, Technique de l'ingénieur, M 1 655, 1985.
- [2] Y. M. Jiang, *Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur*, Thèse de Doctorat, Université Paris XI Orsay, 1992.
- [3] P. Sigmound, *sputtering by particle bombardment*, Springer-Verlag, New-York, 1981.
- [4] F. Rebib, *Etude structurale, optique et électrique de couches minces d'oxynitride de silicium déposées par pulvérisation cathodique radiofréquence réactive*, thèse de l'Université Blaise Pascal, NNT : 2006CLF21714, 2006.
- [5] S. Ido, M. Kashiwagi, M. Takahashi, *Computational Studies of Plasma Generation and Control in a Magnetron Sputtering System*, Jpn. J. Appl. Phys., 38 (1999).
- [6] Q.P. Wang, D.H. Zhang, Z.Y. Xue, X.J. Zhang, *Mechanisms of green emission from ZnO films prepared by rf magnetron sputtering*, Optical Materials, Volume 26, Issue 1, P. 23–26, June 2004.
- [7] M. Kamel, S. Mseddi, A. Njeh, W. Donner, M.H. Ben Ghozlen, *Acoustoelastic Effect of Textured (Ba,Sr)TiO₃ Thin films under an Initial Mechanical Stress*, J. App. Phys. 118, 2015.
- [8] S. Fourez, *Caractérisation des couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers*, thèse de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013, NNT : 2013VALE0014.
- [9] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Cuivre>, vue en Décembre 2015.
- [10] <http://refractiveindex.info>, vue en Décembre 2015.
- [11] J.C. Wyant, *Use of an ac Heterodyne Lateral Shear Interferometer With Real-Time Wavefront Correction Systems*, Applied Optics, Vol. 14, N-11, p. 2622-2626, 1975.

- [12] J.H. Bruning, D.R. Herriott, J.E. Gallagher, D.P. Rosenfeld, A.D. white, D.J. Brangaccio, *Digital Wavefront Measuring Interferometer for Testing Optical Surfaces and Lenses*, Applied Optics, Vol. 13, N-11, p. 2693-2703, 1974.
- [13] P. Carré, *Installation et Utilisation du Comparateur Photoélectrique et Interférentiel du Bureau International des Poids et Mesures*, Metrologia, Vol. 2, N-1, p. 13-23, 1966.
- [14] K. Creath, *Phase Measurement Interferometry Techniques*, Progress in Optics, Vol. 26, p. 349-393, 1988.
- [15] D.C. Ghiglia, *Two-Dimensional Phase Unwrapping : Theory, Algorithms and Software*, Wiley Ed., New-York, 1998.

Chapitre III

Génération et Détection des Ondes de Surface par Sources lasers

III.1 Introduction

Comme vu dans le chapitre précédant, le laser est couramment utilisé pour les mesures d'épaisseurs et la caractérisation de surfaces. Cette invention importante du 20^{ème} siècle est, dans notre cas, employée pour la génération et la détection sans contact d'ondes ultrasonores.

Dans une première partie, nous introduirons le principe général des ultrasons-laser 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 et d'ablation avant de nous intéresser plus particulièrement à la génération thermoélastique. La troisième partie sera, quant à elle, consacrée à la détection optique des vibrations ultrasonores par une méthode interférométrique. Pour terminer ce chapitre, les dispositifs expérimentaux utilisés au sein du laboratoire seront détaillés.

III.2 Généralités sur la méthode optoacoustique : Ultrason-Laser

III.2.1 Génération et détection des ultrasons par lasers

L'emploi des techniques d'optoacoustique pour le diagnostic des propriétés élastiques des matériaux et de manière plus générale pour le contrôle non destructif d'architectures micrométriques et sub-micrométriques existe depuis les années 60 et connaît un fort développement dès l'apparition de sources laser de forte puissance.

Ces techniques optiques reposent le plus souvent sur l'utilisation de sources laser impulsionnelles pour la génération et la détection d'impulsions acoustiques, mais il est possible d'utiliser des sources lumineuses modulées sinusoïdalement [1]. La configuration la plus répandue est celle appelée pompe-sonde. Celle-ci met en jeu deux faisceaux lasers. Le premier faisceau laser appelé « pompe » vient générer en surface, ou à une interface, une onde acoustique à large contenu fréquentiel. La propagation de cette impulsion acoustique dans l'architecture étudiée peut ensuite être suivie dans le temps à l'échelle de la nanoseconde,

grâce à l'emploi d'un second laser utilisé en mode continu appelée « sonde ».

Les impulsions laser, généralement de courte durée, qui servent à la génération, 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 choix de la longueur d'onde du laser dépend de l'absorptivité du matériau à la longueur d'onde optique 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_2 permettent de couvrir un large spectre de fréquence et représentent les sources les plus utilisées [1].

La première expérience permettant l'observation de l'interaction laser-matière pour générer les ultrasons est associée à A. G. Bell en 1880 [3], [4]. Néanmoins, il a fallu attendre les années 1960 et l'avènement des lasers pour que la technique d'ultrasons laser soit appliquée à l'étude des propriétés de solides isotropes [5], [6]. L'instrumentation relative aux expériences a ensuite été perfectionnée. La conception de lasers impulsionsnels et de montages interférométriques a par exemple permis d'améliorer la génération et la détection des ondes acoustiques [7], [8].

La détection des ultrasons est réalisée par un autre laser, dont les propriétés, à savoir la monochromaticité, la cohérence, la directivité et la densité de puissance doivent être adaptées à l'onde recherchée. Les méthodes de détection basées sur l'interaction acousto-optique sont variées. Cette interaction peut être évaluée par plusieurs techniques de mesures exploitant la déflexion [11], la diffraction [12], la réflexion [9], [10] ou les interférences [13], [14].

Les tableaux III.1 et III.2 donnent les principales caractéristiques de quelques lasers utilisés pour la génération et la détection des ultrasons.

Milieu actif	Longueur d'onde (μm)	Durée de l'impulsion	Fréquence de répétition (Hz)	Énergie (J)
CO_2	10.6	6 ns - 1100 μs	$< 10^4$	< 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	< 150
Rubis	0.694	15 ns	< 120	< 400

Tableau III.1 – Les lasers impulsionnels utilisés pour la génération des ultrasons avec leurs principales caractéristiques [15].

Milieu actif	Longueur d'onde (μm)	Puissance
Argon	0.488 ou 0.514	$< 20W$
Hélium-Néon	0.633	$< 50mW$
Nd :YAG	1.06 , 0.532, 0.355, 0.266	$< 1kW$

Tableau III.2 – Les lasers impulsionnels utilisés pour la détection des ultrasons avec leurs paramètres [15].

III.2.2 Les avantages de la technique des Ultrasons-laser

Les nombreux atouts des lasers en font des outils en plein essor, pour le contrôle non destructif qui tendent à remplacer les méthodes traditionnelles utilisant des transducteurs piézoélectriques. Ces techniques usuelles, qui nécessitent un contact ou un couplage liquide pour la génération et la détection des ondes, sont inadaptées à l'examen d'objet de petites dimensions. En effet, d'une part le couplage perturbe la mesure, et d'autre part, le découpage des pièces selon de multiples directions peut être nécessaire afin de mesurer les vitesses pour différentes directions cristallographiques [16].

De nombreuses méthodes sans contact, à couplage aérien ou utilisant par exemple des excitateurs et détecteurs EMAT ou des traducteurs électrocapacitifs ou piézo-électriques, permettent alors de répondre aux différentes préoccupations du contrôle et de l'évaluation non-destructifs sans contact d'échantillons d'épaisseur millimétrique. Elles autorisent aussi

l'inspection des matériaux à géométrie complexe dans des conditions extrêmes de température ou de configuration chimique. De plus, les couplants liquides n'étant plus utiles, il est possible de contrôler des matériaux poreux ou hydrophobes, sans craindre de créer des conditions favorables au développement de la corrosion. Malgré tout, les techniques restent, pour la plupart d'entre elles, limitées par les caractéristiques (magnétiques et élastiques si le couplage est élasto-optique) du matériau à contrôler.

La génération d'ultrasons par la technique d'ultrasons laser est, quant à elle, envisageable quelle que soit la nature du matériau. Lorsque le matériau est transparent au rayonnement laser, il suffit de déposer une fine couche métallique permettant la transduction opto-acoustique.

III.3 Génération d'ondes élastiques par effet photothermique

Deux régimes de génération sont principalement distingués selon l'énergie des impulsions laser : le régime d'ablation et le régime thermoélastique. Le premier est atteint pour de grandes énergies et correspond à l'ablation de matière en surface du matériau. La force imposée par l'échange de quantité de mouvement dû à l'éjection de matière est alors normale à la surface. Ce régime fut étudié par J. F. Ready [17].

Le régime de génération thermoélastique intervient, pour sa part, pour de plus petites énergies. Les déformations élastiques proviennent alors du gradient thermique consécutif au dépôt d'énergie du faisceau laser dans le matériau.

III.3.1 Les modes de génération

III.3.1.1 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. 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 [1].

Cet échauffement est suffisant pour engendrer au sein du matériau des contraintes mécani-

ques 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 III.1). Pour les métaux, l'énergie absorbée reste localisée dans quelques nanomètres sous la surface, dans l'épaisseur de peau.

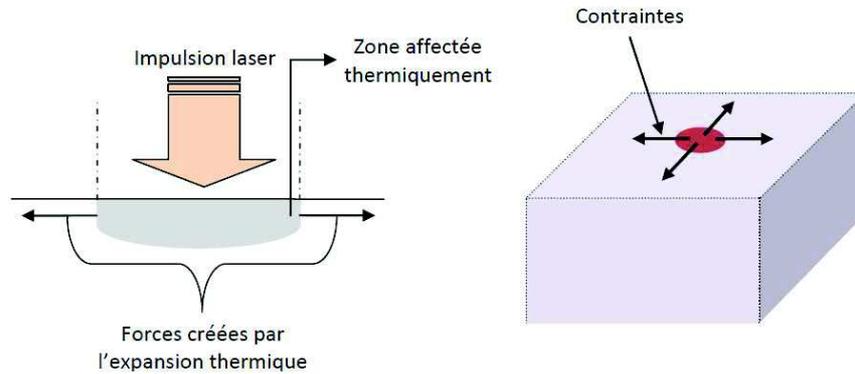


FIGURE III.1 – Régime thermoélastique [18].

III.3.1.2 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 [1]. 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 III.2).

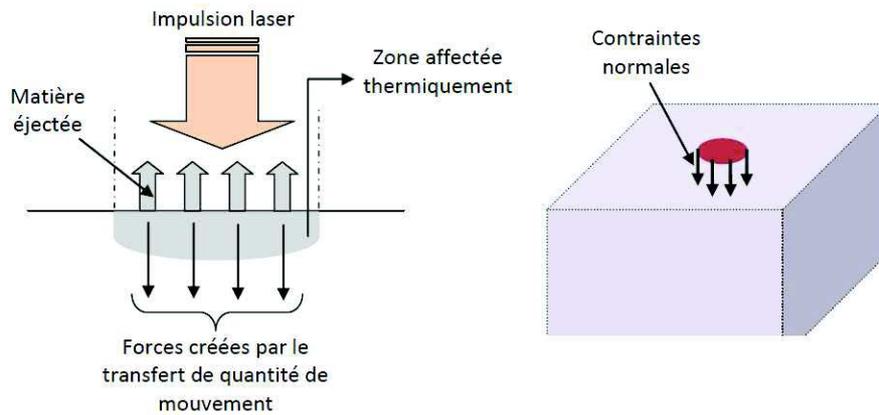


FIGURE III.2 – Régime d’ablation [18].

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.

III.3.2 Génération thermoélastique

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 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 III.3 représente les fronts d’ondes à un instant suite à une impulsion laser.

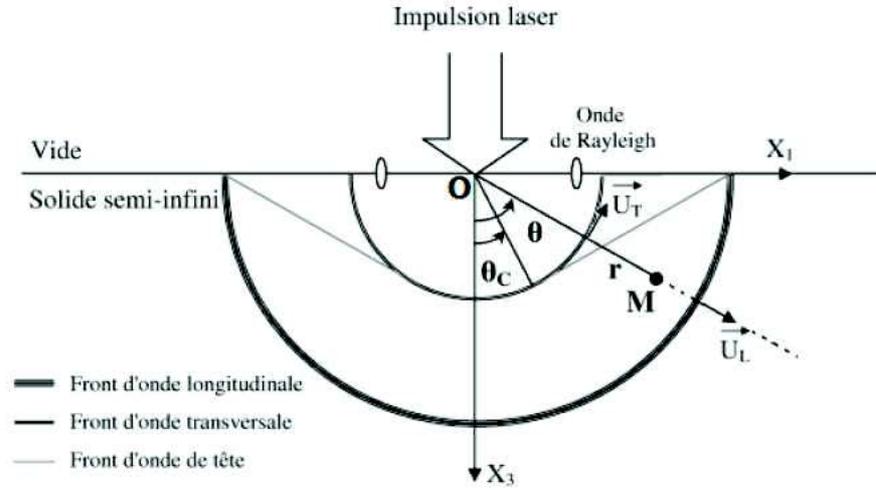


FIGURE III.3 – Fronts d’onde associés à une source laser dans un solide isotrope semi-infini à un instant t [1].

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° et contenues dans le plan sagittal formé par le vecteur d’onde et la normale à la surface.
- Lorsque le point d’observation M se situe à un angle θ tel que $\theta > \theta_c$ [18] :

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

Il existe une onde de tête dont le temps d’arrivée du front d’onde au point M est donné selon [18] :

$$t_{LT} = \frac{r \times \cos(\theta - \theta_c)}{V_T}. \quad (\text{III.2})$$

III.3.2.1 Source ponctuelle

Le rayonnement d'une source thermoélastique est considéré ponctuel d'après Aki et Richard [19] si et seulement si la condition suivante est satisfaite

$$\frac{V_A}{3F_A} \geq d, \quad (\text{III.3})$$

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. En utilisant une source impulsionnelle de durée τ_L , il s'ensuit que le spectre des ondes acoustiques généré est borné supérieurement par la fréquence $F_A^{max} = \frac{1}{\tau_L}$. Par conséquent la source est considérée comme ponctuelle, si sa dimension est telle que $d \leq \frac{V_A}{3} \tau_L$.

Les diagrammes de directivité sont établis pour une source ponctuelle par Rose [20], à partir des fonction de Green, pour des ondes longitudinales et transversales. Les fonctions de directivité, qui dépendent du rapport des vitesses $\nu = V_T/V_L$ sont données par les équation III.4 et III.5 respectivement pour les ondes longitudinales et transversales pour un solide supposé isotrope :

$$L(\theta) = \frac{\sin\theta \sin 2\theta \sqrt{\nu^2 - \sin^2\theta}}{(\nu^{-2} - 2\sin^2\theta)^2 + 2\sin\theta \sin 2\theta \sqrt{\nu^{-2} - \sin^2\theta}}, \quad (\text{III.4})$$

$$T(\theta) = \frac{\sin 2\theta \cos 2\theta}{\cos^2 2\theta + 2\sin\theta \sin 2\theta \sqrt{\nu^2 - \sin^2\theta}}. \quad (\text{III.5})$$

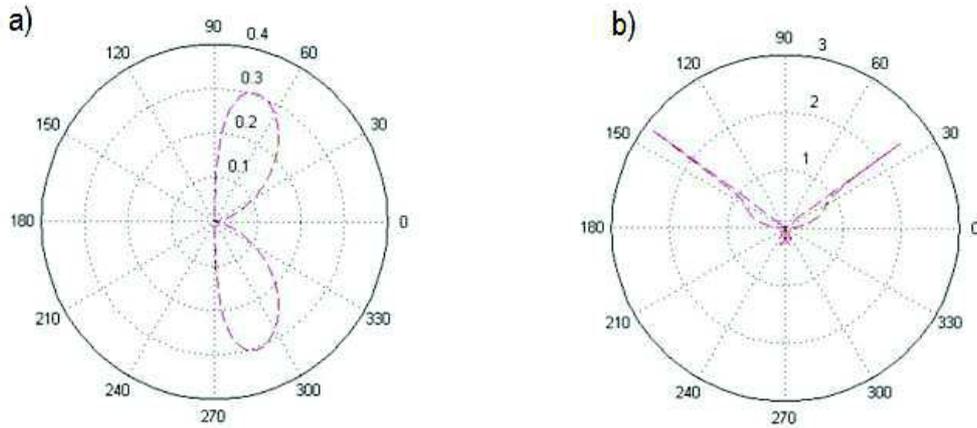


FIGURE III.4 – Diagrammes de directivité d'une source ponctuelle pour a) une onde longitudinale et b) une onde transversale dans un substrat de silicium.

III.3.2.2 Source linéique

Dans notre étude, la génération des ondes ultrasonores est réalisée par un faisceau laser focalisé par une lentille cylindrique de sorte que la source acoustique peut être considérée comme linéique de longueur $700\mu m$. Contrairement à la focalisation ponctuelle qui engendre une répartition uniforme de l'énergie associée à l'onde de surface autour de la source, la focalisation linéique permet de favoriser une direction pour le maximum d'énergie.

La fonction de directivité de l'onde de surface dans le plan de la surface est donnée par [21] :

$$D(\theta) = \frac{\sin\left(\frac{\pi b f}{V_R} \sin\theta\right)}{\frac{\pi b f}{V_R} \sin\theta} = \text{sinc}\left(\frac{\pi b f}{V_R} \sin\theta\right), \quad (\text{III.6})$$

où f est la fréquence de l'onde de Rayleigh générée, b est la longueur de la source et V_R la vitesse de l'onde de Rayleigh. La direction $\theta = 0$ correspond à la direction perpendiculaire à la ligne.

Les figures III.5 et III.6 représentent les diagrammes de directivité de l'onde de Rayleigh se propageant dans un substrat de silicium ($V_R = 4887$ m/s) pour une ligne source de longueur $700\mu m$ et pour différentes fréquences $f = 10MHz, 200MHz$.

Le maximum d'énergie pour une source linéique est généré pour la direction $\theta = 0$.

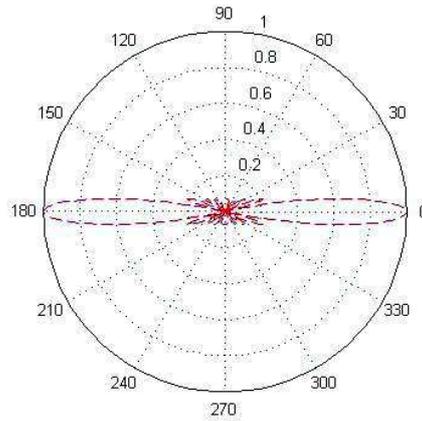


FIGURE III.5 – Diagramme de directivité de l'onde de Rayleigh se propageant à une fréquence $f = 10 MHz$ dans un substrat de silicium.

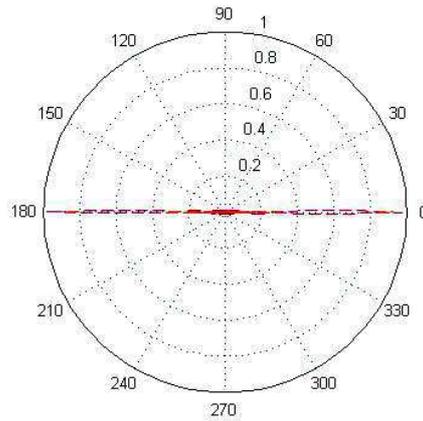


FIGURE III.6 – Diagramme de directivité de l’onde de Rayleigh se propageant à une fréquence $f = 200 \text{ MHz}$ dans un substrat de silicium.

III.4 Détection des ondes élastiques par Interférométrie

Les méthodes optiques de détection de déplacements mécaniques normaux à la surface d’un échantillon sont multiples. Il existe des méthodes non interférométriques, dont la plus connue est celle utilisant une lame de couteau, qui exploitent la réflexion du faisceau laser incident au passage de l’onde de surface [22], [23]. D’autres méthodes sont quant à elles interférométriques et exploitent les interférences intervenant entre deux ondes (Michelson, Mach-Zehnder) ou plusieurs ondes nécessairement cohérentes entre elles. Dans cette partie, nous nous intéressons plus particulièrement à l’interférométrie homodyne à deux ondes.

III.4.1 Interférométrie homodyne

L’interféromètre optique homodyne, développé au laboratoire a été conçu pour mesurer des déplacements mécaniques normaux à la surface. Le principe de ce système est d’utiliser un faisceau laser monochromatique réfléchi par la surface vibrante, et dont la phase est modulée par le déplacement de cette surface.

Le faisceau source est divisé à l’aide d’un cube (ou lame) séparateur en un faisceau de référence (R) et un faisceau sonde (S). La méthode consiste à mélanger les deux faisceaux,

qui ont la même intensité pour obtenir le meilleur contraste. Si la surface de l'échantillon oscille avec un mouvement sinusoïdal selon un déplacement u normal à la surface $u = u_0 \sin(\Omega t + \varphi)$, alors le photodétecteur recevant les deux faisceaux fournit un courant dont l'intensité s'exprime par :

$$I = I_0 + I_0 \cos[2ku + \varphi_S - \varphi_R]. \quad (\text{III.7})$$

Les fluctuations des phases φ_S et φ_R correspondent aux fluctuations des chemins optiques L_S et L_R . Les variations $\varphi_S - \varphi_R = 2\pi(L_S - L_R)/\lambda$ doivent être petites devant le terme ku_0 .

Parmi les solutions proposées pour réduire l'effet de ces fluctuations, il s'agit de déplacer le faisceau référence en déplaçant le miroir de façon à maintenir constante la différence de phase ($\varphi_S - \varphi_R$) (interféromètre de Michelson stabilisé) [1].

La figure III.7 présente les principaux éléments de la sonde homodyne.

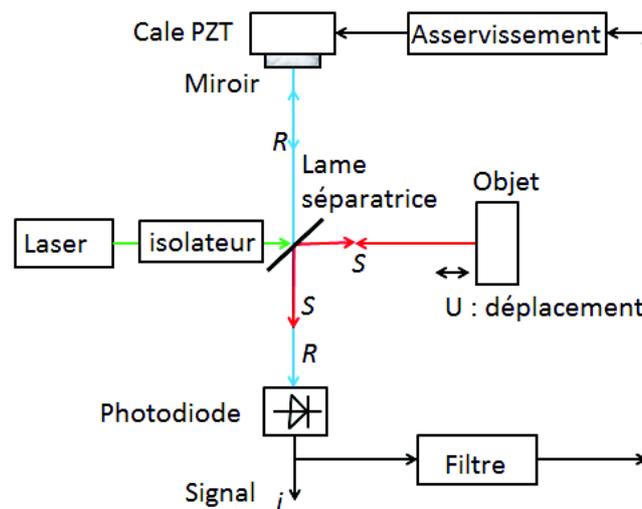


FIGURE III.7 – Principe d'une sonde homodyne stabilisé.

Un isolateur est souvent placé avant la lame séparatrice pour empêcher la partie du faisceau (la moitié) qui revient vers la source, après sa réflexion sur l'objet, de pénétrer dans la cavité laser et d'y engendrer des instabilités.

L'information utile est donc contenue sous forme d'une modulation de phase. Un dispositif électronique de 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 dont l'intensité est rappelée précédemment (équation III.7) .

III.4.2 Avantage et Inconvénient

Les avantages de l'interféromètre homodyne sont sa très grande bande passante et sa sensibilité qui est indépendante de la fréquence.

Toutefois le rapport signal à bruit diminue lorsque la fréquence augmente. Il est donc difficile d'avoir des mesures au delà du gigahertz.

L'inconvénient de l'interféromètre est sa sensibilité aux perturbations de son environnement (vibrations, variation de température) [24].

III.5 Dispositifs expérimentaux de génération et de détection optiques des ondes acoustiques utilisés pour nos essais

III.5.1 Présentation du montage

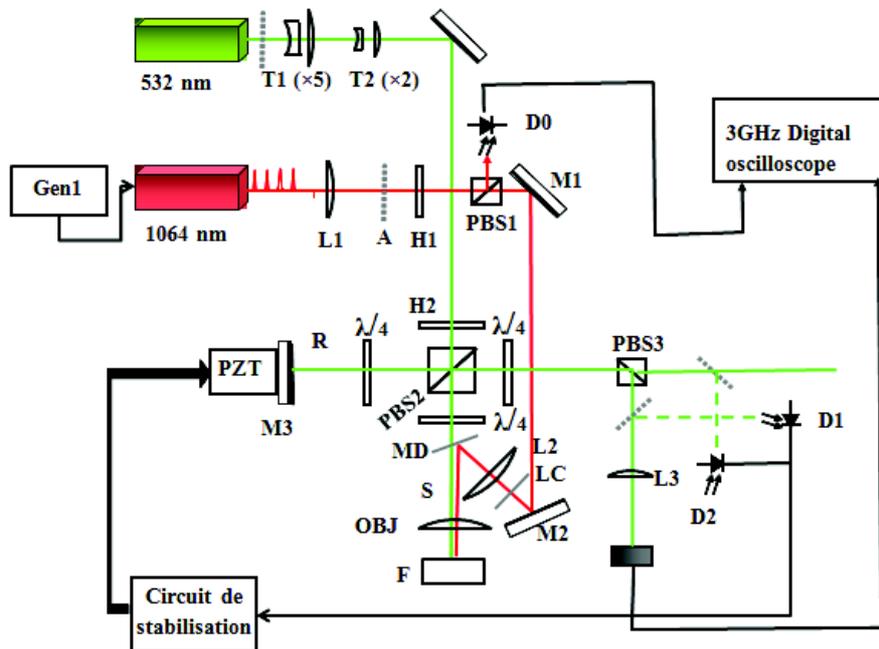


FIGURE III.8 – Montage génération-détection des Ultrasons.

Dans cette partie, nous présentons en détail les dispositifs de génération et détection lasers utilisés dans nos expériences pour la caractérisation des couches minces (figure III.8). Ces dispositifs (développés au sein du laboratoire) ont été utilisés pour la caractérisation de fibres [25].

Une première source laser, de type Nd :YAG microship, émet dans le proche infrarouge à 1064 nm. Pour déclencher une impulsion, il faut envoyer au contrôleur du laser un front montant de 5V avec un générateur de fonctions (Gen1).

Les impulsions laser émises ont une durée d'environ 0.6 ns, une énergie de l'ordre de $10\mu\text{J}$ et la cadence des répétitions est fixée au niveau de Gen1 à une valeur de 4 kHz (valeur maximale de la cadence de répétition). La puissance du laser peut alors atteindre 40 mW. On utilise une lentille de collimation (L1) que l'on peut déplacer dans le sens du faisceau pour rendre légèrement convergent le faisceau pompe et ainsi compenser le chromatisme de la lentille (OBJ).

Un atténuateur (A) formé d'une lamelle de microscope sur laquelle on a déposé un film mince de chrome sert à réduire l'énergie des impulsions.

Une lame demi-onde (H1), située après l'atténuateur (A), est montée sur un support rotatif. En tournant la lame demi-onde H1, il est possible d'affiner la puissance incidente de pompe sur l'échantillon.

Le cube séparateur de polarisation (PBS1), (25 mm de côté), a comme rôle de séparer le faisceau de pompe en deux faisceaux : le premier est réfléchi à angle droit vers la photodiode (D0) qui déclenche l'oscilloscope numérique, le second est transmis vers le miroir diélectrique M1.

Le miroir diélectrique M2, situé après M1, renvoie le faisceau de pompe à environ 150° vers le miroir dichroïque (MD).

On utilise à ce stade une lentille sphérique (L2) afin de focaliser légèrement le faisceau de pompe à environ 40 cm derrière la position de l'échantillon.

Le miroir dichroïque (MD) dans le montage, renvoie le faisceau pompe vers l'objectif (OBJ), qui focalise le faisceau sur l'échantillon. Il transmet le faisceau de sonde à 532 nm mais réfléchit totalement le faisceau de pompe à 1064 nm. On peut modifier l'orientation du miroir (MD) au moyen de boutons gradués : l'un (V) pour changer l'orientation du faisceau réfléchi par rapport à la verticale et l'autre (H) pour changer l'orientation hori-

zontalement. Un changement d'orientation du faisceau de pompe permet de modifier la position de la zone d'excitation au niveau de l'échantillon.

L'échantillon est symbolisé par la lettre (F). Sa surface doit se situer à environ 8 mm de la lentille OBJ sur lequel est focalisé le faisceau pompe sous forme elliptique grâce à la lentille cylindrique LC, de distance focale $f = 100 \text{ mm}$, juste avant la lentille L2. cette lentille est nécessaire pour l'excitation. Un dispositif de translation à trois axes X, Y et Z permet de positionner l'échantillon sous les faisceaux pompe et sonde.

Une deuxième source laser de sonde, de longueur d'onde 532 nm (faisceau vert) a une puissance nominale de 100 mW. Grâce à un atténuateur placé juste à la sortie de laser, la puissance utilisée est réduite à 10 mW. Compte tenu des différentes pertes dans le montage, la puissance incidente au niveau de l'échantillon est $P_S \simeq 5 \text{ mW}$.

Les télescopes T1 et T2 servent à élargir le faisceau laser avec une agrandissement de $\times 5$ et $\times 2$ respectivement. Le cube séparateur de faisceau (PBS2), (12,7 mm de coté), placé au centre de l'interféromètre, permet de diviser le faisceau principal en deux ondes optiques : l'onde de référence (onde R) issue de la réflexion vers PBS3 et l'onde de sonde (onde S) qui se dirige droit vers l'échantillon. Le cube PBS2 sert aussi à recombinaison l'onde S avec l'onde R après réflexion sur l'échantillon et sur le miroir M_3 , respectivement.

La lame demi-onde (H2), placée avant le PBS2 sert à modifier la répartition de la puissance optique entre l'onde de référence R et l'onde de sonde S, par une rotation du support de la lame H2. On peut ainsi avoir un meilleur contraste sur les interférences.

Le miroir M3, qui réfléchit l'onde référence, est monté sur un actionneur piézoélectrique (PZT), lui même monté sur un support possédant deux axes de réglages (rotation verticale et horizontale) nécessaires aux réglages de l'interféromètre. Ce miroir renvoie l'onde R vers le cube PBS2. L'onde de référence R traverse le cube PBS2 afin de recombinaison avec l'onde de sonde S.

La lentille asphérique (OBJ) qui sert d'objectif, de distance focale $f=8 \text{ mm}$, focalise simultanément les faisceaux de sonde et de pompe sur l'échantillon.

III.5.2 Évaluation de la sensibilité de la chaine de mesure interférométrique :

La sensibilité de la chaine de mesure interférométrique (interféromètre + photodétecteur) est définie par :

$$S = \frac{dV}{du} = m V_0 \cos(\Phi) \frac{4\pi}{\lambda}, \quad (\text{III.8})$$

où V est la tension en sortie de photodétecteur (selon la sortie DC ou AC), u le déplacement de la surface de l'échantillon, $\Phi = \varphi_S - \varphi_R$.

L'interféromètre est stabilisé pour $\cos \Phi = \pm 1$. La sensibilité DC est donc :

$$S_{DC} = m V_0 \frac{4\pi}{\lambda} = \frac{V_{pp}}{2} \frac{4\pi}{\lambda}, \quad (\text{III.9})$$

où V_{pp} est la tension crête à crête mesurée sur la sortie DC et λ est la longueur d'onde du laser de sonde :

$$V_{pp} = 6,1 \text{ V},$$

$$\lambda = 532 \text{ nm},$$

$$\text{d'où } S_{DC} \simeq 72 \text{ mV/nm}.$$

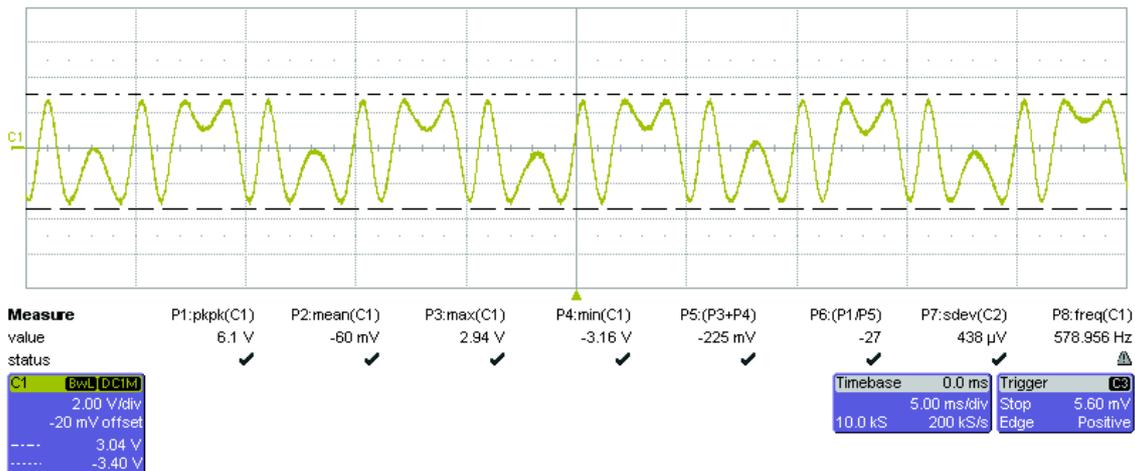


FIGURE III.9 – Signal d'interférence mesuré à l'oscilloscope.

La figure III.9 présente le signal mesuré à l'oscilloscope de la sortie DC du photodétecteur lorsque le miroir de référence est mis en oscillation sinusoïdale.

La sensibilité S_{AC} est :

$$S_{AC} = S_{DC}(R_{AC}/R_{DC}), \quad (III.10)$$

avec, $R_{AC} = 700V/A$ et $R_{DC} = 10V/mA$.

(Les coefficients de transimpédance R_{AC} et R_{DC} sont notés dans la documentation sur le photodétecteur *New Focus 1601*).

Donc, d'après III.10 :

$$S_{AC} = 5,04 \text{ mV/nm.}$$

S_{AC} traduit la variation de tension en amplitude de déplacements des vibrations. Pour une variation de tension V de $1,2 \text{ mV}$ mesurée sur la sortie AC, on calcule un déplacement Δu tel que :

$$\Delta u = \frac{\Delta V}{S_{AC}} = \frac{1,2}{5,04} = 240 \text{ pm.} \quad (III.11)$$

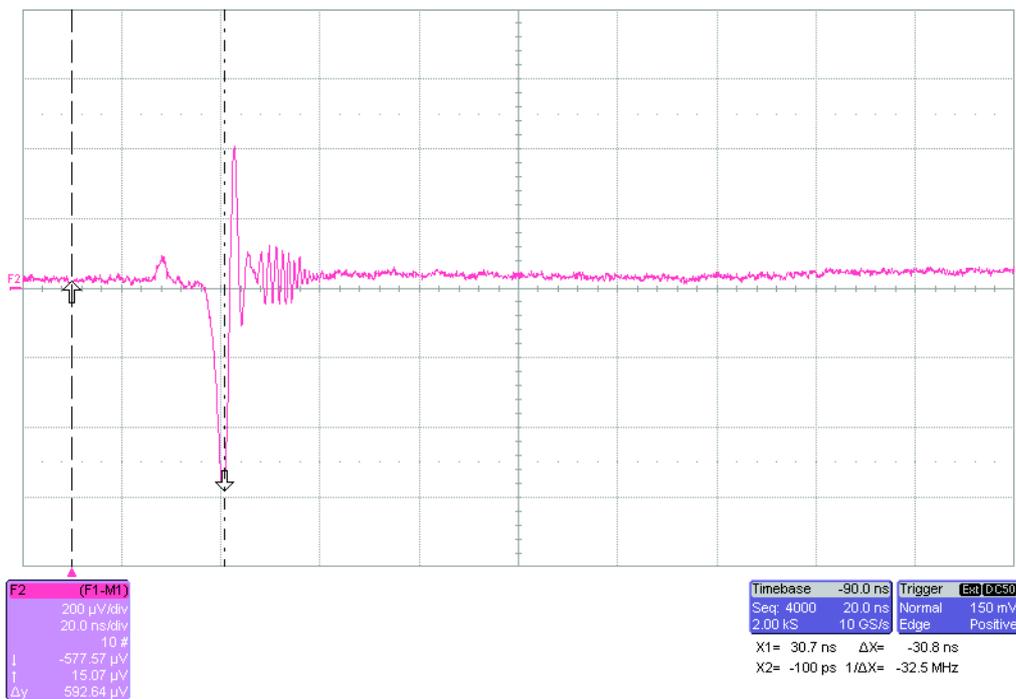


FIGURE III.10 – Signal de l'onde Rayleigh observé avec interférence stabilisée.

III.5.3 Évaluation de rapport signal à bruit

La sensibilité de la chaîne interférométrique est limitée par le bruit de photon, qui engendre un courant V_B . Le niveau de bruit de la chaîne est caractérisé par le rapport signal à bruit (RSB) défini comme

$$RSB = 10 \times \log_{10} \left(\frac{E_S}{E_B} \right), \quad (\text{III.12})$$

où E_S et E_B désignent les énergies du signal de déplacement et du bruit.

A partir du signal de déplacement de la figure III.11 et du bruit enregistré, les énergies donnent $E_S=1,776 \times 10^{-5} \text{J}$ et $E_B=3.2833 \times 10^{-7} \text{J}$, soit un rapport signal à bruit avoisinant les 17 dB.

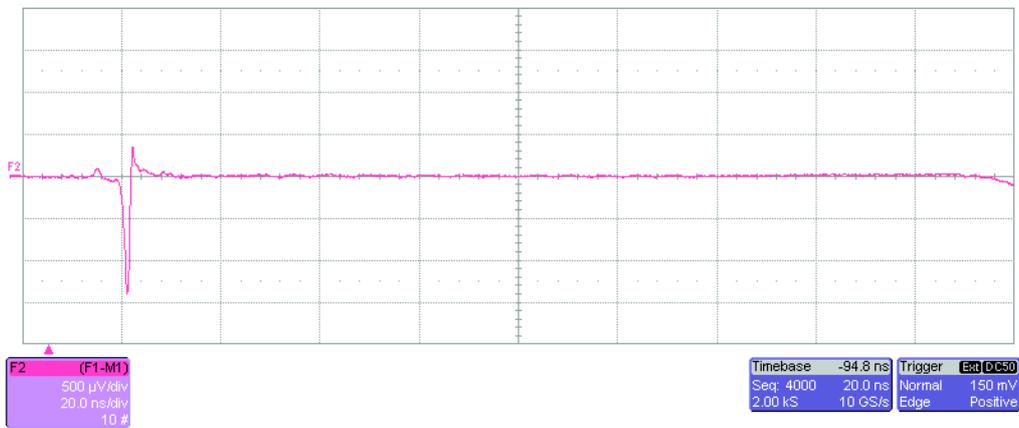


FIGURE III.11 – Signal de déplacement.

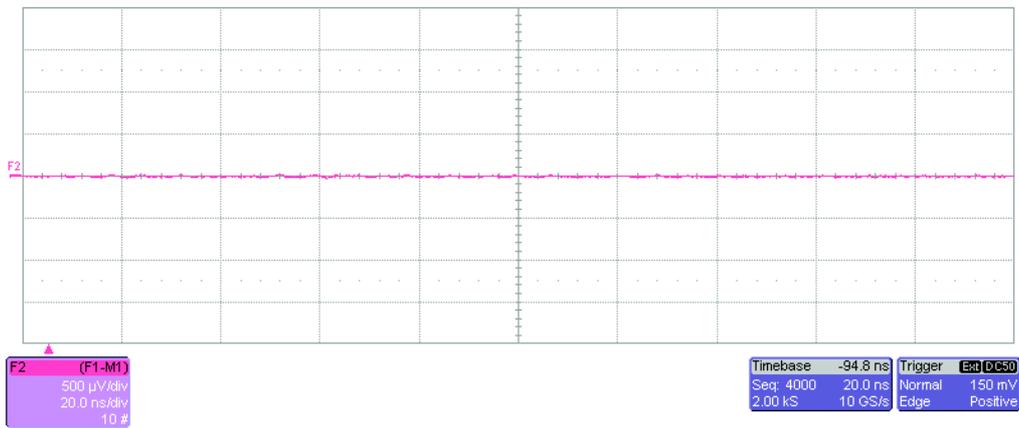


FIGURE III.12 – Signal de bruit détecté en supprimant le faisceau pompe.

III.5.4 Mesure des déplacements par la méthode ligne source/point récepteur

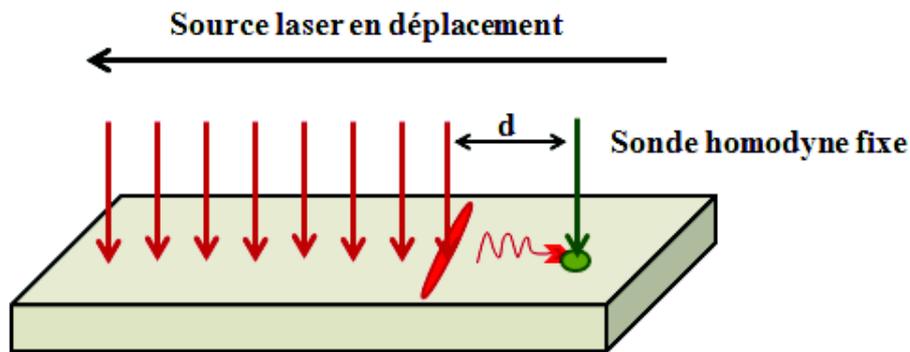


FIGURE III.13 – Ondes de surface engendrées par une source laser déplacée en plusieurs points.

Cette méthode consiste à utiliser deux lasers, comme signalé dans le paragraphe de description du montage, le premier joue le rôle de pompe et le deuxième celui de détecteur des déplacements normaux des ondes acoustiques à la surface de l'échantillon (Figure III.13). L'énergie par impulsion est de l'ordre de $10 \mu J$, ce qui permet de générer en régime thermoélastique plusieurs ondes acoustiques qui se propagent perpendiculairement à la ligne d'excitation [1], [27].

Le faisceau pompe est traduit par rapport à la zone de détection grâce au miroir dichroïque (MD) [26], avec un pas d'échantillonnage spatial $\Delta x = 1\mu m$ (figure III.13).

Pour chaque position x_i , le signal vibratoire est enregistré par un oscilloscope numérique de bande passante 3 GHz pendant une durée d'acquisition de 200 ns . La fréquence d'échantillonnage est $f_e = 10\text{ GHz}$, la résolution spectrale Δf avoisine les 5 MHz . Le pas d'échantillonnage Δx détermine le vecteur d'onde de coupure $k_{max} \simeq 3 \times 10^6\text{ m}^{-1}$. La résolution dans le domaine des nombres d'onde est $\Delta k \simeq 3 \times 10^3\text{ m}^{-1}$.

w_x et w_y caractérisent les dimensions spatiales du spot elliptique respectivement dans les directions parallèle et perpendiculaire à la direction de déplacement de la source laser sur la surface de l'échantillon. La longueur du spot du laser pompe est $2w_y = 700\mu m$ et la largeur est $2w_x = 4\mu m$.

Le profil d'intensité gaussien du faisceau du laser pompe (figure III.14) s'écrit sous la forme suivante

$$I(x) = I_0 \times \exp\left(\frac{-2x^2}{w_x^2}\right). \quad (\text{III.13})$$

Dans la direction x , l'étendue $2w_x$ du spot correspond à la distance pour laquelle l'intensité est encore supérieure au maximum d'intensité divisée par e^2 . Cette étendue peut s'écrire en fonction de $\Delta x_{1/2}$ qui correspond à la largeur du spot pour lequel l'amplitude de l'intensité ne chute pas d'un facteur supérieur à 2 par rapport à son amplitude maximale :

$$2w_x = \Delta x_{1/2} \times \sqrt{\frac{2}{\log(2)}}. \quad (\text{III.14})$$

Or il existe un coefficient de proportionnalité entre $\Delta x_{1/2}$ et $\Delta \tau_{1/2}$, l'intervalle spatial qui correspond à l'amplitude à mi-hauteur de l'onde de Rayleigh, tel que

$$\Delta x_{1/2} = \Delta \tau_{1/2} \times C_R. \quad (\text{III.15})$$

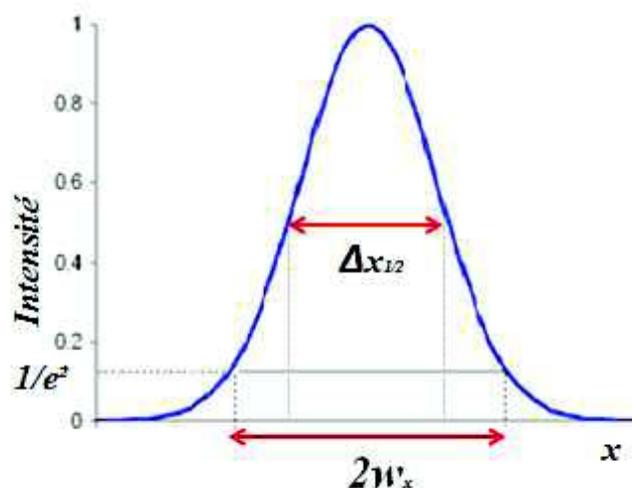


FIGURE III.14 – Profil d'intensité gaussienne.

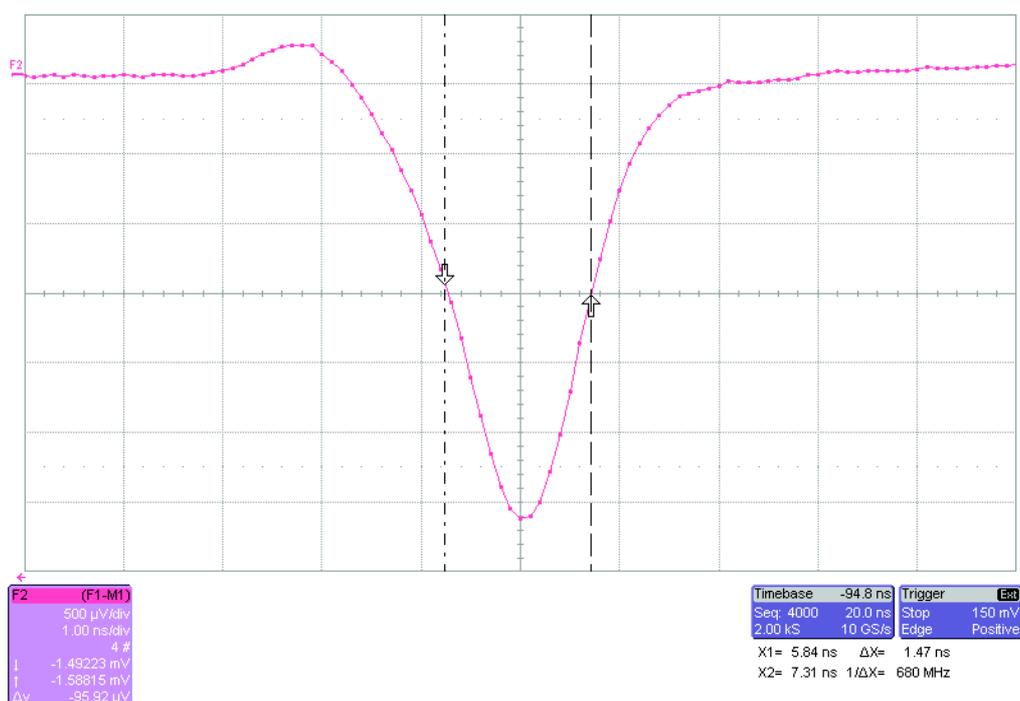


FIGURE III.15 – Largeur à mi-hauteur de l'onde de Rayleigh se propageant sur un substrat de verre recouvert d'une couche de 80 nm de Chrome.

A partir des équations (III.14) et (III.15), la largeur du spot pompe $2w_x$ est alors :

$$2w_x = \Delta\tau_{1/2} \times C_R \sqrt{\frac{2}{\log(2)}}. \quad (\text{III.16})$$

Le spot de sonde est de forme circulaire et possède, aussi lui dans l'espace, une distribution d'intensité lumineuse gaussienne. Le diamètre du faisceau est $2w_0 = 1,5\mu\text{m}$, ce qui permet de détecter des ondes acoustiques de longueur d'onde jusqu'à environ $\lambda_a^{\text{min}} = 3\mu\text{m}$ telle que

$$2w_0 \leq \frac{\lambda_a}{2}, \quad (\text{III.17})$$

donc

$$\lambda_a^{\text{min}} = 4w_0, \quad (\text{III.18})$$

où w_0 est déterminé à partir de la relation

$$w_0 = \frac{\lambda \times f}{\pi \times w}, \quad (\text{III.19})$$

avec $2w \simeq 4\text{mm}$ le rayon du faisceau laser sonde de longueur d'onde $\lambda=532\text{ nm}$ avant qu'il soit focalisé sur la surface de l'échantillon par l'objectif (OBJ) de distance focale $f=8\text{ mm}$ (figure III.16).

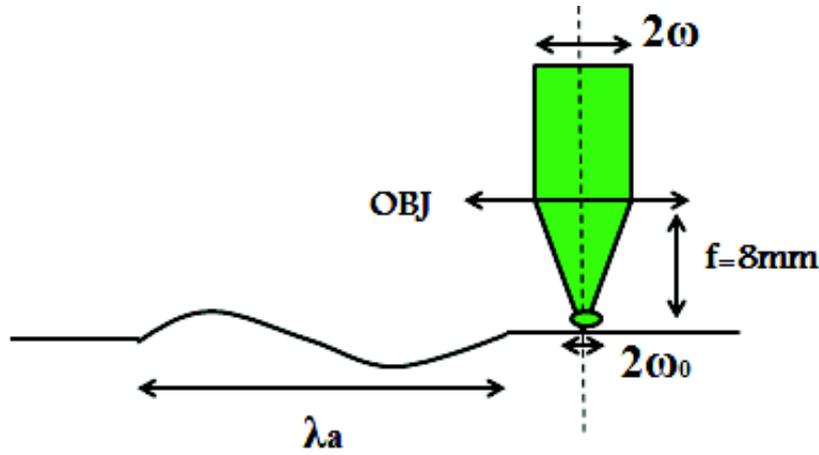


FIGURE III.16 – Focalisation de spot de sonde laser sur la surface de l'échantillon.

La figure III.17 représente un signal détecté lors de nos essais sur un système composé d'une couche de Chrome de 80 nm déposée sur un substrat de Silicium. L'onde de tête,

dénommée *head wave* ou parfois *Surface Skimming Longitudinal wave (SSLW)* se propage à la surface de la structure à la vitesse longitudinale du substrat considéré. Comme rappelé au paragraphe III.3.2, cette onde est rayonnée dans le matériau pour des angles supérieurs à l'angle critique (équation III.1).

L'onde de tête rayonne de l'énergie 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.

Afin de calculer les vitesses de propagation de ces ondes, on augmente progressivement la distance de propagation. La figure III.18 montre le signal détecté pour une distance pompe-sonde de $500\mu m$. Les signaux obtenus sont tracés en figure III.19 pour différentes distances sonde-pompe pour le cas d'un échantillon composé d'une couche mince de chrome de 80 nm sur un substrat de silicium.

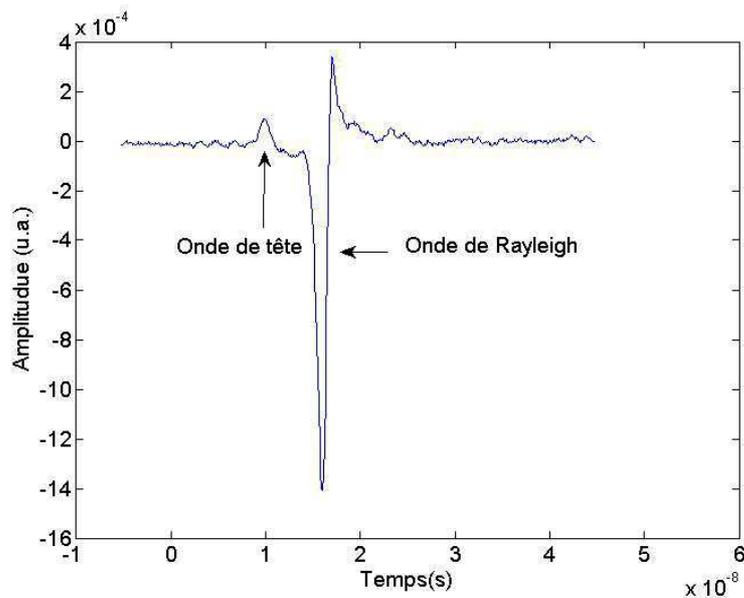


FIGURE III.17 – Onde de tête et onde de Rayleigh détectées à une distance de $50\mu m$ du spot du laser pompe.

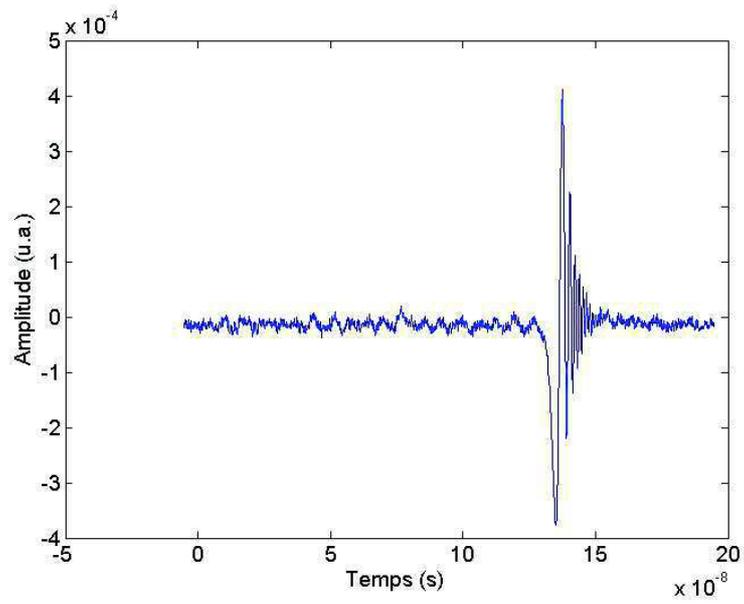


FIGURE III.18 – Onde de tête et onde de Rayleigh détectées à une distance de $500\mu m$ du spot du laser pompe.

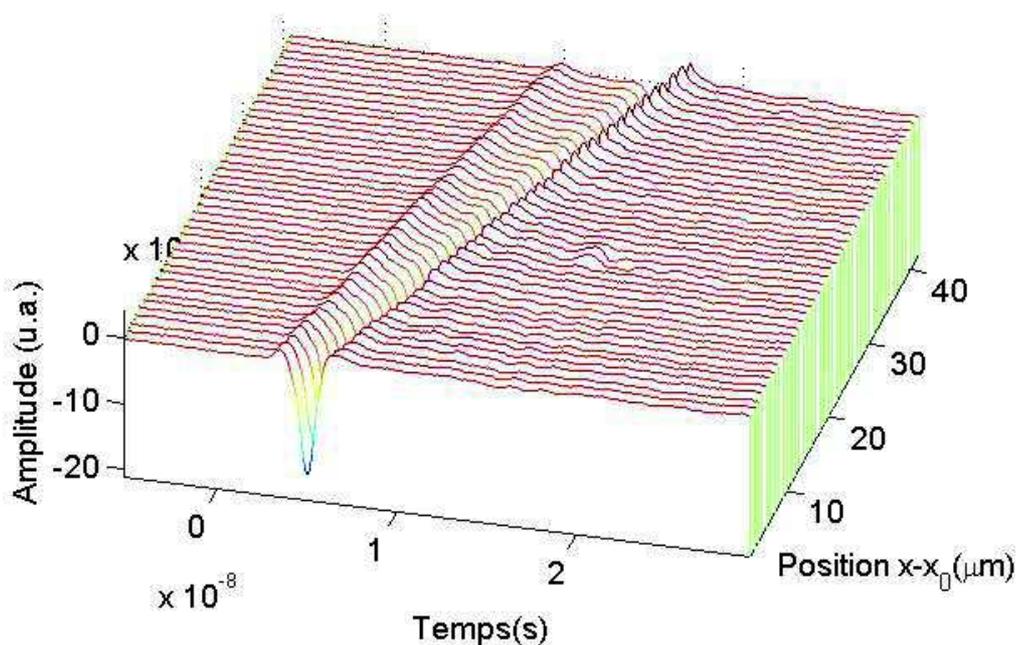


FIGURE III.19 – Présentation des signaux temporels acquis sur un système Cr (80 nm)/Si. La distance pompe-sonde est augmentée de $1 \mu m$ à chaque mesure. Le premier signal est obtenu à partir d’une position du spot du laser pompe fixée à $x = x_0$.

L’observation des signaux permet de constater la dispersion de l’onde de Rayleigh : les fréquences les plus hautes arrivent avec un retard par rapport aux composantes basses fréquences, ce qui signifie que les composantes basse fréquences se propagent plus vite que les composantes hautes fréquence. Ceci correspond aux courbes de dispersion du cas **”loading”** discuté au premier chapitre.

La méthode de détection ligne source/point récepteur consiste à enregistrer des signaux au niveau de la sonde pour plusieurs distances source/récepteur, afin d’obtenir des informations sur les différentes ondes qui se propagent dans la structure. Un traitement numérique est ensuite appliqué aux signaux temporels acquis et les résultats présentés sous forme de courbes de dispersion [26]. La caractérisation des couches déposées se fait alors en faisant correspondre les courbes de dispersion expérimentales avec celles obtenues

à partir du modèle théorique traité précédemment au premier chapitre pour les milieux hétérogènes.

La figure III.20 représente un exemple de signaux temporels obtenus avec la méthode ligne 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 pour ce système, (figure III.21) par rapport au cas de l'échantillon Cr(80 nm)/si (figure III.19). L'effet dispersif est donc d'autant plus prononcé que l'épaisseur des couches est importante.

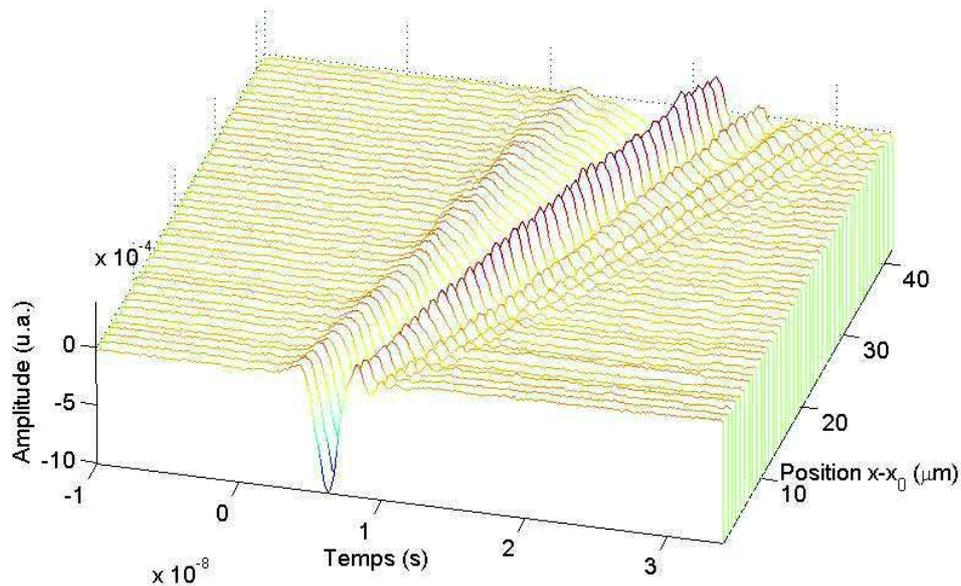


FIGURE III.20 – Présentation des signaux temporels acquis sur un système bicouche (300 nm) sur un substrat de silicium. La distance pompe-sonde est augmentée de $1 \mu m$ à chaque mesure. Le premier signal est obtenu à partir d'une position du spot du laser pompe fixée à $x = x_0$.

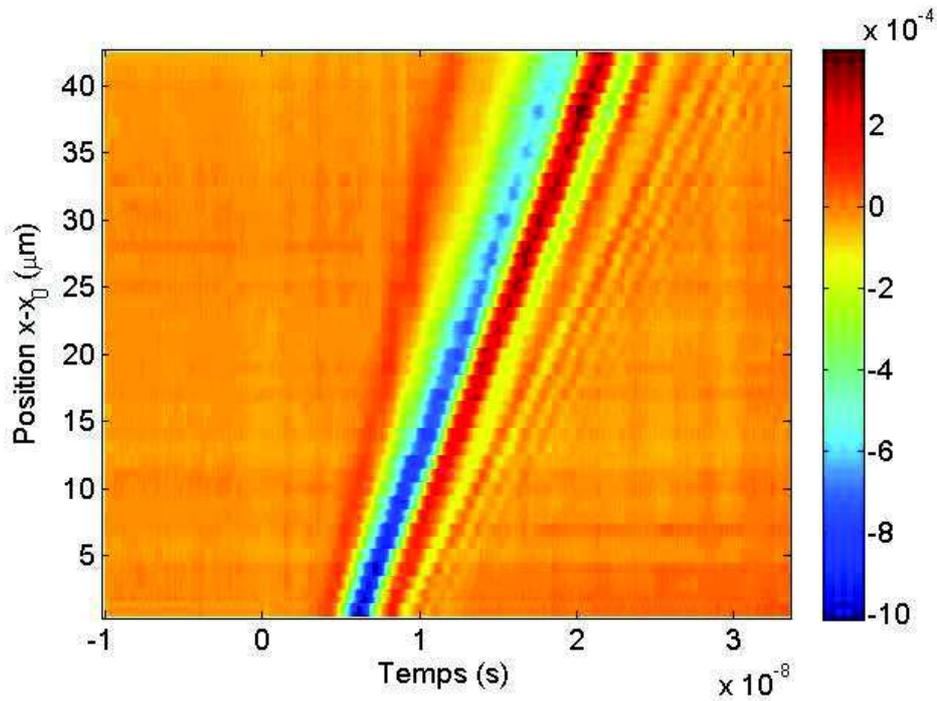


FIGURE III.21 – Matrice espace-temps des déplacements acquis.

D'autres méthodes basées sur les ultrasons-lasers permettent de caractériser des systèmes sans recourir aux courbes de dispersion. Ces méthodes consistent à observer la résonance à vitesse de groupe nulle de certains modes de Lamb afin de déterminer directement certaines caractéristiques de la structure étudiée comme des plaques ou des fibres de dimensions micrométriques [28], [29].

III.6 Conclusion

Dans ce troisième chapitre, les méthodes de génération et de détection d'ondes élastiques par des sources lasers sont présentées en citant leurs principaux avantages dans le domaine du contrôle et l'évaluation non destructive.

Nous avons rappelé en deuxième partie les différents régimes de génération : ablation et thermoélastique.

En troisième partie, nous avons abordé le principe de détection par interférométrie homo-

dyne stabilisée.

La dernière partie de ce chapitre a été consacrée à la description des données expérimentales acquises lors de nos essais pour la détection des ondes élastiques de type surfacique.

Les mesures effectuées recouvrent trois directions de propagation pour chaque échantillon élaboré (A , B , C et D). Pour chaque direction, trois séries de mesures sont effectuées pour trois différents pas d'échantillonnage $\Delta x = 1, 5$ et $10 \mu\text{m}$. le choix de $\Delta x = 10 \mu\text{m}$ permet d'avoir une bonne résolution spectrale en basses fréquences. Le choix de $\Delta x = 1 \mu\text{m}$ permet d'atteindre des fréquences jusqu'à 1 GHz.

Chaque série conduit à l'enregistrement de 40 signaux.

Bibliographie

- [1] R. E. Green, *Non-contact ultrasonic techniques*, Ultrasonics 42, 9–16, 2004.
- [2] D. Royer, E. Dieulesaint, *Onde élastiques dans les solides. Tome 2 : Génération, interaction acousto-optique, applications*, Dunod, ISBN-10 : 2225834415, 1999.
- [3] A. G. Bell, *Upon the production of sound by radiant energy*, Proceeding of the Philosophical Magazine and Journal of Science XI, pages 510–528, 1880.
- [4] E. Mercadier, *Sur la radiophonie*, Comp. Rend. Acad. Sci. Paris, 91 :929–931, 1880.
- [5] R.M. White, *Generation of elastic waves by transient surface heating*, J. Appl. Phys., 34(12) : 3559–3567, 1963.
- [6] J. F. Ready, *Effect due to absorption of laser radiation*, J. Appl. Phys., 36 :462–468, 1965.
- [7] C. A. Calder, W. W. Wilcox, *Noncontact material testing using laser energy deposition and interferometry*, Materials Evaluation, 38 :86–91, 1980.
- [8] W. Sachse, K. Y. Kim, *Point-source/point-receiver materials testing*, In Rev. of Prog. in Quant. Nondest. (New York), 6A :311–320, 1986.
- [9] 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, 2006.
- [10] C. Mechri, P. Ruello, J.M. Breteau, M. Baklanov, P. Verdonck, V. Gusev, *Profilométrie des propriétés élastiques de couches minces transparentes par interférométrie acoustique ultrarapide* Instrumentation Mesure Metrologie ; 10(1-2) :155-173, 2010.
- [11] N. Chigarev, V. Tournat, V. Gusev, *All-optical monitoring of acoustic waves guided by confined micro-fluidic layers* Applied Physics Letters 100, 144102 (2012).

- [12] J.M. Rouvaen, E. Bridoux, N. Grimillet, R. Torguet, P. Hartemann, *Electron. Lett.*, 10, 297, 1974.
- [13] C. Mechri, P. Ruello, J. M. Breteau, M. R. Baklanov, P. Verdonck, V. Gusev, *Depth-profiling of elastic inhomogeneities in transparent nanoporous low-k materials by picosecond ultrasonic interferometry* Applied Physics Letters ; 95(9) :091907-091907-3, 2009.
- [14] D.M. Profunser, J. Vollmann, J. Dual, *Determination of the material properties of microstructures by laser based ultrasound*, Ultrasonics 42, 641–646, 2004.
- [15] C. B. Scruby, L. E. Drain, *Laser Ultrasonics : Techniques and Applications*, Institut of Physics Publishing, ISBN-10 :0750300507.
- [16] R. D. Kritz, W. W. Stinchcomb, *Elastic moduli of transversely isotropic graphite fibers and their composites*, Exp. Mech., 19 :41–49, 1979.
- [17] J. F. Ready, *Effects of High-Power Laser Radiation*, Academic, New York, 1971.
- [18] S. Fourez, *Caractérisation des couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers*, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013. French, NNT : 2013VALE0014.
- [19] K. Aki, G. Richards, *Quantitative Seismology*, Freeman, Vol. 1, chap. 6, 1980.
- [20] L.R.F. Rose, *Point-source representation for laser-generated ultrasound*, J. Acoust. Soc. Am., 75, p. 723-732, 1984.
- [21] A.M. Aindow, *Laser generation of directional surface acoustic wave pulse in metals*, Optics communications, Vol 42 (2), p. 116, 1982.
- [22] R.L. Whitman, A. Korpel, *Probing of Acoustic Surface Perturbations by Coherent Light*, Applied optics, Vol. 8, 1969.
- [23] D. Karabacak, T. Kouh, C. C. Huang, K. L. Ekinci, *Optical knife-edge technique for nanomechanical displacement detection*, Applied physics letters 88, 193122, 2006.
- [24] D. Mounier, [http : //www.optique-ingenieur.org/fr/cours/OPI_fm02C07/co/Grain_OPI_fm02C073](http://www.optique-ingenieur.org/fr/cours/OPI_fm02C07/co/Grain_OPI_fm02C073), vue en Janvier 2016.

- [25] D. Mounier, C. Poilâne, H. Khelifa, P. Picart, *Sub-gigahertz laser resonant ultrasound spectroscopy for the evaluation of elastic properties of micrometric fibers*, Ultrasonics, 54, P. 259–267, 2014.
- [26] 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.
- [27] 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.
- [28] 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, 2006.
- [29] 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, 2005.

Chapitre IV

Caractérisation de structures de type multicouche mince sur substrat

IV.1 Introduction

Au chapitre précédent, nous avons abordé les méthodes opto-acoustiques pour la génération et la détection pour différents types d'ondes acoustiques, les ondes de volume, telles que les ondes longitudinales et les ondes de surfaces telles que les ondes de Rayleigh. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation d'une structure de type multicouche sur substrat par ultrasons-lasers. La maîtrise de l'épaisseur des couches, ainsi que la connaissance des paramètres élastiques des matériaux composant une telle structure permettent de déduire sa durée de vie et sa fonctionnalité. Les méthodes de contrôle non destructif traditionnelles nécessitent un contact direct avec la structure ou l'utilisation d'un milieu de couplage. Ces inconvénients disparaissent avec l'utilisation des méthodes opto-acoustiques pour la caractérisation par onde de surface de type Rayleigh. A ce stade, il est nécessaire d'étudier la propagation des ondes élastiques afin de connaître leurs propriétés dans les milieux anisotropes, hétérogènes.

Dans une première partie, nous abordons l'influence des divers paramètres du substrat et des différents dépôts, cités au deuxième chapitre, sur les courbes de dispersion, qui sont déterminées à partir de la résolution numérique, présentée au premier chapitre, pour des structures multicouches. Celui ci nous a permis de connaître aussi l'influence de l'insertion d'une couche FGM.

Dans une deuxième partie, nous présentons les courbes de dispersion expérimentales, en utilisant la méthode spectrale traditionnelle de Fourier et la méthode de "Matrix Pencil". Nous présentons aussi des résultats expérimentaux pour les différentes structures élaborées et pour différentes directions de propagation.

La troisième partie décrit l'étalonnage en basse fréquence du dispositif expérimental en faisant correspondre la courbe de dispersion théorique avec celle obtenue expérimentalement. De la même manière, l'épaisseur de dépôt sera déterminée en utilisant les plus hautes fréquences du spectre, et nous nous intéresserons plus spécifiquement à l'influence, sur la propagation du premier mode de Rayleigh, d'une faible variation d'épaisseur des couches.

IV.2 Influence des paramètres du substrat sur les courbes de dispersion : étude numérique

Comme vu dans le chapitre précédent, les différents échantillons réalisés au cours de nos travaux respectent les conditions de **Loading** : les pentes des courbes de dispersion obtenues seront donc négatives. Deux types de substrat ont été étudiés : Si(100) et Si(111). L'étude des propriétés du silicium est également abordée.

IV.2.1 L'anisotropie du silicium

Le silicium est un matériau anisotrope, c'est-à-dire que selon le plan dans lequel est situé le substrat et selon la direction cristallographique considérée, les valeurs des paramètres élastiques sont différentes. Son facteur d'anisotropie A , évalué à partir de la relation (IV.1), est faible comparé à celui d'autres matériaux [1] :

$$A = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12}) = 1.56. \quad (\text{IV.1})$$

Comme mentionné au premier chapitre, la propagation des ondes ultrasonores dépend des propriétés élastiques du milieu et aussi de la direction de propagation. Un milieu anisotrope peut donc s'apparenter à un milieu isotrope pour une direction de propagation donnée [2].

La détermination des vitesses et directions de polarisation des ondes pouvant se propager dans une direction donnée pour des milieux anisotropes homogènes semi-infini est régie d'habitude par la résolution de l'équation de Christoffel. Cette résolution permet de caractériser ces ondes par leur direction de propagation \vec{n} , leur nombre d'onde k et leur vecteur de polarisation \vec{P} [3]. Le système d'équation de Christoffel est défini selon [4], [5] par

$$\Gamma_{il}u_l - \rho V^2 u_i, \quad (\text{IV.2})$$

avec $\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$, le tenseur de Christoffel, ρ la masse volumique du milieu considéré, V 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. Le tenseur de Christoffel est de rang 2, symétrique, en raison des propriétés de symétrie du tenseur de rigidités élastiques.

Pour une direction de propagation donnée, les vitesses de phase recherchées sont les racines de l'équation suivante [4] :

$$|\Gamma_{il} - \rho V^2 \delta_{il}| = 0, \quad (\text{IV.3})$$

avec

$$\delta_{il} = \begin{cases} 0 & i \neq l \\ 1 & i = l \end{cases}, \quad (\text{IV.4})$$

le tenseur unité appelé symbole de Kronecker.

La résolution de cette équation permet de tracer la surface de lenteurs composée de trois nappes caractérisant le cristal en déterminant les vitesses de phase de chacune des ondes se propageant dans le milieu anisotrope. Par la suite, la direction du transport de l'énergie se déduit car la vitesse de l'énergie est en tout point normale à la surface des lenteurs.

Pour déterminer les vitesses de phase dans différentes familles de plan, comme (100), (111), une matrice de changement de base est calculée pour chaque plan afin de déterminer les propriétés élastiques.

Prenons par exemple le plan (111) du silicium et notons R_1 , le repère principal d'anisotropie de ce matériau. R_1 est orthonormé et les axes, représentés à la figure IV.1, sont définis comme suit : X_1, Y_1 et Z_1 sont respectivement suivant les directions [100], [010] et [001].

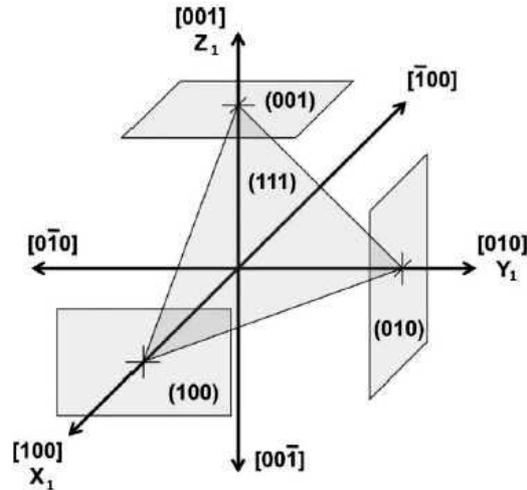


FIGURE IV.1 – Le repère principal d'anisotropie du silicium est défini par les axes X_1, Y_1 et Z_1 [6].

Comme évoqué au premier chapitre, la relation générale entre les contraintes et les déformations dans R_1 s'exprime par son tenseur des rigidités élastiques d'ordre quatre. Comme le silicium est un milieu de symétrie cubique, le tenseur élastique s'exprime comme suit :

$$(C_{ijkl}) = (C_{\gamma\delta}) = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix}, \quad (\text{IV.5})$$

Le nombre de constantes élastiques peut être réduit en utilisant les symétries des tenseurs et la convention suivante de contraction des indices $(ij) \rightarrow (\gamma)$, $(kl) \rightarrow \delta$. Les valeurs numériques rencontrées dans la littérature des coefficients C_{11} , C_{12} et C_{44} du silicium sont indiquées dans le tableau IV.1 [6], [7].

C_{11}	C_{12}	C_{44}	ρ
165.7 GPa	63.9 GPa	79.56 GPa	2330 Kg/m ³

Tableau IV.1 – Valeurs numériques des constantes de rigidité du silicium [6], [7].

Ces constantes présentent les propriétés élastiques du cristal dans le repère principal R_1 . Dans un autre repère orthonormé quelconque R_q , ces dernières sont respectivement exprimées par le tenseur $C'_{\gamma\delta}$ défini par un simple changement de repère [4], [5], [8], [9]. Le repère R_q est relié au repère R_1 par une matrice de changement de base notée (A_{q1}) [5],[9] :

$$(R_q) = A_{q1} R_1, \quad (\text{IV.6})$$

avec

$$(A_{q1}) = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix}. \quad (\text{IV.7})$$

Les coefficients des tenseurs des rigidités élastiques s'expriment dans le repère quelconque R_q à l'aide de la relation suivante [5],[9] :

$$C'_{ijkl} = \sum_{mnpq} a_{im} a_{jn} a_{kp} a_{lq} C_{mnpq}, \quad (\text{IV.8})$$

avec $i, j, k, l, m, n, p, q = 1, 2, 3$. Notons R_2 le repère lié au plan (111) du silicium défini par les axes X_2, Y_2 et Z_2 suivant les directions $[1\bar{1}0]$, $[11\bar{2}]$ et $[111]$.

En appliquant la relation (4.6), le tenseur de rigidités (4.4) devient :

$$(C'_{\gamma\delta}) = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & C'_{14} & C'_{15} & 0 \\ C'_{12} & C'_{11} & C'_{13} & C'_{24} & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{13} & C'_{33} & C'_{34} & C'_{35} & 0 \\ C'_{14} & C'_{24} & C'_{34} & C'_{44} & C'_{35} & C'_{15} \\ C'_{15} & 0 & C'_{35} & C'_{35} & C'_{44} & C'_{14} \\ 0 & 0 & 0 & C'_{15} & C'_{14} & C'_{66} \end{pmatrix}. \quad (\text{IV.9})$$

En utilisant ces nouvelles constantes, le système d'équation de Christoffel est résolu numériquement et permet d'aboutir à la surface des lenteurs \vec{m} du silicium pour le plan (111), et qui peut être aussi présentée directement par les vitesses de phase (figure IV.2) grâce à la relation :

$$\vec{m} = \frac{\vec{n}}{V}. \quad (\text{IV.10})$$

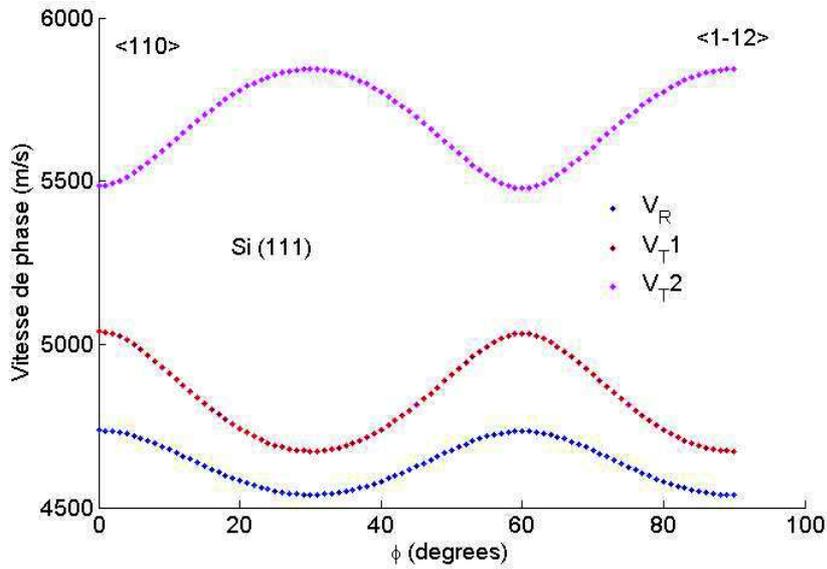


FIGURE IV.2 – Propagation des ondes de surface dans la famille des plans (111) du silicium cubique en fonction de la direction de propagation.

La figure IV.3, qui montre un résultat des travaux de Trzaskowska et al. [10], présente

des mesures de la vitesse de propagation d'ondes de Rayleigh dans un milieu semi-infini de silicium, et dans une structure couche mince de nickel sur un substrat de silicium de plan réticulaire (111). Les mesures montrent bien la symétrie des vitesses par une rotation de $\frac{2\pi}{3}$ pour les différentes structures étudiées.

Nous avons utilisé la même approche pour obtenir les vitesses de phases par rapport à d'autres plans. La figure IV.4 présente les vitesses des deux ondes transversales V_{T1} , V_{T2} et de l'onde de surface de Rayleigh V_R dans les plans (100).

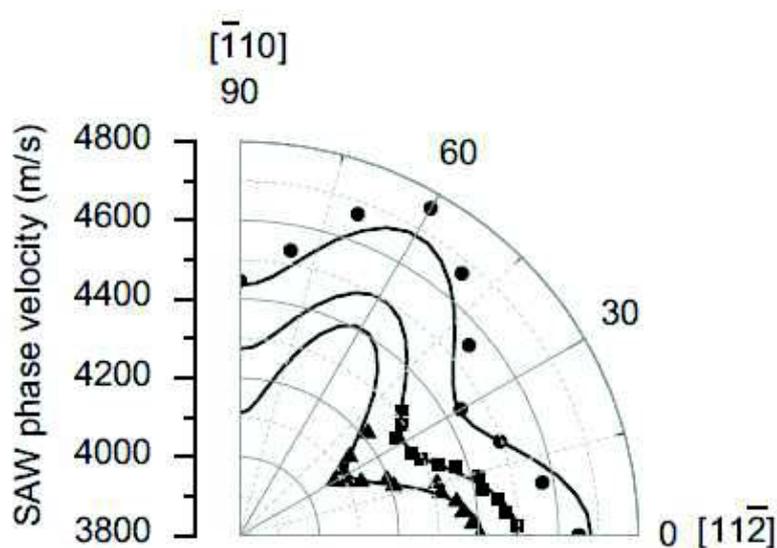


FIGURE IV.3 – Vitesses de phase d'ondes de Rayleigh mesurées dans les structures suivantes : silicium semi-infini (point), nickel (50 nm) sur substrat de silicium (carré) et nickel (100 nm) sur silicium (triangle) [10].

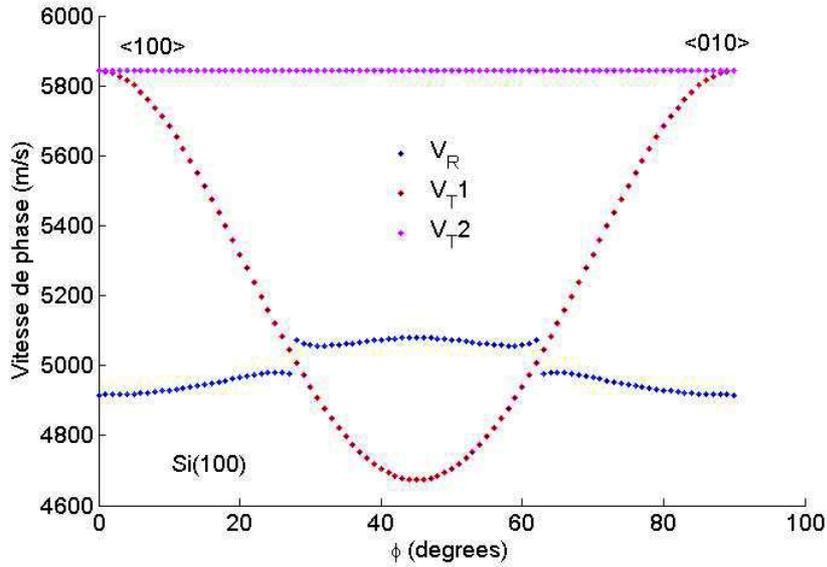


FIGURE IV.4 – Propagation des ondes de surface dans la famille des plans (100) du silicium cubique en fonction de la direction de propagation.

D'après les courbes de vitesses présentées à la figure IV.4, il existe une solution de type onde de Rayleigh dont la vitesse de phase est supérieure à celle de l'onde transversale lente [11] [12].

IV.2.2 Influence des paramètres du substrat sur la dispersion

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'influence des différents paramètres du substrat sur les courbes de dispersion dans la structure de type mono-couche dans un premier temps et dans des structures multicouches sur substrat dans un deuxième temps.

L'onde de Rayleigh se propage à la surface d'un milieu semi infini (substrat) et devient dispersive lorsqu'une couche est déposée sur celui-ci, la vitesse de propagation de cette onde dépend alors de sa fréquence.

Les structures étudiées sont un film de cuivre de 150 nm d'épaisseur et une bicouche de nickel/cuivre de 300 nm d'épaisseur sur un substrat de silicium d'orientation (111) et (100).

Les courbes de dispersion, illustrées aux figures IV.5, IV.6 et IV.7, présentent respective-

ment les fréquences en fonction des nombres d'onde et les vitesses de phase en fonction des fréquences. Les deux représentations sont liées par la relation $v = \frac{\omega}{k}$. L'analyse de ces courbes montre que la pente des courbes (f, k) jusqu'à 1000 MHz varie faiblement pour les plans (100) et (111). Les différentes propriétés des matériaux utilisés dans l'étude théorique sont regroupées dans les tableaux IV.2 et IV.3.

C_{11}	C_{12}	C_{44}	ρ
168.3 GPa	121.1 GPa	75.7 GPa	8960 Kg/m^3

Tableau IV.2 – Valeurs numériques des constantes de rigidité du Cuivre [13]

C_{11}	C_{12}	C_{44}	ρ
250.8 GPa	150 GPa	123.5 GPa	8902 Kg/m^3

Tableau IV.3 – Valeurs numériques des constantes de rigidité du nickel [14]

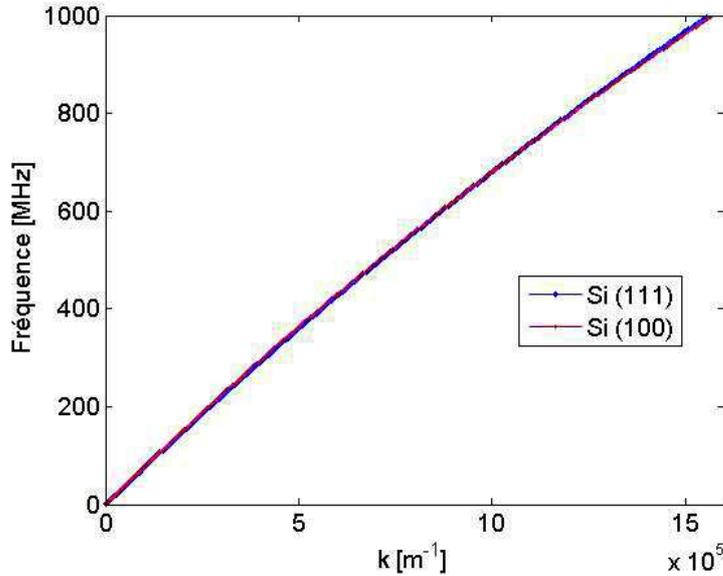


FIGURE IV.5 – Courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh dans une structure $Cu(150\text{ nm})/Si$ pour les plans (100) et (111).

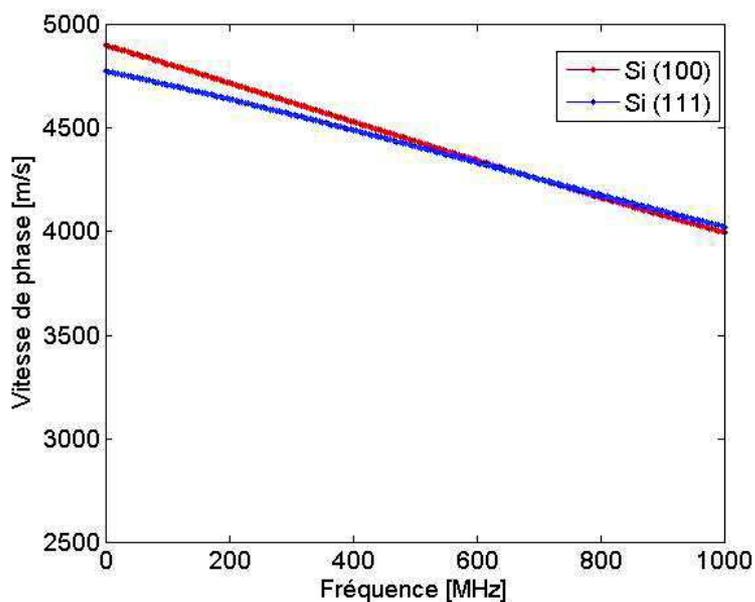


FIGURE IV.6 – Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh dans une structure $Cu(150\text{ nm})/Si$ pour les plans (100) et (111).

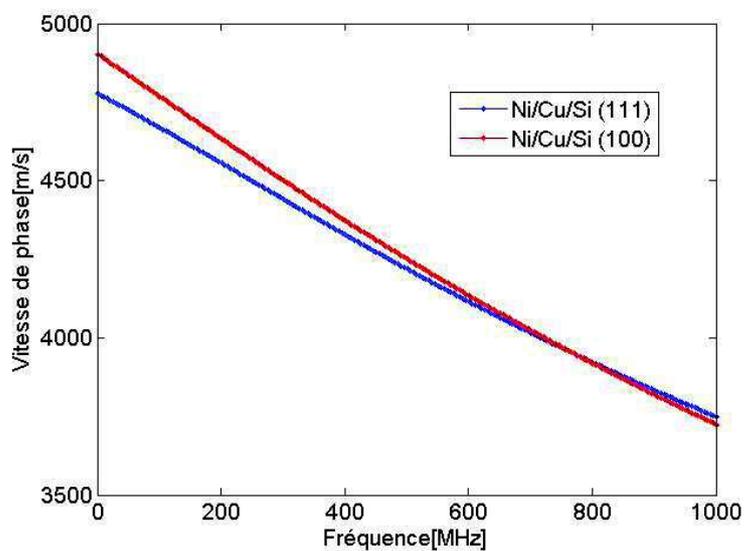


FIGURE IV.7 – Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh dans des bicouches $Ni(150\text{ nm})/Cu(150\text{ nm})/Si$

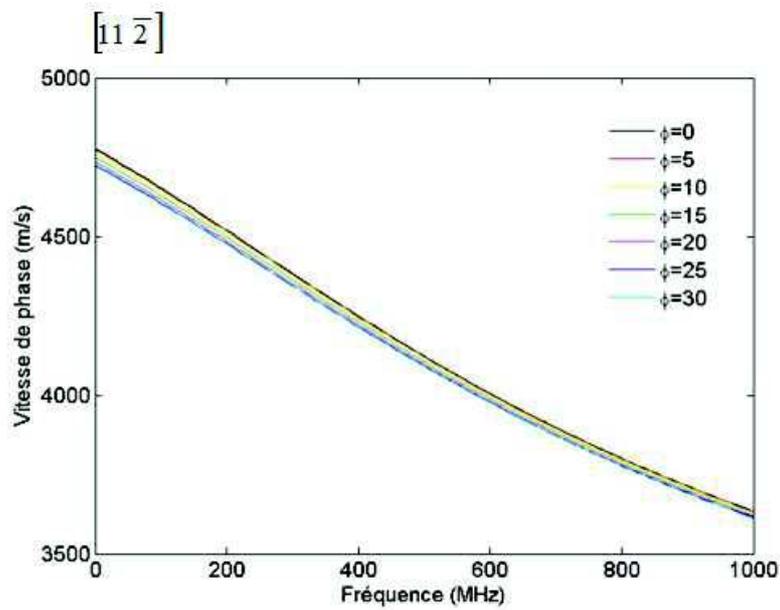


FIGURE IV.8 – Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh dans une structure $Cu/Ni/Si(111)$ pour différentes directions de propagation.

Ensuite on étudie l'effet de la rotation du substrat de faibles angles d'azimut (de $\phi = 0^\circ$ à 30° par pas de 5°) pour une structure composée d'une bicouche de cuivre/nickel sur un wafer de silicium (111).

La résolution numérique de la matrice de raideur pour les multicouches conduit aux résultats présentés à la figure IV.8. Une rotation du système de 5° diminue la vitesse de propagation de 0.067% pour une fréquence égale à 200 MHz. $\phi = 0$ est considéré comme direction de propagation référence correspondant à la direction $[11\bar{2}]$ du substrat. La figure IV.9 illustre la déviation relative de la vitesse de phase pour une rotation du substrat de silicium de 5° en fonction de la fréquence.

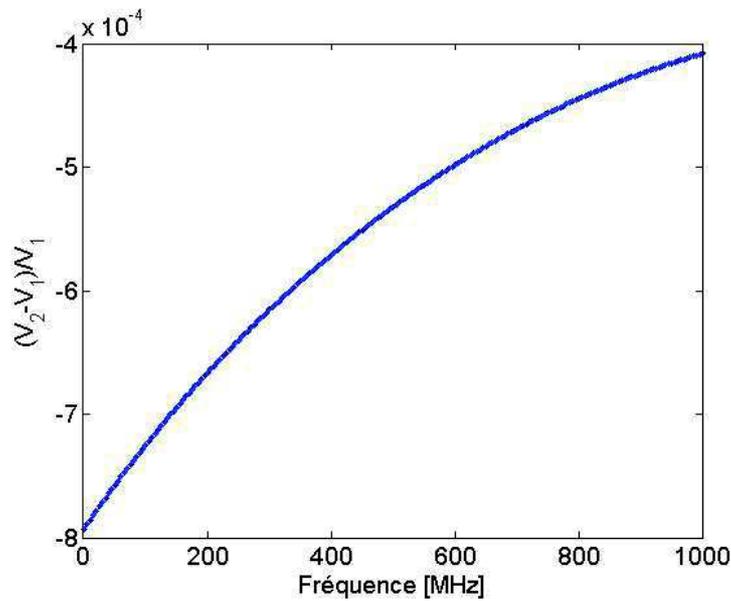


FIGURE IV.9 – Déviation relative de la vitesse de phase pour une rotation du substrat de silicium de 5° , (la vitesse V_1 correspond à $\theta = 0^\circ$), (V_2 à $\theta = 5^\circ$).

IV.3 Influence des paramètres de dépôt sur les courbes de dispersion : étude numérique

IV.3.1 Anisotropie des couches

La plupart des travaux de recherche considère les couches déposées isotropes dans le but de simplifier les calculs. Dans cette partie les cas d'isotropie et d'anisotropie sont étudiés et notamment leurs influences sur la dispersion de la structure $Ni(150\text{ nm})/Cu(150\text{ nm})/Si(111)$ (figure IV.10). Les facteurs d'anisotropie du cuivre et du nickel sont indiqués dans le tableau IV.4.

Matériaux	Cu	Ni
Anisotropie (A)	3.12	2.5

Tableau IV.4 – Les facteurs d'anisotropie.

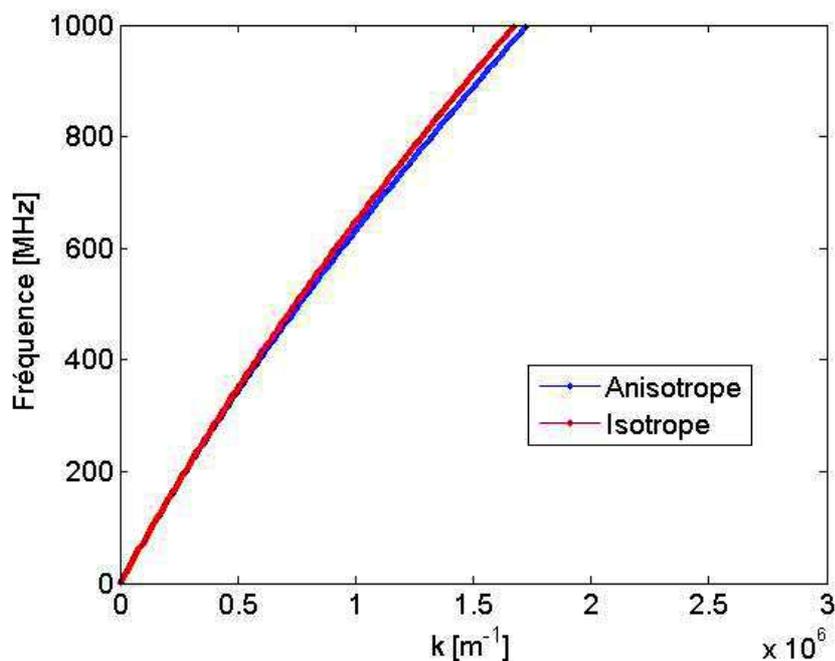


FIGURE IV.10 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh dans une structure *Ni/Cu/Si(111)*, en considérant les paramètres élastiques des couches dans les deux cas, isotrope et anisotrope.

IV.3.2 L'épaisseur des couches

Concernant l'influence des épaisseurs des couches, il est évident d'après la figure IV.11, que la courbe de dispersion dépend essentiellement de l'épaisseur globale des couches, puisque dans notre cas les deux matériaux choisis ont des propriétés élastiques proches. Toute variation sur la courbe de dispersion, est donc surtout due à une variation de l'épaisseur globale de la multicouche.

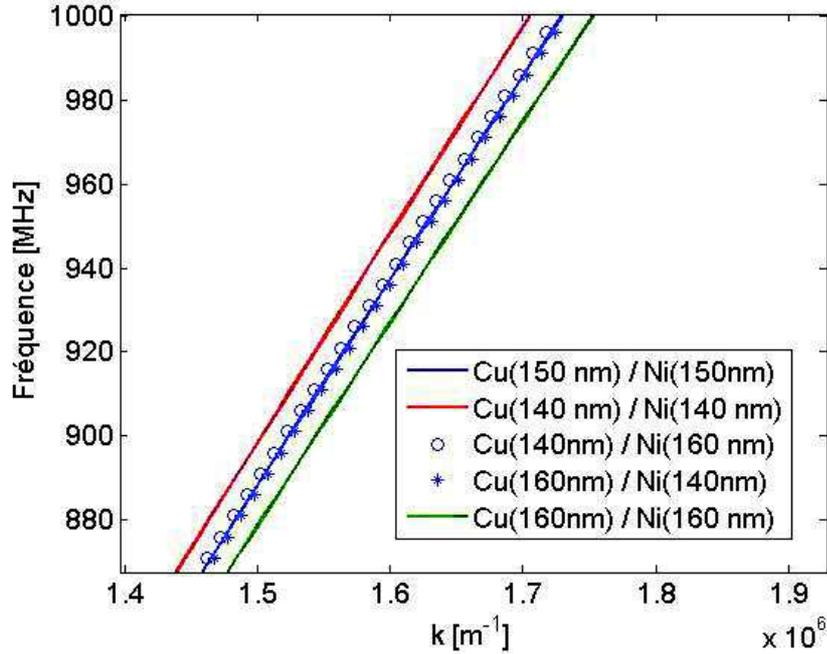


FIGURE IV.11 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh de la structure *Ni/Cu/Si(111)* pour différentes épaisseurs des couches.

IV.3.3 Les constantes de rigidité

Comme nous l'avons vu dans les paragraphes précédents, les paramètres des couches influent sur la dispersion seulement pour les hautes fréquences. Dans cette partie, on va comparer l'influence de l'épaisseur et des constantes de rigidité sur les courbes de dispersion, en les augmentant et en les diminuant de 10%. Les courbes de dispersion obtenues en vitesse de phase sont présentées à la figure IV.12. Les variations de la vitesse de phase les plus importantes sont observées à 1000 MHz. Ainsi pour donner un ordre de grandeur de l'influence de chaque paramètre, les variations relatives des vitesses de phase obtenues à 1000 MHz sont répertoriées dans le tableau IV.5.

L'analyse de ces courbes montre que la pente des courbes de dispersion varie fortement, à peu près d'un facteur 2, en fonction d'une variation de l'épaisseur, par rapport à une variation des six constantes élastiques des deux couches, c'est à peu près le double (figure IV.13).

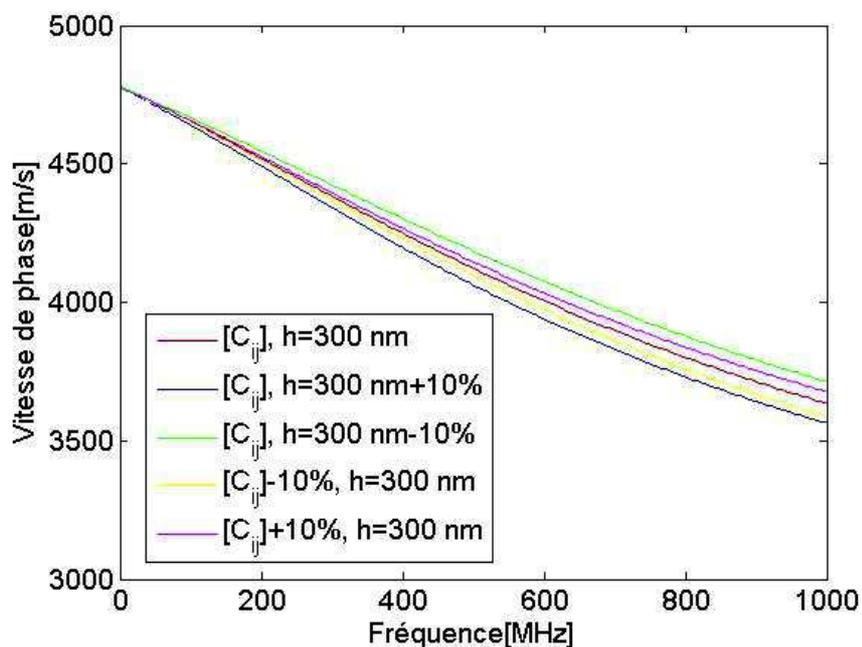


FIGURE IV.12 – Vitesse de phase du premier mode de Rayleigh de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ avec variation de l'épaisseur et des constantes de rigidité des couches.

Paramètres des couches	Variation relative de la vitesse de phase pour une variation des paramètres de -10%	Variation relative de la vitesse de phase pour une variation des paramètres de +10%
C_{ij}^{Cu}, C_{ij}^{Ni}	1,34%	-1,18%
Épaisseur	-2,2%	+2%

Tableau IV.5 – Influence des paramètres du multicouche sur la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh à une fréquence de 1000 MHz.

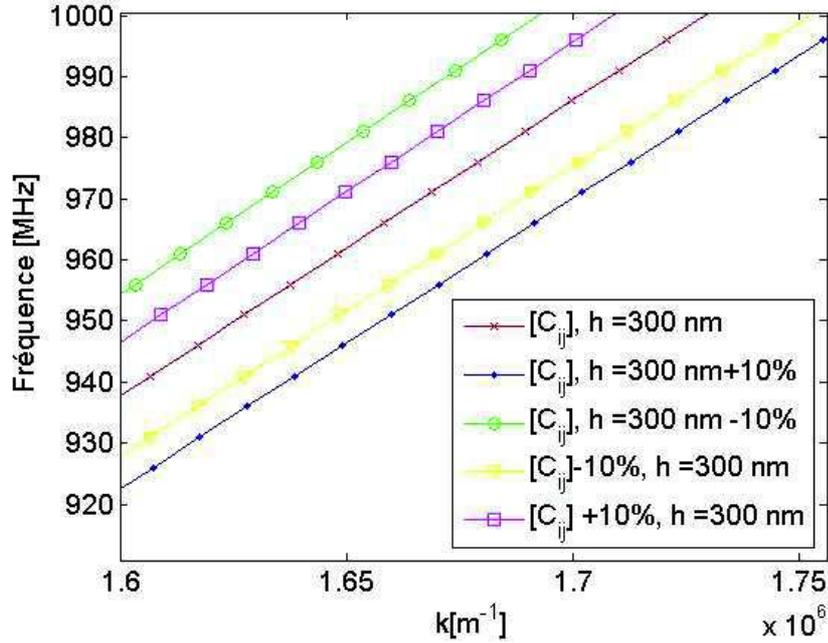


FIGURE IV.13 – Courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ avec variation de l'épaisseur et les constantes de rigidité des couches.

IV.3.4 Insertion d'une couche FGM

Intéressons nous ici au cas d'une structure tricouche constituée d'une couche de cuivre et d'une couche de nickel, et entre les deux, d'une couche d'alliage de type constantan ($\simeq 55\% \text{ Cu} + 45\% \text{ Ni}$) dont les paramètres sont donnés dans le tableau IV.6.

C_{11}	C_{12}	C_{44}	ρ
205.43 GPa	134.05 GPa	97.21 GPa	8740 Kg/m^3

Tableau IV.6 – Valeurs des constantes de rigidité du constantan [15].

Le cuivre et le nickel ont une structure cristalline cubique à face centrées, avec des paramètres de maille 3.6150 \AA pour le cuivre et 3.5238 \AA pour le nickel, ce qui donne un désaccord paramétrique de 2.5%. Ces deux éléments sont côte à côte dans le tableau périodique. Nous allons présenter leurs propriétés élastiques et thermodynamiques en termes de diagramme de phase et de coefficient de diffusion afin d'étudier la miscibilité du système Cu-Ni [15].

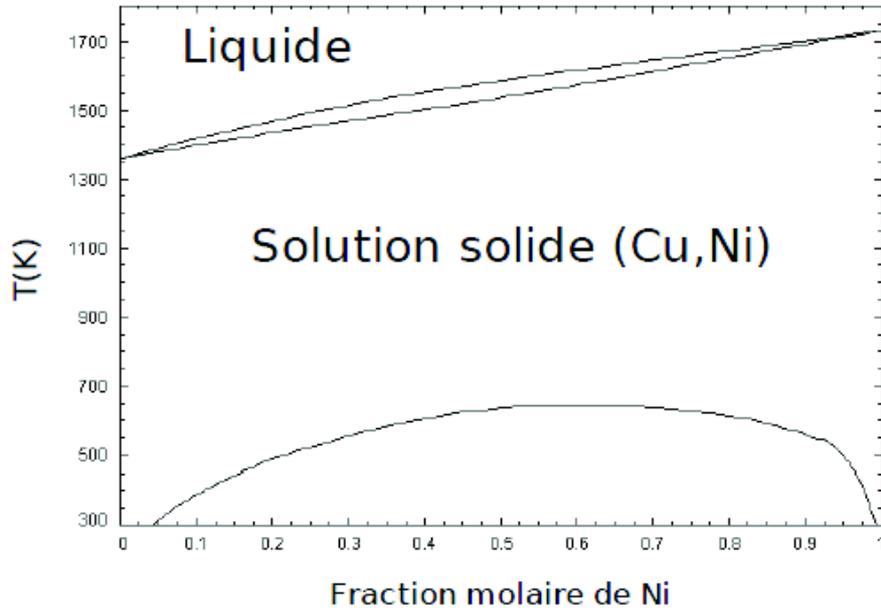


FIGURE IV.14 – Diagramme d'équilibre des alliages Cu-Ni [16]

La figure IV.14 présente l'évolution du coefficient d'interdiffusion en fonction de la concentration dans l'alliage Cu-Ni. L'interpolation est faite sur les données expérimentales obtenues par Heumann [17], [18]. Le diagramme de phase du système Cu-Ni est un diagramme en fuseau avec une lacune fortement asymétrique comme le montre la figure IV.14. Les températures de fusion sont 1357.6 K pour le cuivre et 1728 K pour le nickel.

Pour calculer les constantes élastiques du mélange Ni-Cu nous admettons qu'elles évoluent linéairement avec c_{Cu} , (la concentration en Cu), comme montré dans le cas du constantan [19] :

$$C_{ij}^{CST} = c_{Cu}C_{ij}^{Cu} + (1 - c_{Cu})C_{ij}^{Ni}. \quad (\text{IV.11})$$

Nous traçons par la suite les courbes de dispersion théoriques du système bicouche et pour le système FGM.

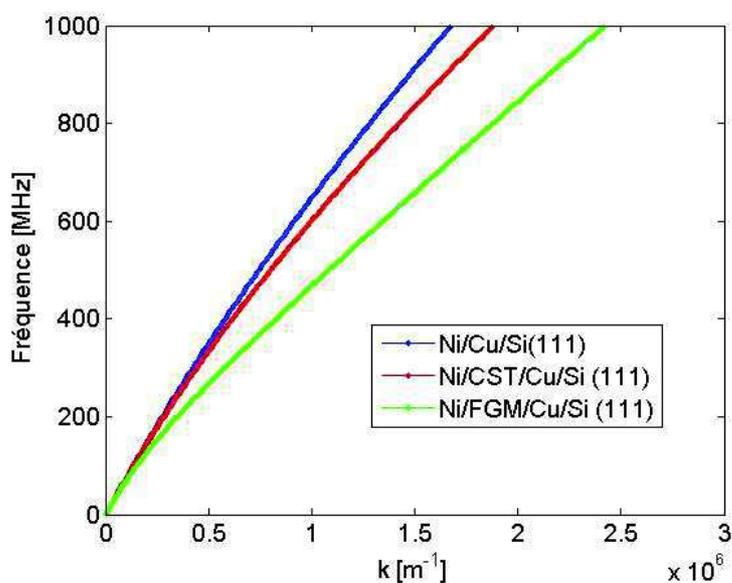


FIGURE IV.15 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh, dans les structures bicouche et FGM avec variation d'épaisseur.

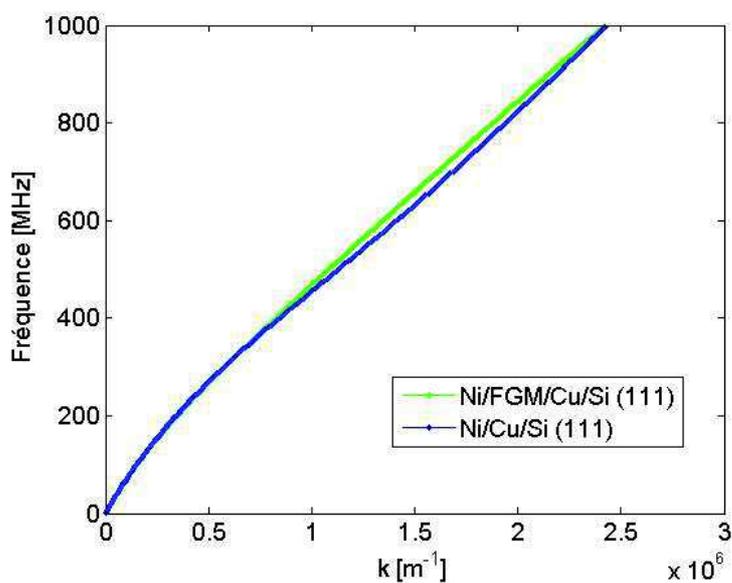


FIGURE IV.16 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh, dans les structures bicouches et FGM sans variation d'épaisseur.

A partir de ces figures (IV.15 et IV.16), nous observons que l'insertion de la couche d'alliage peut avoir un impact non négligeable sur les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh même dans le cas où la même épaisseur globale est considérée (figure IV.16).

IV.4 Caractérisation d'une multicouche métallique déposée sur un substrat de silicium

La caractérisation d'une structure couche mince sur substrat est couramment étudiée en faisant correspondre les courbes de dispersion expérimentales avec les courbes de dispersion théoriques.

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation des multicouches dont les différents paramètres ont été étudiés précédemment. Certains ont une influence importante sur la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh et d'autres ont une influence négligeable, ce qui permet de réduire le degré de liberté de ces systèmes, et diminuer le nombre d'inconnues (épaisseur, propriétés élastiques du substrat, propriétés élastiques des couches).

En général, les caractéristiques des structures étudiées sont déduites des caractéristiques du modèle théorique pris en compte. Pour le silicium, les paramètres sont bien connus dans la littérature. Notre étude consiste à déterminer les paramètres des multicouches.

Dans un premier temps, les résultats expérimentaux liés aux mesures réalisées sur les différents échantillons seront présentés. Ensuite, il sera question de l'étalonnage nécessaire au dispositif expérimental de façon à faire correspondre la courbe de dispersion expérimentale du premier mode de Rayleigh en basse fréquence avec la courbe théorique. L'épaisseur du multicouche est déduite en utilisant les plus hautes fréquences du spectre.

IV.4.1 Détermination des courbes de dispersion expérimentales

IV.4.1.1 Traitement spectral

Comme décrit au chapitre III, l'acquisition des informations sur les ondes de surface qui se propagent dans une direction bien précise est effectuée par la méthode ligne source/point

récepteur. Pour avoir une bonne résolution spectrale en basses fréquences, la distance de propagation est augmentée de $\Delta x \simeq 10 \mu m$ entre chaque série de mesures.

Le pas est réduit à $\Delta x \simeq 5 \mu m$ et à $\Delta x \simeq 1 \mu m$ afin d'étendre la limite haute du spectre (1 GHz). La fréquence d'échantillonnage est de 10 GHz pour toutes les mesures.

Les courbes de dispersion caractéristiques des structures étudiées sont en premier lieu obtenues à l'aide de la transformée de Fourier spatiale à deux dimensions implémentées à l'aide d'un algorithme rapide (2D-FFT) [20] [21] (Annexe C). Cette méthode est appliquée pour tous les signaux acquis associés à l'onde de surface se propageant suivant la direction [110] ($\phi = 0^\circ$), considérée comme direction de référence de chaque structure, et aussi suivant d'autres directions ($\phi = 45^\circ, 90^\circ$ pour les structures composées d'un substrat de type (100) et $\phi = 45^\circ, 60^\circ$ pour les substrat de type (111)). La représentation graphique des résultats de la 2D-FFT ainsi obtenue est donnée aux figures IV.17, IV.18 et IV.19 pour 40 mesures suivant la direction [110] de l'échantillon A (*Ni/Cu/Si(111)*) et différent pas d'échantillonnage spatial ($\simeq 10\mu m, 5\mu m, 1\mu m$). A chaque acquisition, la ligne source est donc déplacée de Δx .

Le pas d'échantillonnage $\Delta x \simeq 10\mu m$ détermine un vecteur d'onde maximum $k_{max} \simeq 3 \times 10^5 m^{-1}$. A cet échantillonnage spatial, le risque de repliement est plus important que pour $\Delta x \simeq 1 \mu m$. Ce dernier pas détermine un vecteur d'onde maximal $k_{max} \simeq 3 \times 10^6 m^{-1}$, avec une résolution en nombre d'onde dix fois plus large qu'avec les mesures faites avec un pas de $10\mu m$ pour une résolution spatio-fréquentielle $\Delta k \simeq 10 \times 10^3 m^{-1}$.

Les différents échantillons utilisés au cours de nos travaux sont rappelés dans le tableau IV.7.

Échantillon	Substrat	Couche 1	Couche 2	Couche 3
A	Si(111)	Cu 150 nm	Ni 150 nm	rien
B	Si(100)	Cu 150 nm	Ni 150 nm	rien
C	Si(111)	Cu 150 nm	Cst 150 nm	Ni 150 nm
D	Si(100)	Cu 150 nm	Cst 150 nm	Ni 150 nm

Tableau IV.7 – Caractéristiques des quatre échantillons élaborés.

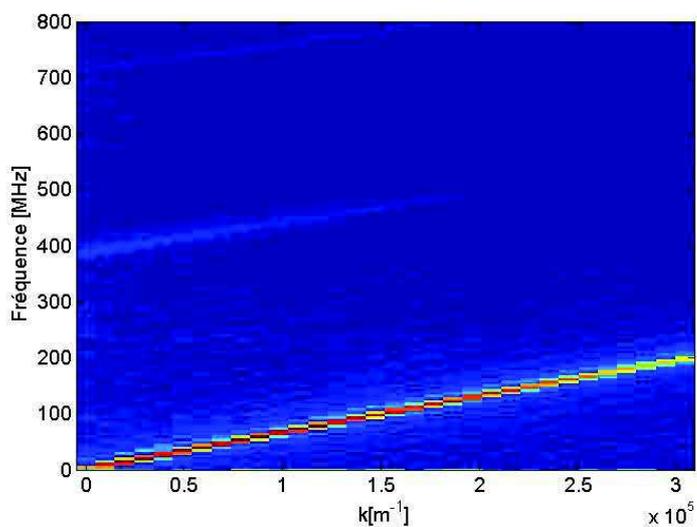


FIGURE IV.17 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$, $\Delta x \simeq 10 \mu\text{m}$.

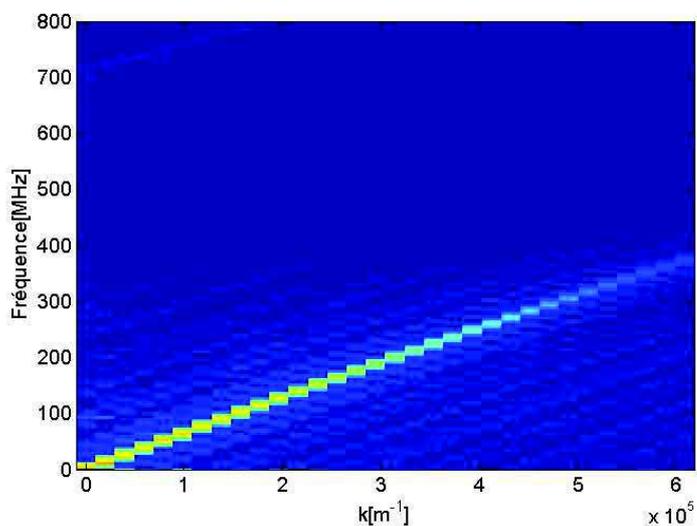


FIGURE IV.18 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$, $\Delta x \simeq 5 \mu\text{m}$.

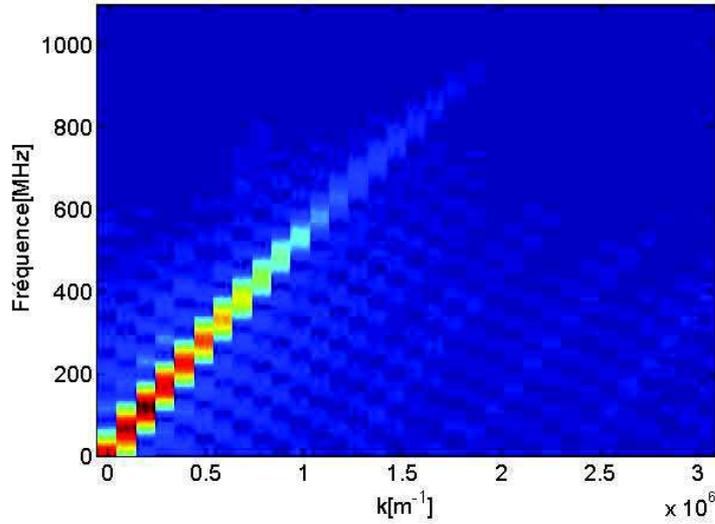


FIGURE IV.19 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT appliquée sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$, $\Delta x \simeq 1 \mu\text{m}$.

IV.4.1.2 Traitement avec la méthode Matrix Pencil

La méthode spectrale n'est pas assez précise pour déterminer les pulsations et les amplitudes complexes des modes superposés dans le signal vibratoire. Nous utilisons donc la méthode "Matrix-Pencil" (MP) qui permet de déterminer d'une manière plus exacte les amplitudes et les fréquences complexes. Les figures IV.20, IV.21, IV.22 et IV.23 représentent les résultats du traitement des signaux avec la méthode Matrix-Pencil pour différents seuils de troncature ' δ ' des valeurs singulières issues de la décomposition en valeurs singulières (SVD) triées par ordre décroissant [22] [23] (Annexe D). Les premières valeurs singulières sont significatives des pulsations qui correspondent aux valeurs maximales des amplitudes de la transformée de Fourier spatiale et permettent de déduire le premier mode de Rayleigh. Les valeurs singulières suivantes sont associées à des fréquences présentes dans le spectre de bruit.

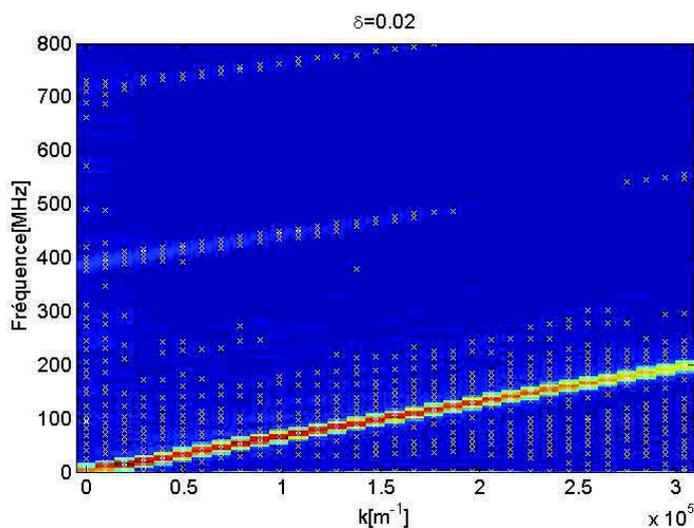


FIGURE IV.20 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT et de la méthode MP appliquées sur 40 signaux temporels associés au premier de mode Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ (A), $\delta = 0.02$.

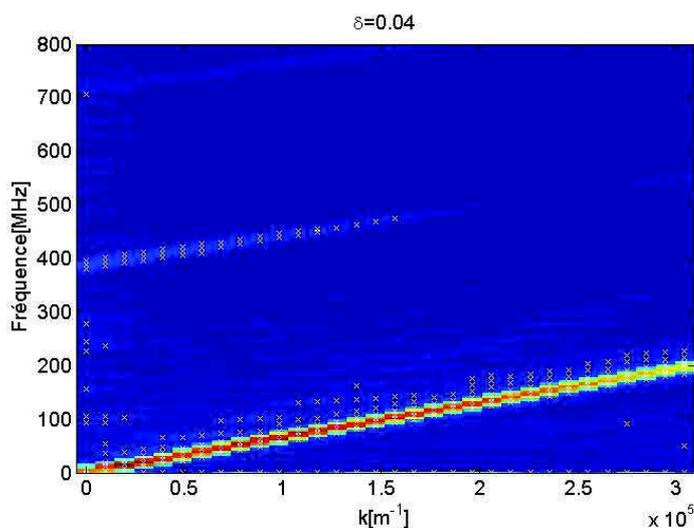


FIGURE IV.21 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT et de la méthode MP appliquées sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ (A), $\delta = 0.04$.

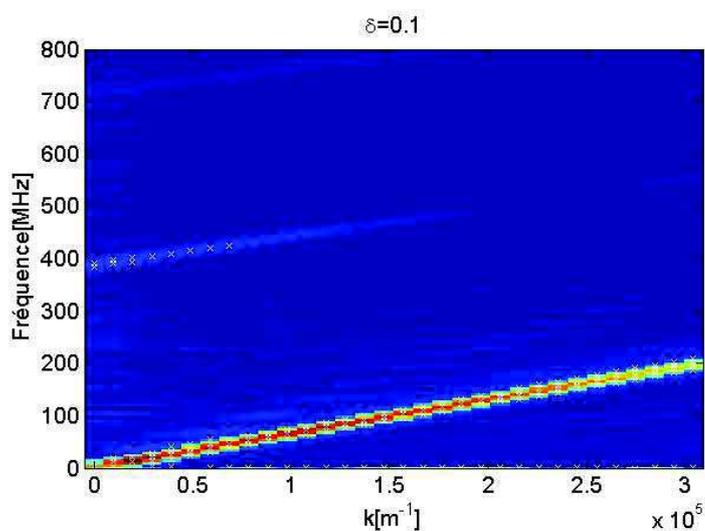


FIGURE IV.22 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT et de la méthode MP appliquées sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ (A), $\delta = 0.1$.

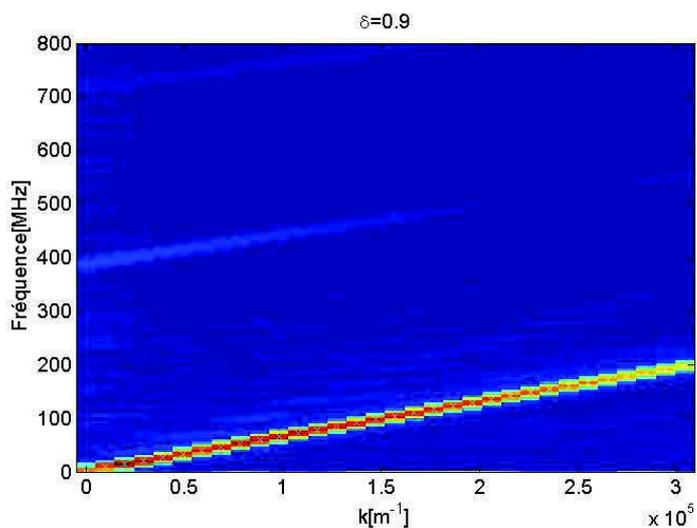


FIGURE IV.23 – Représentation graphique des résultats de la 2D-FFT et de la méthode MP appliquées sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction $\langle 110 \rangle$ de la structure $Ni/Cu/Si(111)$ (A), $\delta = 0.9$.

IV.4.2 Résultats des mesures

Les figures IV.24 et IV.25, illustrent respectivement la variation de la fréquence du premier mode de l'onde de Rayleigh en fonction du nombre d'onde k et la vitesse de phase en fonction de la fréquence. Les résultats ont été déterminés expérimentalement pour l'échantillon D ($Ni/CST/Cu/Si(100)$). Les mesures recouvrent les trois directions $\phi = 0^\circ, 45^\circ$ et 90° pour D ($Ni/CST/Cu/Si(100)$) et B $Ni/Cu/Si(100)$, et les directions $\phi = 0^\circ, 45^\circ$ et 60° pour C ($Ni/CST/Cu/Si(111)$) et A ($Ni/Cu/Si(111)$), (figure IV.26). Il est bien clair que les courbes de dispersion, correspondant aux ondes de Rayleigh, se propageant dans D selon les directions $\phi = 0^\circ$ et 90° sont similaires pour la gamme de fréquences explorée (figures IV.24, figures IV.25). Ces résultats semblent cohérents avec la symétrie d'axe quatre dans les plans (100). De la même façon, les courbes de dispersion de l'onde de Rayleigh se propageant dans les directions $\phi = 0^\circ$ et 60° de l'échantillon C (figure IV.26), sont similaires en raison de la présence de l'axe de symétrie trois dans les plans (111) [25] [24].

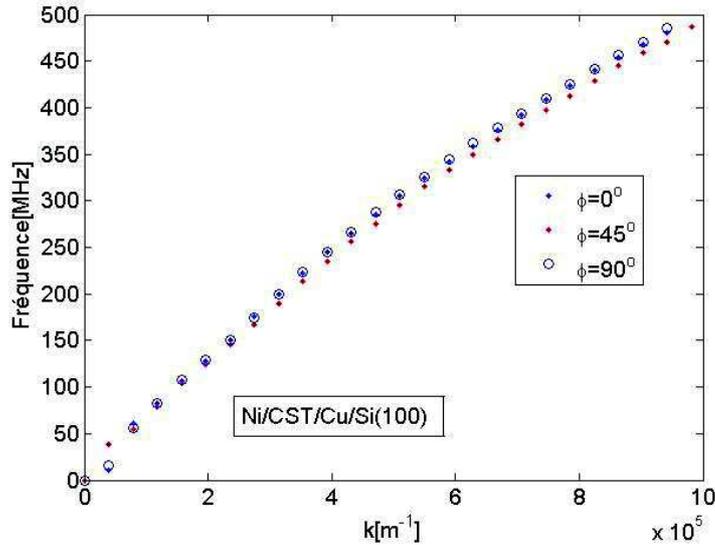


FIGURE IV.24 – Courbes de dispersion (f,k) expérimentales du premier mode de Rayleigh obtenues à partir de la méthode MP pour trois directions de propagation.

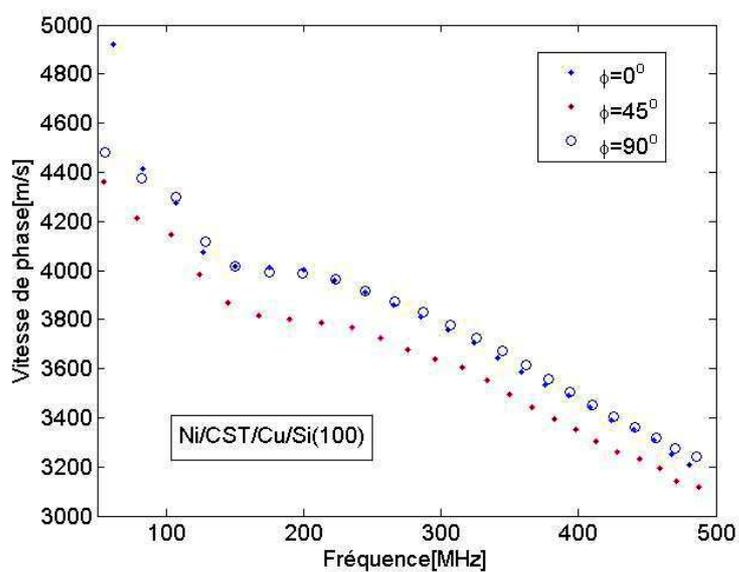


FIGURE IV.25 – Courbes de dispersion (V,f) expérimentales du premier mode de Rayleigh calculées à partir de la méthode MP pour trois directions de propagation.

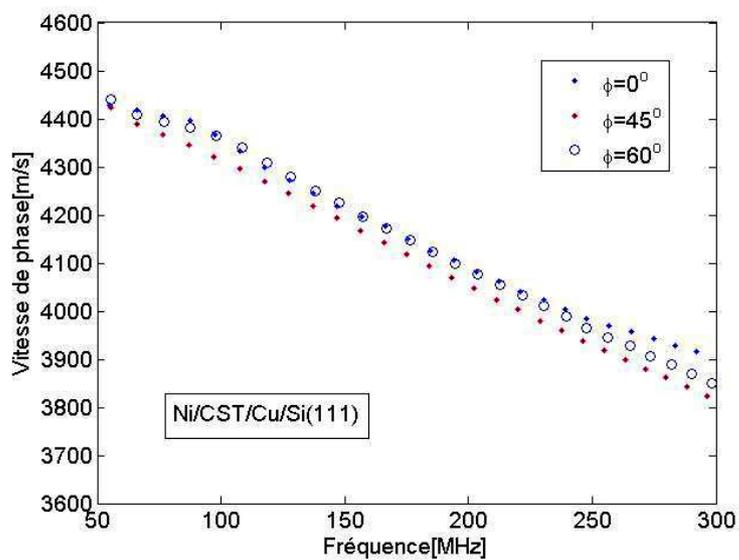


FIGURE IV.26 – Courbes de dispersion (f,k) expérimentales du premier mode de Rayleigh calculées à partir de la méthode MP pour trois directions de propagation.

Intéressons nous maintenant aux mesures comparant les structures bicouche et tri-couche, caractérisées par les courbes de dispersion présentées en figure IV.27.

A partir de cette figure, l'épaisseur de la couche de constantan semble avoir un impact non négligeable sur les courbes de dispersion et l'effet dispersif est d'autant plus prononcé aux hautes fréquences, au delà de 200 MHz. En effet, aux très basses fréquences, lorsque la longueur d'onde de Rayleigh est très grande devant l'épaisseur totale des couches, sa vitesse de propagation est uniquement déterminée par le substrat.

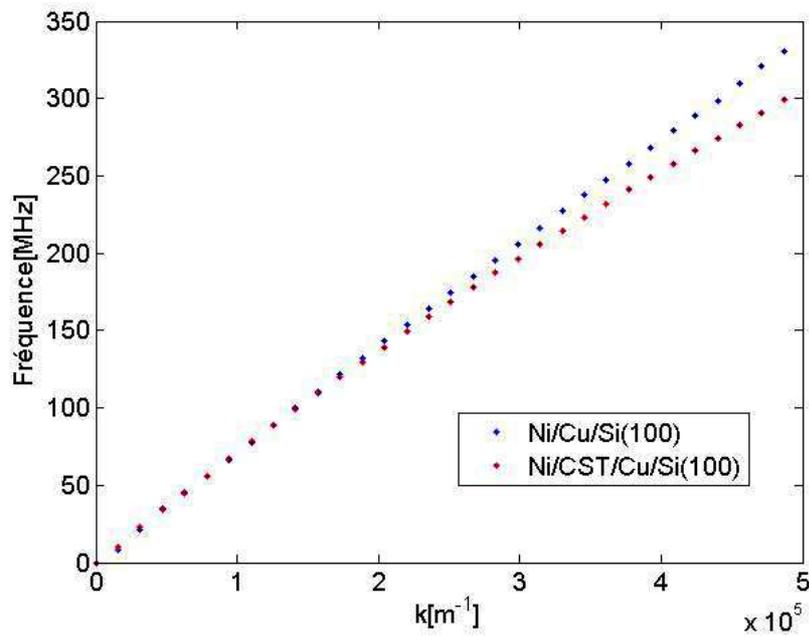


FIGURE IV.27 – Influence de la couche d'alliage (CST) sur la dispersion du premier mode de Rayleigh dans le système Ni/Cu/Si(100).

A partir des courbes de dispersion théoriques, nous pouvons déduire la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat de silicium seul. En effet en basse fréquence, l'onde de Rayleigh ne présente pas d'effet de dispersion et sa vitesse correspond à sa vitesse de propagation dans le silicium seul. Le tableau IV.8 résume les vitesses de Rayleigh calculées par la méthode matrice de raideur à une fréquence nulle pour les différents échantillons élaborés :

Échantillons	A	B	C	D
V_R [m/s]	4776.4	4901.7	4775.8	4900.9

Tableau IV.8 – Vitesses de phase de l’onde de Rayleigh dans les échantillons A, B, C et D à une fréquence nulle.

Les vitesses de phase de l’onde de Rayleigh $V_R \simeq 4776\text{m/s}$ dans les substrats des échantillons A et C (silicium (111)), sont en bon accord avec la vitesse de l’onde de Rayleigh obtenue numériquement avec la méthode de Christoffel pour un milieu semi infini homogène de silicium dans la direction [110] (figure IV.2).

C’est aussi le cas de la vitesse $V_R \simeq 4901\text{m/s}$ issue des courbes de dispersion numériques pour les échantillons B et D, (figure IV.4).

La figure IV.28 compare les courbes de dispersion théorique et expérimentale pour l’échantillon A en basses fréquences. Il est à noter qu’il existe une incertitude sur l’échantillonnage spatial que l’on peut évaluer à 15% liée au positionnement du laser pompe lors des expérimentations. La gamme de fréquences visée s’étend de 0 MHz à 200 MHz avec des données acquises avec un pas spatial $\Delta x \simeq 10 \mu\text{m}$.

La pente de la courbe de dispersion expérimentale de l’échantillon A en basse fréquences est $a=666.37$, ce qui correspond à une vitesse de phase $V_R^{exp} = 4187 \text{ m/s}$, alors que la vitesse théorique est $V_R^{num} = 4776.4 \text{ m/s}$. Le rapport entre les deux vitesses est :

$$R = \frac{V_R^{exp}}{V_R^{num}} = 0.87. \quad (\text{IV.12})$$

Ceci introduit une incertitude relative sur l’échelle des nombres d’onde de 15%. Le meilleur accord entre les courbes théoriques et expérimentales dans la bande [0-100 MHz] (figure IV.30) est obtenu par ajustement du pas d’échantillonnage à la valeur $\Delta x = 11.49 \mu\text{m}$.

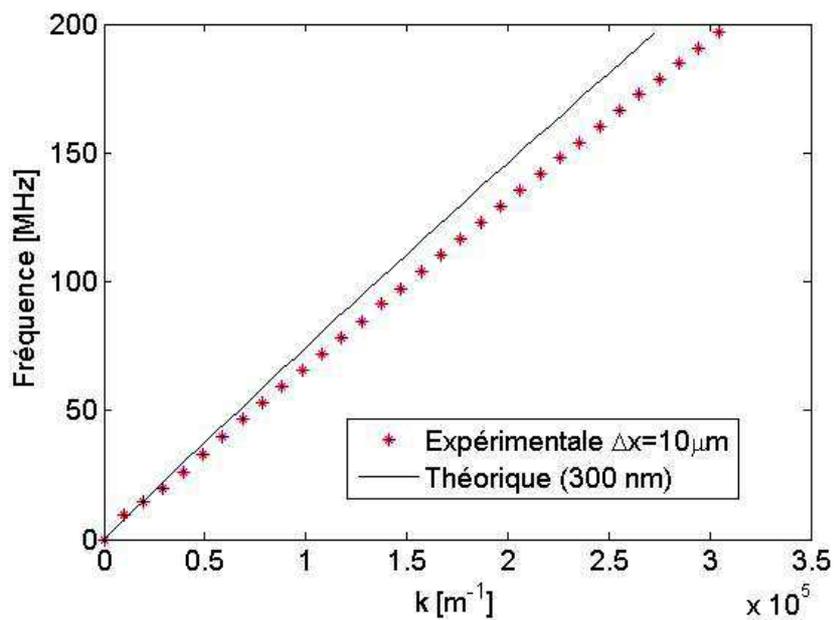


FIGURE IV.28 – Courbes de dispersion théorique et expérimentale dans l'échantillon A.

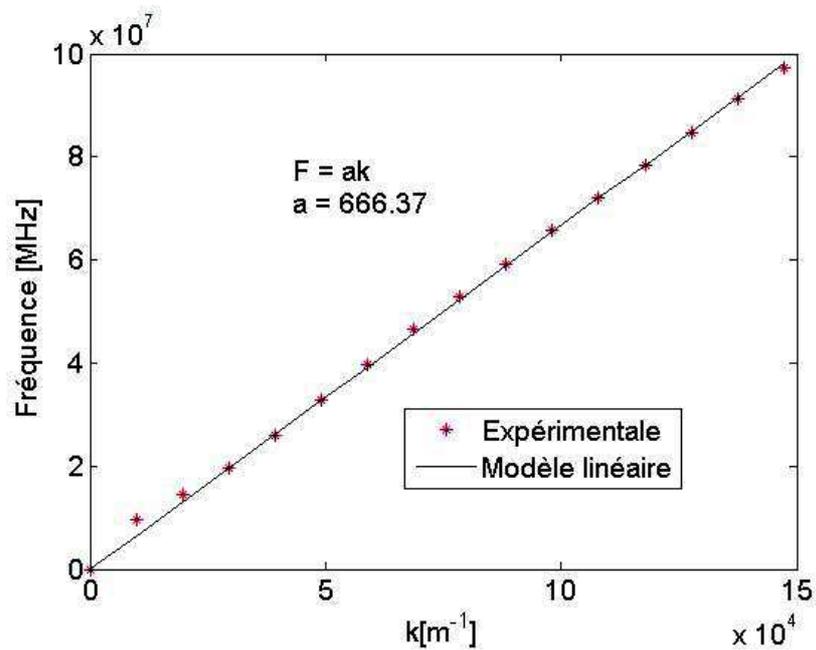


FIGURE IV.29 – Détermination de la pente de la courbe de dispersion pour la gamme basses fréquences.

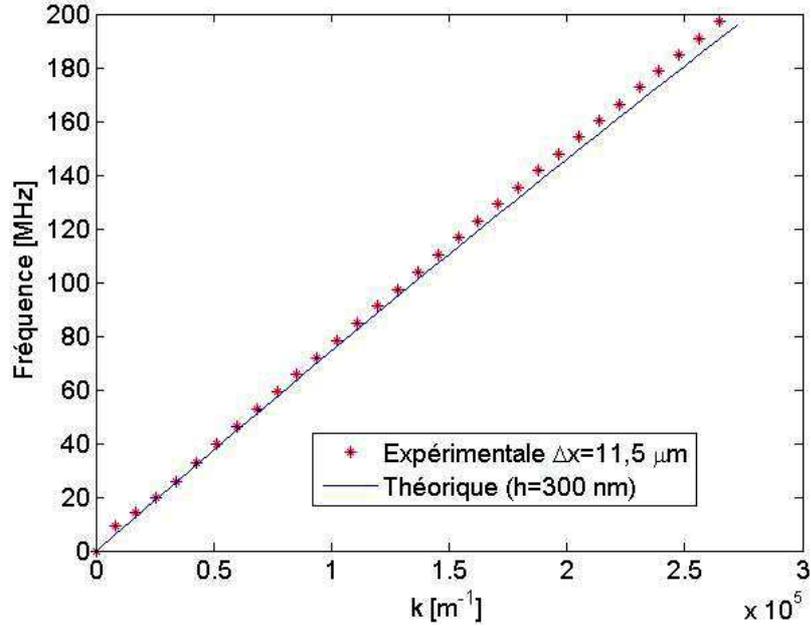


FIGURE IV.30 – Courbes de dispersion théorique et expérimentale pour l'échantillon A après correction de l'échelle des nombres d'ondes utilisée dans l'expérimentation.

La correction de l'échelle k est aussi appliquée pour les mesures avec un pas d'échantillonnage spatial $\Delta x \simeq 5 \mu m$ (figure IV.31). Une bonne concordance entre le numérique et l'expérimental pour la gamme de fréquences de 0 à 200 MHz est observée. Par contre pour les hautes fréquences, un décalage existe entre les courbes de dispersion théorique et expérimentale recalée dû à l'incertitude sur la valeur exacte de l'épaisseur de dépôt, supposée de 300 nm dans l'étude numérique (figure IV.32).

Pour chaque nombre d'onde k , il est intéressant de calculer l'écart ΔF , entre les fréquences expérimentales F_{exp} et numériques F_{num} , tel que :

$$\Delta F = F_{exp} - F_{num}. \quad (\text{IV.13})$$

L'évolution de ΔF en fonction des nombre d'onde est représentée à la figure IV.33. La courbe a une allure exponentielle et par exemple, à $k = 5.2739 \times 10^{+5} m^{-1}$, l'écart de fréquences est $\Delta F = 9.6 MHz$. Cet écart pourrait nous permettre de déterminer l'épaisseur globale de dépôt.

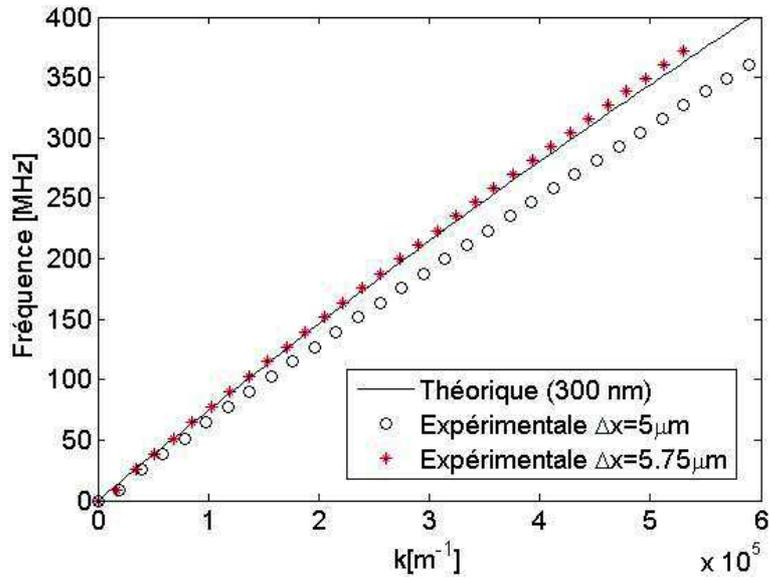


FIGURE IV.31 – Courbes de dispersion théorique et expérimentale avant et après correction de l'échelle des nombres d'ondes utilisée dans l'expérimentation avec l'échantillon A.

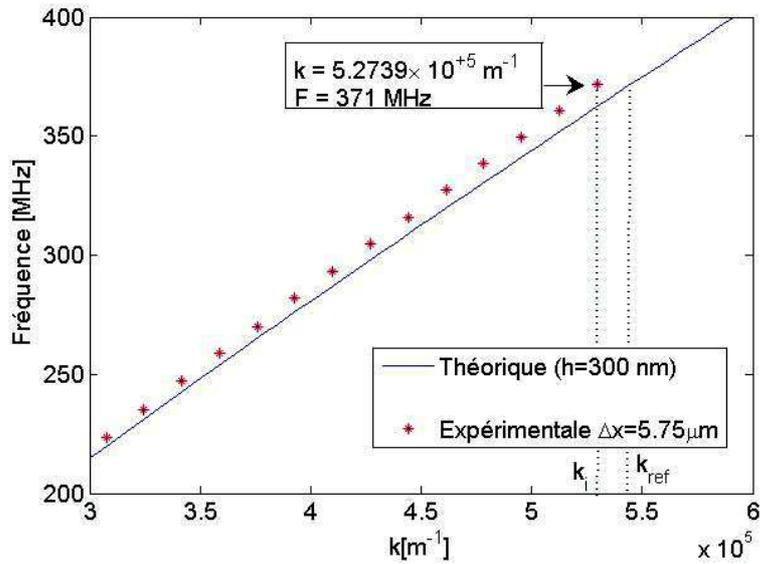


FIGURE IV.32 – Zoom des courbes de dispersion théorique et expérimentale après correction de l'échelle des nombres d'ondes utilisée dans l'expérimentation pour l'échantillon A dans la gamme de fréquences [200 MHz-400 MHz].

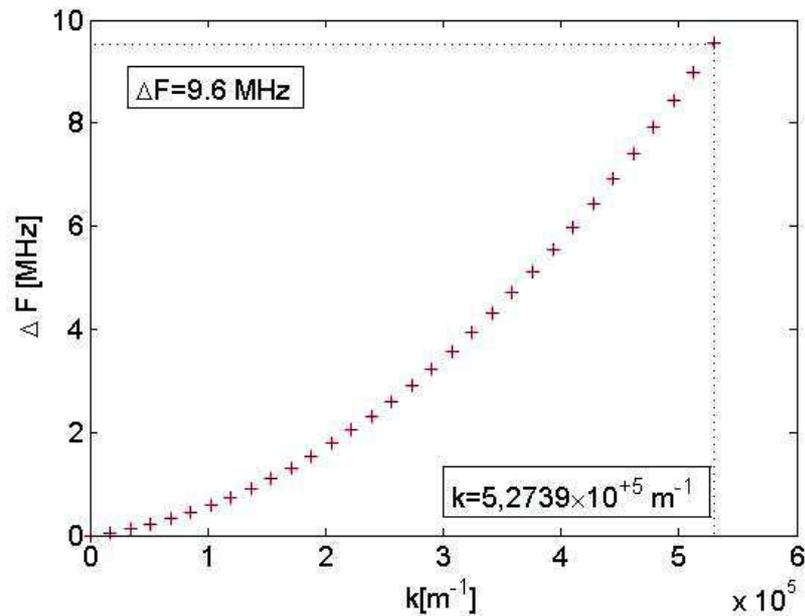


FIGURE IV.33 – Variation du décalage de fréquence existant entre les mesures et les calculs en fonction des nombres d’onde.

IV.4.3 Détermination d’épaisseur

En effet, il a été constaté au paragraphe IV.3.3 que les paramètres élastiques des couches pouvaient peu influencer les vitesses de propagation du premier mode de Rayleigh par rapport la variation de l’épaisseur globale des couches (tableau(IV.5)).

La figure IV.27 a montré que l’augmentation de l’épaisseur des couches renforce l’effet dispersif dans les hautes fréquences [26].

Afin de déterminer les épaisseurs des dépôts élaborés lors de nos expérimentations et déduire les plus faibles variations d’épaisseur mesurables par le dispositif expérimental, l’effet de l’épaisseur des couches sur la dispersion du premier mode de Rayleigh (figure IV.34) est dans un premier temps étudié.

L’épaisseur $h=300$ nm est considérée comme référence pour les études numériques.

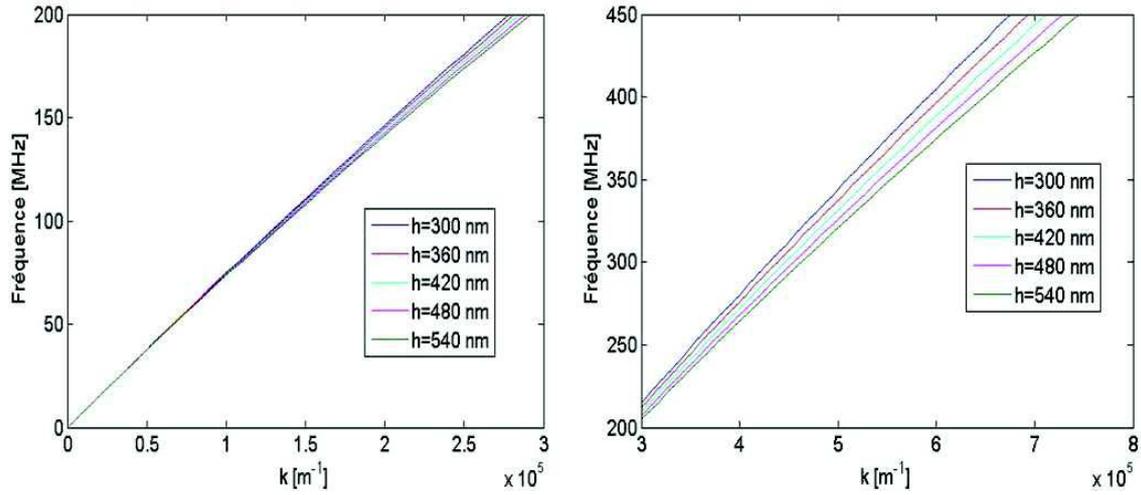


FIGURE IV.34 – Influence de l'épaisseur du bicouche *Ni/Cu* sur la courbe de dispersion dans les bandes fréquentielles [0-200 MHz] à gauche et [200-450 MHz] à droite.

La figure IV.35 présente les variations de nombres d'onde en fonction de l'épaisseur de dépôt sur le substrat (de 20 nm à 540 nm) pour une fréquence de 371 MHz. Cette fréquence est la valeur maximale mesurée pour un pas d'échantillonnage spatial $\Delta x = 5,75\mu\text{m}$ (figure IV.32). A partir de la courbe IV.36, il est possible d'évaluer la déviation relative δ de nombre d'onde en fonction de la variation d'épaisseur telle que

$$\delta = \frac{k_{ref} - k_i}{k_{ref}}, \quad (\text{IV.14})$$

où $k = k_{ref}$ pour $h = 300$ nm (voir figure IV.36). Cette déviation relative est représentée à la figure IV.37. A partir de la figure IV.32, à la fréquence $F = 371\text{MHz}$, la déviation de nombres d'onde entre la théorie et les mesures est $\delta = +3\%$ ce qui correspond, d'après la figure IV.37, à un décalage d'épaisseur de $\Delta h = -80$ nm, ce qui signifie que le bicouche de l'échantillon A est d'épaisseur $h = 220\text{nm}$.

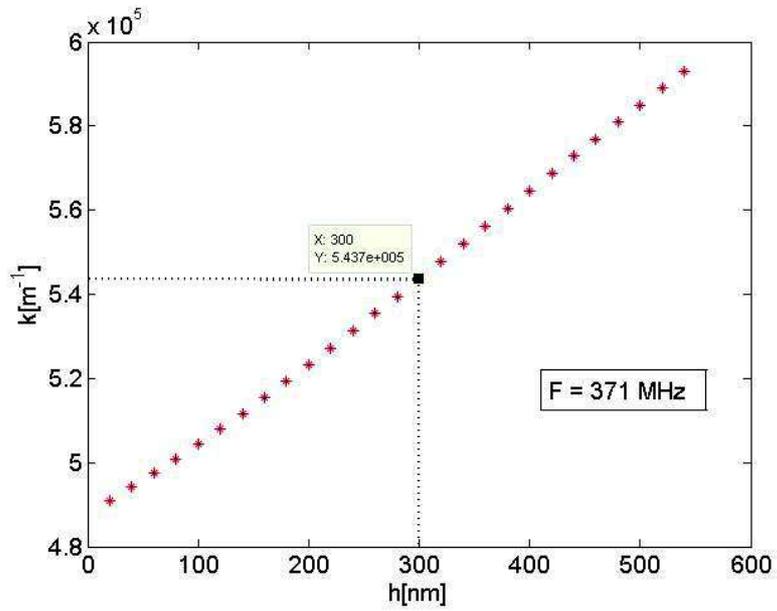


FIGURE IV.35 – Influence de l'épaisseur du bicouche Cu/Ni sur le nombre d'onde à une fréquence $F=371 \text{ MHz}$.

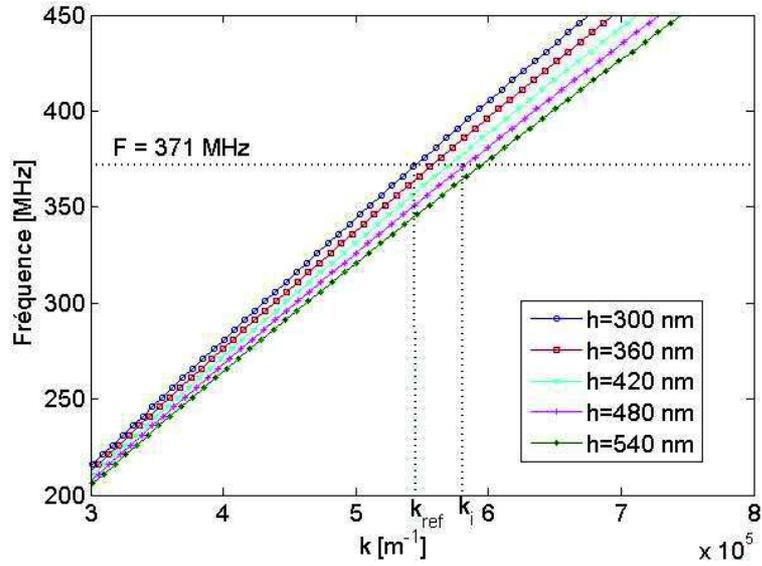


FIGURE IV.36 – Déviation de nombre d'onde k_i par rapport k_{ref} lors l'augmentation de l'épaisseur.

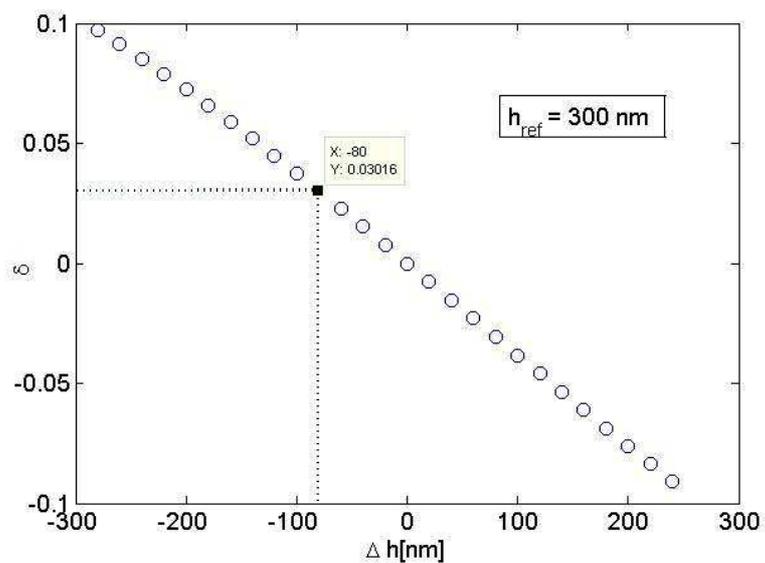


FIGURE IV.37 – Variation relative de nombre d’onde en fonction de la variation de l’épaisseur du bicouche Ni/Cu.

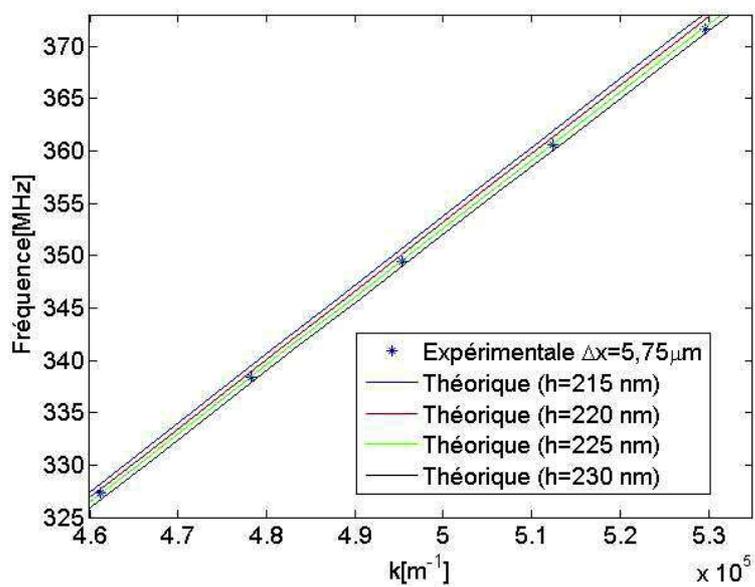


FIGURE IV.38 – Estimation de l’incertitude sur l’évaluation de l’épaisseur à partir des courbes numériques.

A partir de la courbe IV.38, on peut finalement estimer l'incertitude sur la valeur de l'épaisseur donnée à $h = 220\text{nm} \pm 2,5 \text{ nm}$.

IV.5 Caractérisation d'une variation d'épaisseur nanométrique

Le vibromètre homodyne, utilisé avec le protocole expérimental décrit en III.5, mesure des ondes ultrasonores jusqu'à une fréquence de 1 GHz et un nombre d'onde $k=3 \times 10^6 \text{ m}^{-1}$, ce qui permet de mesurer l'épaisseur d'un film ou d'un multicouche très mince. En effet plus l'épaisseur est faible, plus la vitesse (de phase ou de groupe) du premier mode de Rayleigh s'y propageant est élevée (et inversement). Pour des épaisseurs très fines (de l'ordre de 100 nm), l'effet de dispersion n'est visible qu'à partir de 500 MHz.

Est-il possible de détecter une faible variation d'épaisseur dans la gamme de fréquences [500 MHz - 1000 MHz] ?

Dans le but de répondre expérimentalement à cette question, deux échantillons E et F sont élaborés et composés chacun d'une couche mince de chrome de 80 nm respectivement sur un substrat de verre et un substrat de silicium. Le dispositif expérimental est toujours identique au précédent avec une fréquence d'échantillonnage de 10 GHz. Le protocole de mesure est celui décrit en III.5.

Les différentes propriétés élastiques des matériaux utilisés dans cette partie sont toutes résumées dans les tableaux IV.9, IV.10, IV.11 et les courbes de dispersion théoriques et expérimentales sont présentées aux figures IV.39 et IV.40.

Matériau	C_{11} [GPa]	C_{12} [GPa]	C_{44} [GPa]
Cr	179.2	74.2	205
Verre	78.5	16.1	31.2
Si(001)	165.7	63.9	79.56

Tableau IV.9 – Constantes élastiques du chrome, verre, et silicium (001) [27].

Matériau	V_T [m/s]	V_L [m/s]	ρ [Kg/m ³]
Cr	3400	6609	7190
Verre	2100	5440	2200
Si (001)	4900	8382	2330

Tableau IV.10 – Paramètres des matériaux utilisés [27].

Échantillon	Cr/Verre	Cr/Si
V'_T/V_T	1.62	0.69

Tableau IV.11 – Rapport des vitesses transversales film (V'_T)/substrat(V_T).

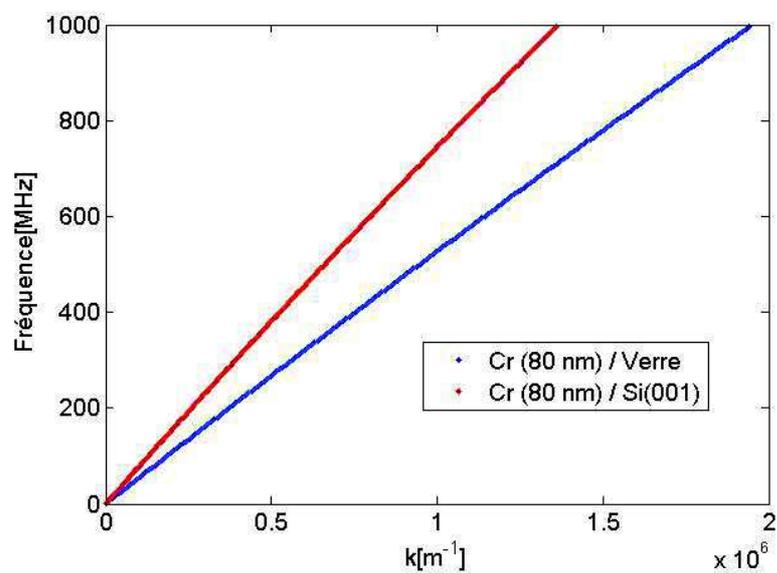


FIGURE IV.39 – Courbes de dispersion numériques pour les structures : Cr/Si et Cr/Verre.

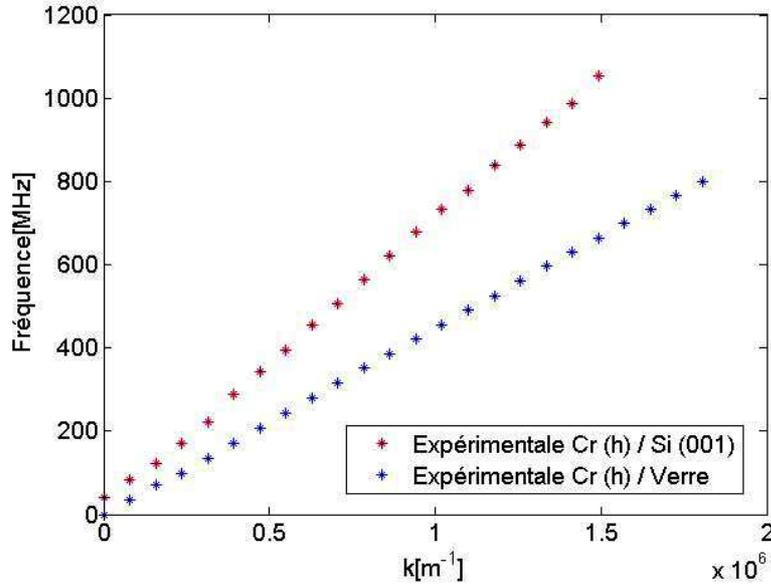


FIGURE IV.40 – Courbes de dispersion expérimentales pour les structures : Cr/Si et Cr/Verre.

Pour la fréquence maximale mesurée de l'onde propagative, ici de 1 GHz (figure IV.40), on obtient $k = 1.47 \times 10^6 m^{-1}$. Sur la figure IV.41, les courbes de dispersion expérimentale et théorique sont présentées et montrent l'existence d'une faible dispersion dans la structure Cr(80 nm)/Si à partir de 500 MHz. La faible dispersion s'explique par l'existence d'une couche mince de très faible épaisseur sur le substrat. Cette dispersion se caractérise par un décalage de fréquence par rapport au milieu semi infini de silicium dont la vitesse de phase (pente de la courbe (F,k)) est constante et indépendante de la fréquence.

Les écarts de fréquences sont calculés pour tous les nombres d'onde et représentés à la figure IV.42.

Le décalage de fréquences entre les courbes de dispersion expérimentales de Cr/Si et du silicium semi-infini théorique pour $k = 1.47 \times 10^6 m^{-1}$ avoisinent $\Delta F = -81$ MHz, ce qui correspond à une épaisseur de la couche de Chrome de $h=85.76$ nm (figure IV.44). Cette courbe est déterminée à partir de l'étude numérique de la variation de la pente des courbes de dispersion en fonction de la variation de l'épaisseur de la couche, présentée à la figure IV.43.

A partir de l'approche numérique développée et du dispositif expérimentale employé, il est donc possible de mesurer des épaisseurs inférieures à 100 nm dans la bande de fréquences [0-1GHz].

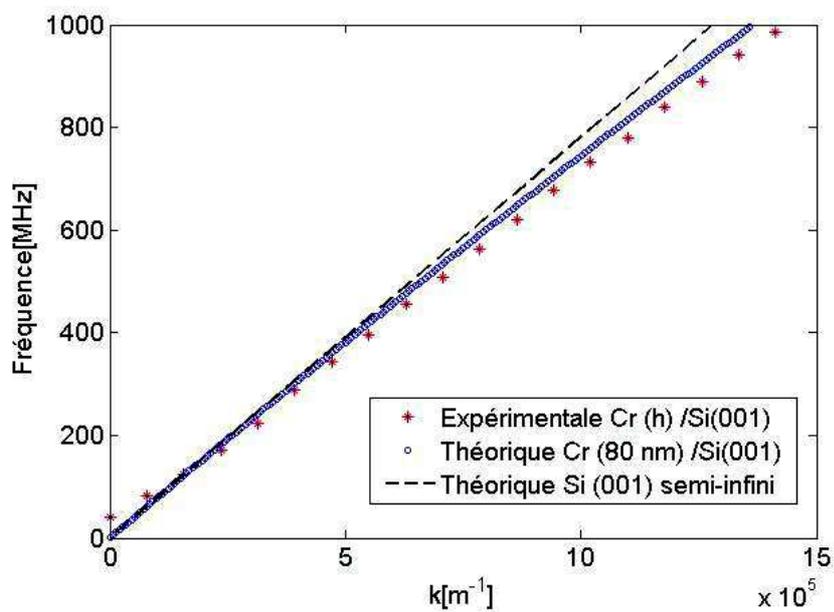


FIGURE IV.41 – Les courbes de dispersion théorique et expérimentale de (Cr/Si) calibrés.

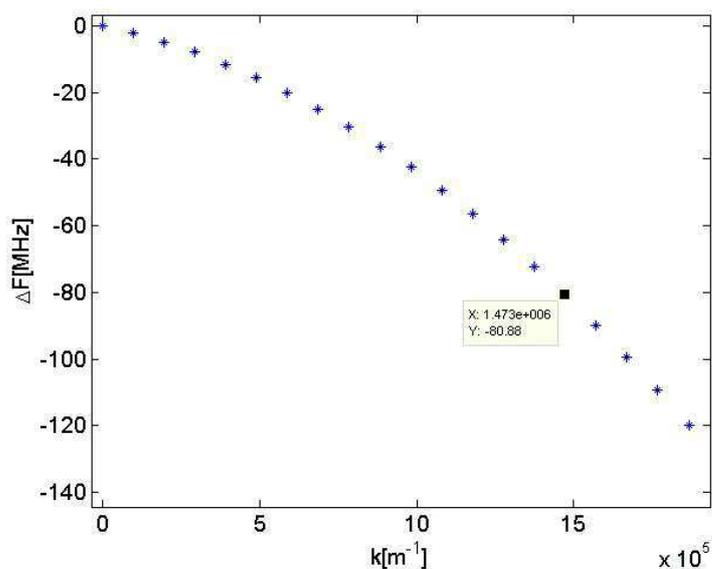


FIGURE IV.42 – Variations du décalage en fréquence obtenu entre les mesures de (Cr/Si) et (Si) semi-infini en fonction des nombres d'onde.

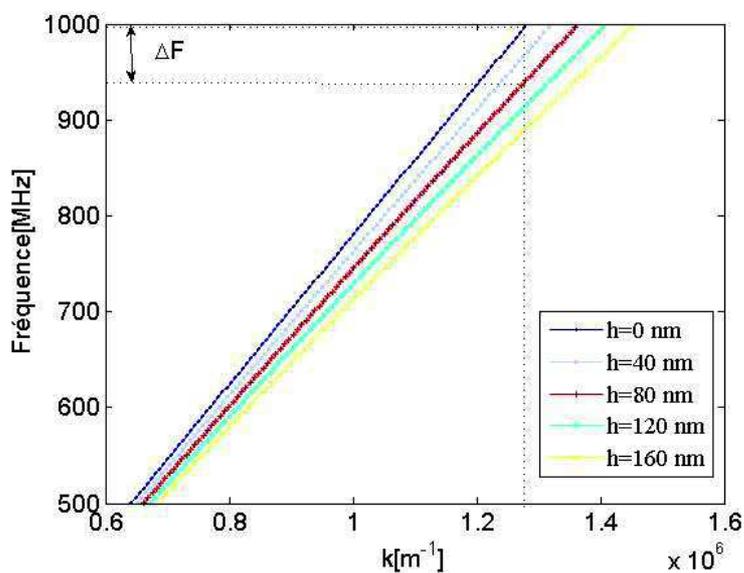


FIGURE IV.43 – Variation de nombre d'onde k_i par rapport $k_r e f$ lors l'augmentation de l'épaisseur.

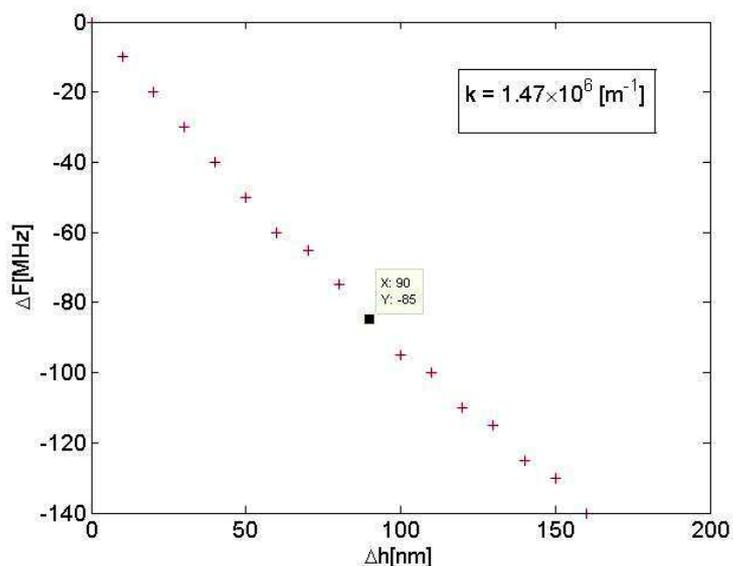


FIGURE IV.44 – Variation du décalage de fréquences en fonction de l'épaisseur de la couche de chrome pour $k = 1.47 \times 10^6 \text{m}^{-1}$.

IV.6 Conclusion

Dans ce chapitre, la caractérisation par ultrason-laser de structures de type multicouche sur substrat a été étudiée.

Dans un premier temps, ont été examinés les différents paramètres pouvant influencer sur la dispersion de l'onde de Rayleigh. Dans un deuxième temps, les résultats expérimentaux obtenus par application de la méthode "Matrix Pencil" sur les différentes mesures effectuées ont été présentés. En faisant correspondre les courbes de dispersion numériques et expérimentales en basse fréquences, le pas d'échantillonnage spatial a été corrigé, ce qui a permis à partir des hautes fréquences d'estimer l'épaisseur du dépôt.

Bibliographie

- [1] D. Royer, 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] M. Bruneau, C. Potel, *Matériaux et acoustique - Tome 1, Propagation des ondes acoustiques 1*
- [4] D. Royer et E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée*
- [5] G. M Crean, A. Waintal, *Average Rayleigh-Wave Velocity of a Computer-Simulated Crystallographic Plane*, J. Appl. Cryst., Vol.19, pp. 181-187, 1986.
- [6] 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.
- [7] J. J. Wortman, R. A. Evans, *Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium*, Journal of Applied Physics, vol. 36, 1965.
- [8] 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.
- [9] B. A. Auld, *Acoustic Fields and Waves in Solids*, Vol.1, Wiley-Interscience, New York, 1973.

- [10] A. Trzaskowska, S. Mielcareka, B. Graczykowska, B. Mroza, P. Patokab, M. Giersigb, *The effect of nickel nanostructure on surface waves propagation in silicon support*, Journal of Alloys and Compounds 527, 96– 100, 2012.
- [11] 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.
- [12] R.G. Pratt, T.C. Lim, *Acoustic Surface Wave on Silicon*, App. Phys. Lett., vol. 15, p. 403, 1969.
- [13] R. F. S. Hearmon, *in Crystal and Solid State Physics, Landolt-Börnstein, New Series, Group III*, Springer, Berlin, vol. 29, pp. 1–709, (1992).
- [14] J. A. Nelder et R. Mead, *A simplex method for function minimization*, Comput. J. Vol.7 p. 308, 1965.
- [15] M.C. Benoudia, *Interdiffusion et déformations dans des multicouches Cu/Ni et Mo/V : Diffraction des rayons X et simulation de la cinétique*, Thèse de Doctorat, Université Paul Cezanne, Discipline : Matériaux, Microélectronique et Nanosciences, 2009.
- [16] <http://www.crct.polymtl.ca/>. *Scientific Group Thermodata Europe, Database, (revised 2004)*.
- [17] V.T. Heumann, K.J. Grundhoff *Z. Metallk.* 63, 173 (1972).
- [18] Y. Iijima, K. Hirano, M. Kikuchi, *Trans. Japan Inst. Met.* 23, 19 (1982)
- [19] S. G. Epstein, O. N. Carlson, *Acta Metal.*, 13, 487-491 (1965).
- [20] F. Lefevre, F. Jenot, M. Ouafthouh, 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.
- [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] Y. Hua, T.K. Sarkar, *Matrix pencil method for estimating parameters of exponentially damped/undamped sinusoids in noise*, Acoustics, Speech and Signal Processing IEEE Transactions on, vol. 38, N. 5, p. 814-824, 1990.

- [23] T.K. Sarkar, F. Hu, Y. Hua, M. Wicks, *A real-time signal processing technique for approximating a function by a sum of complex exponentials utilizing the matrix-pencil approach*, Digital Signal Processing. vol. 4, N. 2, p. 127-140, 1994.
- [24] D.C. Gold, *Rayleigh wave Propagation on Anisotropic (Cubic) media*, Physical Review, Vol. 104, N. 6, 1956.
- [25] D.C. Gazis, R. Herman, R.F. Wallis, *Surface Elastic Waves in Cubic Crystals*, Physical Review, Vol. 119, N. 2, 1960.
- [26] 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.
- [27] D. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 88th Edition, Dr. David Lide*.

Conclusion générale

L'évolution continue de l'ingénierie d'élaboration des couches minces conduit à la construction de nouveaux matériaux très complexes, au niveau de leur structure, leur géométrie, leurs propriétés mécaniques, électriques. Leurs performances doivent être maîtrisées et optimisées dans le but de remplir une fonction applicative dans des dispositifs électroniques innovants. Les nouveaux matériaux appelés FGM, caractérisés par une variation continue des propriétés mécaniques à travers leur épaisseur appartiennent à cette catégorie de matériaux complexes. Ils sont assimilés à un système stratifié ou multicouche. Les travaux présentés dans ce mémoire ont été consacrés à l'étude de ce type de structure par les ondes ultrasonores.

La mise en œuvre d'une approche numérique a permis l'étude de la propagation des ondes acoustiques de surface dans des hétéro-structures couches/substrat dont le caractère fonctionnel est traduit par l'existence d'une variation continue des caractéristiques du film en profondeur. Dans un premier temps, l'approche numérique, basée sur les méthodes ODE et SMM, a été appliquée sur une homostructure de plaque de céramique piézoélectrique PZT-4D et à une hétérostructure film/substrat PZT-4D/SiO₂.

Il s'agit d'analyser la réponse du système pour différentes configurations électriques (l'axe six piézoélectrique parallèle ou normal à la direction de guidage) et aussi pour différentes conditions électriques, circuit ouvert et court circuit. L'approche a été étendue à l'investigation des effets liés à l'apparition de gradients électrique et mécanique dus à la variation de la température lors de l'élaboration du matériau. L'analyse numérique a permis de voir pour la première fois l'effet d'une évolution des propriétés mécanique et électrique créée par un gradient de température à l'intérieur du matériau sur la propagation des ondes acoustiques surfaciques. L'influence sur le coefficient de couplage électromécanique a également été étudiée. La validation expérimentale des modèles numériques a été effectuée sur un système FGM réel dont le gradient est créé cette fois-ci par une variation de composition. Les matériaux élaborés sont basés sur un bicouche de cuivre /nickel sur un substrat de silicium. Le FGM, a été réalisé par l'insertion d'une couche d'alliage de constantan (55%Cu + %45 Ni) entre les deux matériaux constituant le bicouche. L'élaboration a été menée

par la méthode de pulvérisation cathodique dans la salle blanche du LAUM.

La caractérisation de ces systèmes a été réalisée par une technique basée sur les ultrasons laser qui permet la génération et la détection des ondes de surface dans une gamme de fréquences allant jusqu'à 1 GHz.

Les relations dispersives ont été déterminées à partir des mesures expérimentales à partir de la méthode plus robuste, récente, appelée "Matrix Pencil" qui permet de déterminer l'ensemble des modes qui composent un signal de déplacement d'une onde acoustique se propageant à la surface du matériau. Les courbes de dispersion expérimentales ont été obtenues pour les différents systèmes élaborés : bicouche et tricouche déposés sur un substrat de silicium avec deux orientations cristallographiques (100) et (111) et aussi pour différentes directions de propagation. Le but de ces études a été la mise en évidence de l'influence des paramètres du substrat et des couches minces sur la dispersion du premier mode de Rayleigh.

La méthode Matrix-Pencil ouvre la voie à l'évaluation de l'amortissement des modes par le biais de la connaissance de la partie imaginaire des fréquences. L'analyse numérique menée, basée sur l'utilisation de la méthode de la matrice de raideur, qui assure une bonne stabilité de calcul pour les hautes fréquences nous invite à étudier dans un futur proche des FGM fabriqués à partir d'un nombre élevé d'alliages.

Annexe A

Méthode ODE

La méthode employée dans notre étude théorique est celle des équation différentielles ordinaires (ODE). On procède dans cet annexe au développement de cette méthode, partant de la loi de Hooke pour un milieu non piézoélectrique : $T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k}$

Développons cette équation en posant :

$$\begin{aligned} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} &= u_{1,1}, \quad \frac{\partial u_2}{\partial x_1} = u_{2,1}, \quad \frac{\partial u_3}{\partial x_1} = u_{3,1}, \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_3} &= u_{1,3}, \quad \frac{\partial u_2}{\partial x_3} = u_{2,3}, \quad \frac{\partial u_3}{\partial x_3} = u_{3,3}. \end{aligned}$$

Rappelons que (x_1, x_2, x_3) représentent les axes de la base de travail. La propagation est dans le plan sagittal (x_1, x_3) , alors $\frac{\partial u_i}{\partial x_2} = 0$ et $\frac{\partial T_{ij}}{\partial x_2} = 0$ on obtient :

$$\begin{aligned} T_{11} &= C_{1111}u_{1,1} + C_{1112}u_{2,1} + C_{1113}u_{3,1} + C_{1131}u_{1,3} + C_{1132}u_{2,3} + C_{1133}u_{3,3}, \\ T_{21} &= C_{2111}u_{1,1} + C_{2112}u_{2,1} + C_{2113}u_{3,1} + C_{2131}u_{1,3} + C_{2132}u_{2,3} + C_{2133}u_{3,3}, \\ T_{31} &= C_{3111}u_{1,1} + C_{3112}u_{2,1} + C_{3113}u_{3,1} + C_{3131}u_{1,3} + C_{3132}u_{2,3} + C_{3133}u_{3,3}, \\ T_{13} &= C_{1311}u_{1,1} + C_{1312}u_{2,1} + C_{1313}u_{3,1} + C_{1331}u_{1,3} + C_{1332}u_{2,3} + C_{1333}u_{3,3}, \\ T_{23} &= C_{2311}u_{1,1} + C_{2312}u_{2,1} + C_{2313}u_{3,1} + C_{2331}u_{1,3} + C_{2332}u_{2,3} + C_{2333}u_{3,3}, \\ T_{33} &= C_{3311}u_{1,1} + C_{3312}u_{2,1} + C_{3313}u_{3,1} + C_{3331}u_{1,3} + C_{3332}u_{2,3} + C_{3333}u_{3,3}. \end{aligned}$$

Le vecteur d'état pour un milieu non piézoélectrique est

$$\xi = \begin{pmatrix} U \\ T \end{pmatrix},$$

où $U = [u_1 u_2 u_3]^T$ et $T_{i3} = [T_{13} T_{23} T_{33}]^T$ sont respectivement les déplacements particuliers et le vecteur décrivant les contraintes interfaciales. L'exposant $(^T)$ représente l'opérateur transposé. Les six équations développées T_{i1} et T_{i3} peuvent être mises alors sous forme

matricielle :

$$\begin{pmatrix} T_{i1} \\ T_{i3} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \Gamma_{11} & \Gamma_{13} \\ \Gamma_{31} & \Gamma_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U_{,1} \\ U_{,3} \end{pmatrix}, \quad (\text{A.1})$$

avec :

$$\Gamma_{11} = \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1121} & C_{1131} \\ C_{2111} & C_{2121} & C_{2131} \\ C_{3111} & C_{3121} & C_{3131} \end{pmatrix}, \quad \Gamma_{13} = \begin{pmatrix} C_{1113} & C_{1123} & C_{1133} \\ C_{2113} & C_{2123} & C_{2133} \\ C_{3113} & C_{3123} & C_{3133} \end{pmatrix}, \quad (\text{A.2})$$

$$\Gamma_{31} = \begin{pmatrix} C_{1311} & C_{1321} & C_{1331} \\ C_{2311} & C_{2321} & C_{2331} \\ C_{3311} & C_{3321} & C_{3331} \end{pmatrix}, \quad \Gamma_{33} = \begin{pmatrix} C_{1313} & C_{1323} & C_{1333} \\ C_{2313} & C_{2323} & C_{2333} \\ C_{3313} & C_{3323} & C_{3333} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.3})$$

Développons la deuxième ligne du système (A.1) avec $\frac{\partial}{\partial x_1} = ik_1$, on obtient trois équations qui relient les déplacements u_i , et les contraintes T_{i3} :

$$\frac{\partial U}{\partial x_3} = i \begin{pmatrix} -k_1 \Gamma_{33}^{-1} \Gamma_{31} & -i \Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix} \xi. \quad (\text{A.4})$$

En intégrant l'expression de déplacement pour une couche (A.6) aux équations du système de mouvement (A.7), on obtient trois équations à six variables (u_i, T_{i3}) (A.8) :

$$\vec{u} = \sum_{n=1}^6 \vec{u}^n, \quad (\text{A.5})$$

$$\vec{u} = \sum_{n=1}^6 u_n^0 P_n e^{ik_3^2 x_3} e^{i(k_1 x_1 - \omega t)}, \quad (\text{A.6})$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_j \partial x_k}. \quad (\text{A.7})$$

$$\begin{cases} \frac{\partial T_{13}}{\partial x_3} = -\rho \omega^2 u_1 - \frac{\partial T_{11}}{\partial x_1} \\ \frac{\partial T_{23}}{\partial x_3} = -\rho \omega^2 u_2 - \frac{\partial T_{21}}{\partial x_1} \\ \frac{\partial T_{33}}{\partial x_3} = -\rho \omega^2 u_3 - \frac{\partial T_{31}}{\partial x_1} \end{cases} \quad (\text{A.8})$$

avec $\frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = -\omega^2 u_i$.

Ce système peut être contracté en utilisant les vecteurs U , T et $T' = T_{i1}$ comme suit :

$$\frac{\partial T}{\partial x_3} = -\rho\omega^2 I' U - \frac{\partial T'}{\partial x_1} \quad (\text{A.9})$$

$$\text{avec : } I' = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}.$$

En exprimant le vecteur T' en fonction des matrices Γ_{ik} et en utilisant l'équation (A.4) nous obtenons le système de trois équations :

$$\frac{\partial T}{\partial x_3} = i \begin{pmatrix} -i(\Gamma_{11} - \Gamma_{13}\Gamma_{33}^{-1}\Gamma_{31})k_1^2 + i\rho\omega^2 I' & -ik_1\Gamma_{13}\Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix} \xi \quad (\text{A.10})$$

En regroupant les systèmes (A.4) et (A.10), le tenseur fondamental acoustique A peut être écrit, pour un milieu non piézoélectrique, comme suit

$$A = \begin{pmatrix} -k_1\Gamma_{33}^{-1}\Gamma_{31} & -i\Gamma_{33}^{-1} \\ -i(\Gamma_{11} - \Gamma_{13}\Gamma_{33}^{-1}\Gamma_{31})k_1^2 + i\rho\omega^2 I' & -ik_1\Gamma_{13}\Gamma_{33}^{-1} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.11})$$

Annexe B

Méthode de la matrice de transfert

Soit N couches homogènes superposées comme sur la figure B.1. Le contact entre les différents éléments de la structure est considéré comme parfait. La numérotation des différentes couches et interfaces se fait à partir de la surface du substrat.

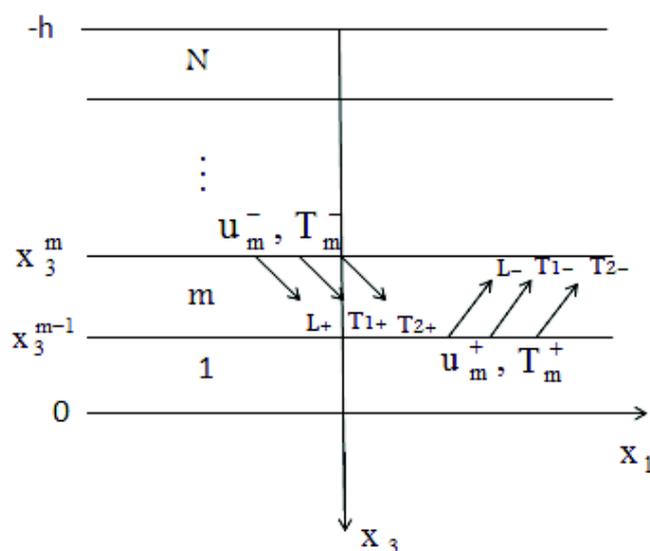


FIGURE B.1 – Représentation des ondes partielles montantes et descendantes se propageant à l'intérieur de chaque couche.

La méthode de la matrice de transfert consiste à construire une matrice carrée, notée S , qui relie les propriétés de la surface (x_3^{m-1}) d'une couche à l'autre surface (x_3^m) .

La propagation au sein d'une couche anisotrope est caractérisée par la génération d'ondes planes longitudinales et transversales. Elle se propagent vers les x_3 négatifs ou vers les x_3 positifs. Six ondes sont donc présentes dans chaque couche : une onde (quasi) longitudinale et deux (quasi) transversales se propageant vers les x_3 négatifs, ainsi qu'une onde (quasi) longitudinale et deux (quasi) transversales se propageant vers les x_3 positifs.

La matrice de transfert S^m reliant les déplacements et les contraintes de la surface $x_3 = x_3^m$ à la surface $x_3 = x_3^{m-1}$ est définie par :

$$\begin{pmatrix} u_m^- \\ T_m^- \end{pmatrix} = S^m \begin{pmatrix} u_m^+ \\ T_m^+ \end{pmatrix}, \quad (\text{B.1})$$

avec u_m^- et T_m^- les déplacements et les contraintes en haut de la couche et ceux en bas u_m^+ et T_m^+ tels que

$$\begin{pmatrix} u_m^- \\ T_m^- \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ D^+ & D^- H^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}, \quad (\text{B.2})$$

et

$$\begin{pmatrix} u_m^+ \\ T_m^+ \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} P^+ H^+ & P^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_m^+ \\ A_m^- \end{pmatrix}. \quad (\text{B.3})$$

La matrice de transfert s'écrit alors :

$$S_m = \begin{pmatrix} P^+ & P^- H^- \\ D^+ & D^- H^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P^+ H^+ & P^- \\ D^+ H^+ & D^- \end{pmatrix}^{-1}, \quad (\text{B.4})$$

avec $P^\pm = (P_1^\pm, P_2^\pm, P_3^\pm)$ les matrices (3×3) de polarisation, $D^\pm = (d_1^\pm, d_2^\pm, d_3^\pm)$ les matrices (3×3) des contraintes et H^\pm les matrices diagonales (3×3) de déphasage qui s'écrivent sous la forme suivante :

$$H^+ = \text{Diag}(e^{ik_3^{+1}h_m}, e^{ik_3^{+2}h_m}, e^{ik_3^{+3}h_m}),$$

$$H^- = \text{Diag}(e^{ik_3^{-1}h_m}, e^{ik_3^{-2}h_m}, e^{ik_3^{-3}h_m}).$$

Annexe C

Transformée de Fourier à deux dimensions

L'analyse fréquentielle des signaux est classiquement réalisée par la transformée de Fourier à deux dimensions (temps et espace).

Le déplacement normal à la surface $u(x_1, t)$ d'une onde de surface se propageant dans l'échantillon suivant la direction x_1 peut se mettre sous la forme suivante :

$$u(x_1, t) = A(\omega) \exp(i(kx_1 - \omega t)), \quad (\text{C.1})$$

où $A(\omega)$ représente l'amplitude de l'onde, qui dépend de la pulsation ω et k . 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 x_1 . En appliquant la transformée de Fourier (TF-2D) sur les données spatio-temporelles $u(x_1, t)$, on a accès au module de l'amplitude spectrale $|u(k, \omega)|$ dans le domaine (k, ω) :

$$u(k, \omega) = \iint u(x_1, t) \exp(-i(kx_1 - \omega t)) dx_1 dt. \quad (\text{C.2})$$

Le tracé des résultats de l'équation C.2, dans le domaine nombre d'onde-fréquence (k, ω) permet de visualiser les courbes de dispersion directement.

Annexe D

Méthode ”Matrix-Pencil”

Le signal vibratoire $u(x_1, t)$ réel résulte de la superposition de plusieurs modes de vibrations, observés dans le temps pendant une durée T et contenant de bruit. Soit $u(k, t)$ sa transformée de Fourier par rapport à la variable d'espace x_1 :

$$u(k, t) = \sum_n A_n(k) \exp(i\omega_n(k)t) + \text{bruit}. \quad (\text{D.1})$$

Dans l'expression D.1, les pulsations complexes ω_n et les amplitudes complexes A_n sont les inconnues à déterminer. Le paramètre n correspond au nombre de modes recherchés ($1 \leq n \leq M$).

La méthode du ”Matrix-Pencil” (MP) détermine de manière plus robuste que la méthode spectrale les fréquences et les amplitudes complexes de la composition en modes propres donnée par l'équation D.1.

Le signal $u(k, t)$ est échantillonné sur N points : $u(k, t) = [u(k, t_1), u(k, t_2), \dots, u(k, t_N)]$ avec une période d'échantillonnage T_e et $t_i = (i - 1)T_e$.

Pour un nombre d'onde fixe k et à $t=t_i$, le signal vibratoire s'écrit $u(k, t_i) = u_i$.

A partir du signal $u(k, t)$ échantillonné, on construit les deux matrices de Hankel X_1 et X_2 :

$$X_1 = \begin{pmatrix} u_1 & u_2 & \dots & u_L \\ u_2 & u_3 & \dots & u_{L+1} \\ \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ u_{N-L} & u_{N-L+1} & \dots & u_{N-1} \end{pmatrix}, \quad (\text{D.2})$$

et

$$X_2 = \begin{pmatrix} u_2 & u_3 & \dots & u_{L+1} \\ u_3 & u_4 & \dots & u_{L+2} \\ \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ u_{N-L+1} & u_{N-L+2} & \dots & u_N \end{pmatrix}. \quad (\text{D.3})$$

Le paramètre L est appelé paramètre de Pencil, il fixe les dimensions des matrices, et permet de mieux estimer le signal en présence de bruit. On doit avoir $M \leq L \leq N - M$. D'après Sarkar *et al.*(ref.23 CH.IV), la valeur de L qui minimise la variance de l'estimation des fréquences doit être telle que :

$$\frac{N}{3} \leq L \leq \frac{N}{2}. \quad (\text{D.4})$$

Une alternative est d'utiliser la décomposition en valeurs singulières (SVD) de la matrice X_1 qui est de la forme suivante :

$$X_1 = U\Sigma V^T, \quad (\text{D.5})$$

avec U et V deux matrices aux colonnes orthogonales et Σ une matrice diagonale contenant les L valeurs singulières positives de X_1 triées par ordre décroissant.^T désigne l'opérateur transposé.

Chaque valeur singulière est associée à une fréquence. En particulier, les M fréquences du signal $u(t)$ sont associées aux M valeurs singulières les plus grandes. Les valeurs singulières associées aux fréquences présentes dans le bruit sont nettement plus faibles, ce qui permet de séparer le signal du bruit.

Considérons $\tilde{\Sigma} = \text{diag}(\sigma_1, \dots, \sigma_M)$ la matrice diagonale contenant seulement les M premières valeurs singulières de X_1 et soit \tilde{U} et \tilde{V} les matrices constituées uniquement des M premières colonnes de U et V , respectivement. Pour déterminer les fréquences du signal $u(k,t)$ pour un nombre d'onde donné, on résout le problème aux valeurs propres généralisées suivant :

$$(\tilde{U}^T X_2 \tilde{V})Y = \lambda \tilde{\Sigma} Y, \quad (\text{D.6})$$

où λ est une valeur propre et Y un vecteur propre de la matrice $(\tilde{U}^T X_2 \tilde{V} \tilde{\Sigma}^{-1})$ associé à λ avec

$$\lambda_n = \exp(i\omega_n T_e). \quad (\text{D.7})$$

Thèse de Doctorat

DAMMAK Yosra

Caractérisation numérique et expérimentale par ultrasons de matériaux à gradient fonctionnel

Characterization of Functionally Graded Material by Ultrasonic signals

Résumé

Ce travail porte sur l'étude de structures multicouches à gradient de propriétés (FGM : Functionally Graded Materials). Ces matériaux sont apparus afin d'obtenir des dépôts aux caractéristiques nouvelles et innovantes. Les FGM sont désormais présents dans divers applications de haute technologie. Un système multicouche à gradient de composition entre le cuivre et le nickel, a fait l'objet d'une étude expérimentale par l'application de la technique des ultrasons laser (LU) couplée à une étude numérique basée sur le formalisme de Stroh et la méthode de la matrice de raideur. Le travail de thèse est organisé autour de quatre chapitres. Le premier chapitre est dédié à l'aspect théorique de la propagation des ondes de surface dans une structure multicouche et à gradient de propriétés. Ainsi, un développement des méthodes numériques pour les matériaux dotés de la piézoélectricité est fourni. Le second chapitre se consacre à l'élaboration des échantillons utilisés dans notre étude et obtenus par pulvérisation cathodique. Le troisième chapitre présente la méthode opto-acoustique utilisée pour caractériser les échantillons réalisés. Le dernier chapitre présente les résultats expérimentaux, confrontés aux résultats théoriques, décrivant le comportement dispersif des multicouches submicrométriques.

Mots clés

FGM, Multicouche, Ultrasons laser, Matrice de raideur, Onde acoustique de surface (SAW)

Abstract

This thesis focuses on the study of multilayered and FGM systems (FGM : Functionally Graded Materials). The main purpose of this type of materials is to obtain deposits with new and innovative features and to increase the fracture toughness. From now on, FGM have been used in various high technology applications. A multilayer system with a composition gradient of copper and nickel was studied experimentally by the application of the laser ultrasonics (LU) technique which was coupled to a theoretical study based on the ordinary differential equations (ODE) and the Stiffness Matrix Method (SMM). This PhD thesis is organized around four chapters. The first chapter is dedicated to a theoretical study of the propagation behavior of surface acoustic wave (SAW) in a multilayer system with à gradient of properties. Thus, the numerical methods developed for the piezoelectric materials (FGPM) are presented. The second chapter is devoted to describe the setup for making the samples used in this study which were obtained by sputtering technique. The third chapter presents the experimental study dedicated to the measurement of surface wave velocities in many crystal orientations. The last chapter of the manuscript presents experimental results, compared to the theoretical results, describing the dispersive behavior of submicrometer multilayers.

Key Words

FGM, Multilayer, Laser Ultrasonics, Stiffness Matrix, Surface Acoustic wave (SAW)