

**Thèse de doctorat
Pour obtenir le grade de Docteur de
l'UNIVERSITÉ POLYTECHNIQUE HAUTS-DE-FRANCE
et l'INSA HAUTS-DE-FRANCE**

Spécialité : Acoustique

Présentée et soutenue par Tahar KADI.

Le 15/06/2021, à Valenciennes

Ecole doctorale :

Sciences Pour l'Ingénieur (ED SPI 072)

Equipe de recherche, Laboratoire :

Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie - Département Opto-Acousto-Electronique (IEMN DOAE – UMR 8520)

Contribution au développement d'une méthode à ondes acoustiques de surface hautes fréquences dédiée à la caractérisation ultrasonore des structures à couches minces et au silicium mésoporeux

JURY

Président du jury

- Wilkie-Chancellier, Nicolas. Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise.

Rapporteurs

- Le Clézio, Emmanuel. Professeur à l'Université de Montpellier.
- Bentahar, Mourad. Maître de Conférences, HDR, à l'Université du Maine (le Mans).

Examineurs

- Wilkie-Chancellier, Nicolas. Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise.
- Callens, Dorothee. Maître de conférences à l'Université Polytechnique Hauts-de-France.

Co-directeur de thèse :

- Duquennoy, Marc. Professeur à l'Université Polytechnique Hauts-de-France.
- Ouaftouh, Mohammadi. Professeur à l'Université Polytechnique Hauts-de-France.

Membres invités

- Aassime, Abdelhanin. Docteur, IR, C2N, Université Paris-Saclay.
- Smagin, Nikolay. Docteur, IR, IEMN, Université Polytechnique Hauts-de-France.

Remerciements

Ce travail a été effectué à l'Institut d'Électronique de Microélectronique et de Nanotechnologie - Département Opto-Acousto-Electronique (IEMN-DOAE) à l'Université à l'Université Polytechnique Hauts-de-France (UPHF). Ce département a été dirigé successivement par Messieurs les Professeurs J. Assad et M. Ouaftouh. Je les remercie de m'avoir accueilli au sein de ce laboratoire afin d'y réaliser ce projet.

J'exprime ma profonde gratitude à mes directeurs de thèse M. Duquennoy et M. Ouaftouh, professeurs à l'Université Polytechnique Hauts-de-France (UPHF). Ils ont été pour moi des guides efficaces et je leur dois beaucoup pour les précieux conseils qu'ils m'ont donnés, en particulier lors de la lecture critique de mon manuscrit. Je leur adresse tous mes sincères respects pour leur professionnalisme, leur disponibilité, leur patience et leur grande gentillesse. L'alliance de leur rigueur et de leur sympathie ont grandement participé à rendre mon passage à l'IEMN-DOAE aussi formateur qu'agréable. Je n'oublierai jamais leur contribution scientifique à ces travaux, mais aussi les discussions variées et tout aussi enrichissantes que nous avons échangées.

Mes remerciements vont également à Messieurs E. Le Clézio et M. Bentahar qui ont accepté d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie également Monsieur N. Wilkie-Chancelier et Madame D. Callens d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je suis très reconnaissant envers N. Smagin (Ingénieur de recherche, IEMN-DOAE) qui m'a beaucoup aidé sur la partie expérimentale « plateforme interférométrique WAVESURF » et le traitement de données avec MATLAB. N. Smagin est apprécié de tous au sein du laboratoire tant pour ses qualités professionnelles que pour qualités humaines et notamment sa grande simplicité.

Un grand merci également au Pr K. Ziouche (Professeur, Université de Lille) pour la réalisation des échantillons de silicium poreux et les observations au MEB, A. Montagne (Maître de conférences, ENASM (Lille)) pour les mesures de nanoindentation, A. Aassime (Ingénieur de recherche, C2N) pour les échantillons d'îlots d'or et les clichés MEB, P. Tilmant pour la formation sur l'utilisation des équipements de salle blanche (lithographie) et H. Piombini (HDR, CEA le Ripault) pour les échantillons couches sol-gel. Une pensée me vient également pour toutes les personnes avec lesquelles j'ai eu l'occasion de travailler à l'IEMN-DOAE, F. Rivart, L. Dupond, M. Toubal et biens d'autres.

Je pense également à mes collègues doctorants pour les très bonnes relations que nous avons entretenues au sein du DOAE voire ailleurs.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont contribué, d'une manière ou d'une autre, à l'enrichissement et au bon déroulement de cette thèse. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Table des matières

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre 1 : Couches minces et revêtements de surface : généralités, applications et méthodes de caractérisation destructives et non destructives

1.1	Introduction.....	7
1.2	Revêtements et couches minces	7
1.3	Les propriétés des couches minces	9
1.4	Quelques applications de couches minces	9
1.4.1	Couches de protection contre la corrosion et l'usure	10
1.4.2	Couches minces dans les composants et dispositifs électroniques.....	10
1.4.3	Couches minces pour l'optique	12
1.4.4	Couches minces pour les capteurs	12
1.5	Méthodes d'élaboration de couches minces.....	13
1.5.1	Méthodes physiques	14
1.5.2	Méthode chimique	16
1.6	Outils et méthodes de caractérisation des couches minces	18
1.6.1	Méthodes de caractérisation destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces.....	18
1.7	Les méthodes non destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces	21
1.7.1	Quelques méthodes CND/END n'utilisant pas des ondes élastiques pour la caractérisation de couches minces.....	21
1.7.2	Méthodes CND/END utilisant des ondes élastiques ultrasonores pour la caractérisation des couches minces.....	26
1.8	Ondes acoustiques de surface induites par transducteurs interdigités hautes fréquences (IDT-HFSAW) employés pour le contrôle non destructif (CND) et pour la caractérisation des couches minces	33
1.9	Conclusion	35

Chapitre 2 : Propagation des ondes acoustiques de surface sur les structures de type couche sur substrat

2.1	Introduction.....	38
2.2	Rappels théoriques sur la mécanique des milieux continus	38
2.3	Rappel sur les ondes de volume en milieu infini	40
2.3.1	Les ondes de Rayleigh.....	43
2.3.2	Onde de Love.....	44
2.2	Intérêt de l'application des ondes de Rayleigh pour la caractérisation des couches minces.....	45
2.3	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans les structures de type couche sur substrat.....	47
2.3.1	Films et substrats isotropes (système monocouche)	47
2.3.2	Substrats anisotropes	51
2.4	Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh.....	52

2.3.1	Les différents modes de propagation de l'onde de Rayleigh	53
2.5	Conclusion	58

Chapitre 3 : Modélisation et fabrication de transducteurs interdigités hautes fréquences

3.1	Introduction.....	61
3.2	Génération des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh par les transducteurs interdigités (IDT).....	61
3.2.1	Principe de fonctionnement.....	61
3.2.2	Choix du matériau piézoélectrique.....	62
3.2.3	Propagation des ondes de Rayleigh dans le Niobate de Lithium.....	64
3.2.4	Effets secondaires et corrections possibles.....	66
3.2.4.1	Ondes de volumes.....	66
3.2.4.2	Diffraction.....	67
3.2.4.3	Réflexions.....	67
3.3	Principe de génération de la propagation des ondes acoustiques de surface.....	67
3.4	Transducteurs de type chirp : up-chirp et down-chirp	68
3.5	Modulation linéaire en fréquences	69
3.6	Modélisation des transducteurs interdigités larges bandes de fréquences	69
3.7	Types d'excitations utilisés pour modéliser et exciter les transducteurs interdigités large bande [90-210] MHz et [90-260] MHz	70
3.8	Caractéristiques géométriques (L, W) des transducteurs large bande modéliser	72
3.9	Micro fabrication des transducteurs interdigités (IDT) en large bande de fréquences.....	73
3.9.1	Introduction à la microfabrication des IDT.....	73
3.9.2	Réalisation du masque de lithographie	74
3.10	Etapes de fabrication des transducteurs	75
3.10.1	Nettoyage des substrats (LiNbO ₃).....	75
3.10.2	Dépôt de résine.....	75
3.10.3	L'insolation (exposition aux UV).....	76
3.10.4	Le développement.....	76
3.10.5	Dépôt de couches minces métalliques.....	76
3.10.6	Lift-off.....	77
3.10.7	Découpe et interconnexion.....	77
3.11	Caractérisation électrique des IDT	78
3.12	Caractérisation expérimentale des champs de déplacements générés par les transducteurs IDT	79
3.12.1	Dispositif expérimentale (plateforme WaveSurf).....	79
3.12.2	B-scan correspondant au déplacement de l'onde acoustique de surface (SAW).....	81
3.13	Influence de la configuration géométrique (L, W) sur la bande passante des transducteurs et l'amplitude des ondes acoustiques de surface (SAW) générées par les transducteurs	82
3.13.1	Transducteurs chirp linéaires [90-260] MHz.....	82
3.13.2	Transducteur chirp optimisé [90-260] MHz.....	84

3.14	Etude FEM de l'effet des électrodes sur la vitesse de l'onde acoustique de surface (SAW) dans les transducteurs interdigités	86
3.14.1	Etape de simulation.....	86
3.14.2	Résultats de simulation.....	88
3.15	Transfert des SAW sur les structures à caractériser	89
3.16	Conclusion	89

Chapitre 4 : Caractérisation ultrasonore des couches minces métalliques

4.1	Introduction	92
4.2	Méthodologie de caractérisation	92
4.3	Etude de l'influence des paramètres sur les courbes de dispersion théoriques	93
4.3.1	Effet de l'épaisseur de la couche mince	93
4.3.2	Influence des paramètres élastiques et la densité sur les courbes de dispersion.....	94
4.3.3	Effet de l'anisotropie du substrat	96
4.3.4	Effet des propriétés du film mince vis-à-vis des propriétés du substrat sur les courbes de dispersion	97
4.3.5	Effet du matériau du substrat – adaptation du substrat pour une caractérisation optimale de la couche.....	98
4.4	Caractérisation ultrasonore de couches minces d'or déposés sur un substrat de Silicium (111)	99
4.4.1	Présentation des échantillons réalisés	100
4.5	Mesure des vitesses d'ondes acoustiques de surface induites par un transducteur piézoélectrique sur des monocristaux de silicium	104
4.5.1	Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (111).....	105
4.5.2	Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (100).....	106
4.6	Les couches minces métalliques	107
4.6.1	Transfert de l'onde acoustique de surface générée par le transducteur interdigité vers l'échantillon à caractériser	108
4.6.2	Modélisation par éléments finis de la transmission de l'onde acoustique de surface (COMSOL MULTIPHYSICS ®)	109
4.7	Transformée de Slant-Stack	111
4.7.1	Paramètres de mesure optimaux (50 nm Au / Si (111))	115
4.7.2	Courbes de dispersion théorique pour les structures couche sur substrat (Au/ Si (111)).....	115
4.7.3	Influence du pas Δx avec L fixée.....	117
4.7.4	Influence de la longueur L avec Δx fixé.....	119
4.8	Gamme de fréquences utilisées lors des essais ultrasonores	121
4.8.1	Gamme de fréquences et dispersion du premier mode de Rayleigh (choix de la gamme de fréquences).....	122
4.8.2	Influence de l'épaisseur du film mince	123
4.9	Propagation des SAW le long de la direction [110] du plan (111) de Silicium - direction perpendiculaire au méplat	124
4.9.1	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20-125] MHz	124

4.9.2	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 – 260] MHz.....	126
4.9.3	Superposition des courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20 – 125] MHz et [90 – 260] MHz.....	127
4.10	Propagation des SAW le long de la direction [112] du plan (111) de Silicium - direction parallèle au méplat.....	128
4.10.1	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20-125] MHz	128
4.10.2	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz.....	129
4.10.3	Courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz.....	130
4.11	Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés élastiques des films minces d'or	130
4.11.1	Etapes de la procédure d'inversion	131
4.11.2	Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques pour l'ensemble des films minces d'or/Si(111) [110].....	133
4.12	Résultats d'inversion – direction de propagation [112]	136
4.12.1	Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques des films minces d'or/Si(111) [112] ...	136
4.13	Résultats de nanoindentation.....	137
4.14	Conclusion	139

Chapitre 5 : Caractérisation des couches métalliques ultraminces uniformes et déposées sous forme d'îlots

5.1	Introduction.....	142
5.2	Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques (Au, Ti, Cr) de 20 nm et 50 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW	143
5.3	Caractéristiques des échantillons.....	143
5.4	Optimisation des paramètres de balayage (L, Δx) pour l'obtention des courbes de dispersion dans la direction [110] pour les échantillons avec des couches de 20 nm et 50 nm de Chrome.....	145
5.4.1	Effet de la longueur du B-scan sur les courbes de dispersion	145
5.4.2	Effet du pas d'échantillonnage Δx sur une même distance de balayage L sur les courbes de dispersion	147
5.4.3	Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction [110] sur la bande de fréquences [90-260] MHz.....	148
5.4.4	Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction [112] sur la bande de fréquences [90-260] MHz	149
5.4.4.1	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces en Chrome dans les deux directions de propagation [110] et [112].....	150
5.4.5	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces de Titane dans les deux directions de propagation [110] et [112].....	154
5.4.6	Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques en Or de 20 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW	157
5.4.6.1	Résultats d'inversion – direction de propagation [110]	157

5.4.6.2	Résultats d'inversion – direction de propagation [112]	159
5.5	Les couches ultraminces discontinues déposées sous forme d'îlots sur la surface d'un substrat	161
5.6	Caractérisation ultrasonore par ondes acoustiques de surface de nanostructures déposées sous forme d'îlots sur un substrat	162
5.7	Travail expérimental.....	163
5.7.1	Méthode de dépôt d'îlots d'Or sur le substrat de silicium (100).....	163
5.7.1.1	Microscopie électronique à balayage (MEB)	165
5.8	Estimation de la densité effective et le module d'Young effectif des îlots d'Or avec la méthode IDT-HFSAW 166	
5.8.1	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6) ...	166
5.8.1.1	Estimation de la densité effective et du module d'Young effectif des îlots d'Or d'épaisseur 10 nm (E1)	167
5.8.1.1.1	Estimation du taux de porosité	170
5.8.1.2	Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6)	170
5.9	Traitement des images MEB avec le logiciel ImageJ.....	173
5.10	Conclusion	174

Chapitre 6 : Caractérisation dimensionnelle et mécanique par ondes acoustiques de surface (SAW) de revêtements sol-gel antireflets

6.1	Introduction.....	177
6.2	Le Laser Méga Joules (LMJ)	177
6.3	Préparation de couches minces sol-gel	179
6.3.1	Technique de dépôt.....	180
6.3.1.1	L'enduction centrifuge (Spin coating).....	180
6.3.1.2	Le trempage-retrait (Dip-coating).....	181
6.4	Propriétés antireflets d'une monocouche mince sol-gel	181
6.5	Post-traitement : Durcissement ammoniac.....	182
6.6	Configuration des échantillons réalisés par le CEA.....	183
6.6.1	Détermination des propriétés de la partie non revêtu du substrat (Es, vs)	186
6.6.2	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young des 4 couches minces antireflets déposés sur les faces des deux échantillons, E1 et E2.....	187
6.6.2.1	Discussion des résultats :.....	193
6.7	Conclusion	194

Chapitre 7 : Caractérisation des couches de silicium mesoporeux

7.1	Introduction.....	197
7.2	Introduction aux « films minces poreux ».....	197

7.3	Couches de Silicium mesoporeux	198
7.4	Morphologie du Silicium mésoporeux	199
7.4.1	Porosité.....	199
7.4.2	Epaisseur de la couche poreuse	201
7.4.3	Surface spécifique.....	201
7.4.4	Taille des cristallites.....	202
7.5	La morphologie	203
7.6	L'oxydation du silicium poreux	204
7.7	Méthodes de mesure des propriétés de la couche de silicium poreux	206
7.7.1	Microscopie électronique	206
7.7.2	Diffraction des rayons X.....	207
7.7.3	Spectroscopie Raman	207
7.7.4	Spectrométrie par ellipsométrie	208
7.7.5	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	208
7.7.6	Spectroscopie SLIM.....	208
7.7.7	Adsorption isotherme (BET)	208
7.8	Dispositif mis en œuvre au laboratoire (IEMN) pour l'élaboration de couches de silicium mésoporeux 210	
7.8.1	Cuve d'électrolyse	210
7.9	Fabrication des échantillons	211
7.9.1	Choix du substrat.....	212
7.9.2	Nettoyage des substrats.....	212
7.9.3	Description des différents échantillons réalisés	213
7.10	Caractérisation des propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches de silicium mesoporeux avec la méthode ultrasonore IDT-HFSAW	214
7.10.1	Courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons (SiP / Si (100))	215
7.10.2	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20 - 125] MHz	216
7.10.3	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 - 260] MHz	219
7.10.4	Superposition des courbes de dispersion mesurées dans la bande de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz	222
7.11	Présence d'un gradient de propriétés mécanique (porosité) dans les couche de SiP pour les échantillons E5, E6 et E7	224
7.12	Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés mécaniques des couches de silicium mésoporeux et du substrat de silicium (100)	225
7.12.1	Estimation du taux de porosité	227
7.12.2	Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7)	228
	Pour l'échantillon E7, la bande de fréquences utilisée ne permet pas de voir à quelle fréquence la vitesse des SAW est minimale. Pour faire estimer ses propriétés, on a fait l'hypothèse que la vitesse des SAW la plus faible est à 20 MHz. Les résultats obtenus doivent donc être pris avec précaution.	229
7.13	Caractérisation morphologique du silicium poreux	230
7.13.1	Taux de porosités des couches de silicium poreux	230

7.13.2	L'épaisseur des couches de silicium poreux	231
7.14	Caractérisation mécanique par nanoindentation de couches de Silicium poreux nanostructurées ..	233
7.14.1	Résultats et discussions.....	234
7.14.2	Evolution de la dureté des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité	236
7.14.3	Evolution du module d'Young des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité .	237
7.15	Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la nanoindentation (Module d'Young).....	239
7.16	Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la microscopie électronique à balayage (MEB) (Epaisseur)	240
7.17	Conclusion	241
Conclusion générale		242
Annexes.....		248
Références bibliographiques.....		254

Introduction générale

De nombreux domaines d'ingénierie utilisent la technologie des couches mince, et tout particulièrement l'industrie des semi-conducteurs représente une fraction importante dans leur utilisation. La fabrication de dispositifs en microélectroniques dépend entièrement de la capacité à déposer successivement des couches minces de matériaux selon des spécifications étroitement contrôlées. La miniaturisation continue de l'électronique dépend donc de la capacité à produire des couches minces à des facteurs d'échelle rétrécissants, mais nécessitant le même niveau de contrôle concernant la structure et les propriétés de la couche. Par conséquent, la mesure précise des paramètres des couches minces, à chaque étape de fabrication, est très importante pour le contrôle des structures utilisant des couches minces. Ceci est également le cas pour les couches minces utilisées en dehors de l'industrie des semi-conducteurs, la mesure précise des propriétés des films minces est généralement nécessaire pour valider leurs performances fonctionnelles. Dans d'autres domaines de l'industrie, les couches minces sont généralement utilisées comme moyen pour apporter des propriétés mécaniques, tribologiques ou optiques souhaitées à des matériaux dépourvus de telles qualités. Une des applications majeures d'un tel procédé concerne le revêtement des matériaux pour augmenter leur performance dans les environnements sévères. Un exemple répandu concerne la protection des aciers vis à vis de la corrosion pour qu'ils résistent en milieu marin. Cependant le même principe peut être appliqué dans des domaines comme la biotechnologie où les implants peuvent être recouverts de couches biocompatibles, en optique où les couches peuvent fournir une réflectance sélective de la lumière pour les optiques intelligentes. De manière générale, un matériau relativement bon marché avec des qualités moindres est significativement « renforcé » par l'ajout d'une couche mince, en lui permettant d'opérer en dehors de ses limites. La technologie des couches minces est donc un élément essentiel de l'ingénierie d'aujourd'hui et continuera à se développer à mesure que de nouveaux films plus complexes seront développés pour élargir la liste des applications. Bien que le dépôt de couches minces ne soit généralement pas effectué pour des raisons structurelles, la caractérisation mécanique de la couche est souvent souhaitée. La couche devient le point de contact physique avec l'environnement extérieur, que les propriétés mécaniques servent ou pas la qualité fonctionnelle recherchée, le comportement mécanique de la couche régira la fiabilité de la couche mince lors de sa mise en service. Par exemple, dans l'industrie des semi-conducteurs, les propriétés mécaniques des couches peuvent ne pas influencer leurs performances électriques ou thermiques, cependant un certain degré de fiabilité mécanique est généralement nécessaire pour résister aux étapes de polissage et d'emballage pendant la fabrication. Ainsi, la mesure précise des propriétés mécaniques des couches déposées à chaque étape est nécessaire pour développer les paramètres du post-traitement pour les étapes suivantes et la fonctionnalisation du produit final. Le principal défi de la caractérisation mécanique des couches minces est l'échelle à laquelle le test doit être effectué. À l'échelle micrométrique ou nanométrique, les techniques traditionnelles telles que les essais de traction ou de

flexion des poutres ne sont tout simplement pas réalisables. Adapter l'échelle de mesure de ces essais jusqu'à l'épaisseur de la couche peut sembler une solution viable en testant la couche sur un support, mais le résultat est inévitablement un couplage des propriétés mécaniques du substrat et de la couche mince. Afin de mesurer avec précision les propriétés mécaniques de la couche, soit le test doit être localisé sur la couche, soit il faut trouver un moyen de découpler l'influence du substrat sur les résultats. Un autre défi, en particulier pour les couches d'épaisseur nanométriques, est que les propriétés de la couche peuvent devenir significativement différentes de celles du matériau massif. Tout comme la dureté des matériaux massifs peut varier en fonction de la taille des grains, les films minces peuvent présenter un comportement différent à des épaisseurs décroissantes. Considérant que la fabrication de semi-conducteurs est désormais effectuée avec des épaisseurs de couches de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, il est nécessaire d'avoir une large compréhension du comportement des matériaux à cette échelle pour obtenir une mesure précise des propriétés de la couche mince. Les défis ci-dessus mettent en évidence la difficulté de caractérisation basée sur des contraintes géométriques (épaisseur, nanostructure). Cependant, une autre contrainte gênante peut émerger de la morphologie de la couche mince. Essayer de mesurer les propriétés à l'échelle de la couche mince pour les structures complexes peut être une tâche difficile étant donné que l'échelle d'unité de construction du matériau peut être du même ordre que l'outil de test. Ainsi, une mesure locale ne peut pas être nécessairement précise pour prédire les propriétés de la couche mince. Les films minces poreux et les dépôts sous forme de plots (îlots) sont de bons exemples de ce type de structures et quelques-unes de leurs propriétés seront détaillées plus loin dans les chapitres 5 et 7.

Il existe plusieurs techniques de caractérisation de couches minces, mais la nanoindentation est de loin la plus utilisée car l'échantillon ne nécessite pas une préparation particulière, rapide, et peut tester divers types de couches minces. La technique est essentiellement un test de macro-indentation impliquant le test de l'échantillon par une pointe de diamant tranchante. Cependant, contrairement aux tests à grande échelle, les propriétés élastiques peuvent être mesurées à partir de la réponse élastique initiale du segment de déchargement et la précision de mesure est dépendante de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans la couche. Par ailleurs, la rigidité de la couche vis-à-vis de la rigidité du substrat est à prendre en compte. Une alternative de caractérisation non destructive concerne l'utilisation de méthodes ultrasonores. Dans ce travail de thèse nous avons privilégié l'utilisation d'ondes acoustiques de surface (SAW). Pour les structures en couches telles que les couches minces sur des substrats, le comportement des SAW devient dispersif car les propriétés mécaniques du substrat et de la couche sont différentes. En d'autres termes nous cherchons à déterminer les variations des vitesses de phase des ondes de surface de type Rayleigh dans des structures de type couche sur substrat pour obtenir, par inversion, une caractérisation des couches minces. L'excitation large bande de fréquences des SAW sera assurée par des transducteurs IDT larges bandes, ainsi nous nommerons par la suite cette méthode ultrasonore de caractérisation : méthode IDT-HFSAW.

Au premier chapitre, après avoir présenté un bref rappel sur les couches minces, nous présenterons quelques exemples d'applications aussi bien pour l'électronique que pour l'optique. Ensuite, nous aborderons les principales méthodes de caractérisation en particulier celles qui permettent d'obtenir les caractéristiques mécaniques (module de Young et coefficient de Poisson) mais aussi l'épaisseur des couches. Nous nous attarderons plus particulièrement sur les méthodes non destructives les plus courantes. Enfin, nous terminerons le premier chapitre en précisant l'intérêt de l'exploitation de la dispersion des ondes acoustiques de surface hautes fréquences induites par transducteurs interdigités (IDT-HFSAW) sur une large bande de fréquences.

Au second chapitre, dans un premier temps, quelques rappels théoriques sur la mécanique des milieux continus dans le domaine élastique seront donnés. Ensuite sera abordée la description des caractéristiques des ondes de volumes et des ondes guidées, en particulier les SAW, qui se propagent dans les structures de type couche sur substrat. Dans la deuxième partie, un bref rappel sera fait sur la propagation des ondes ultrasonores dans le cas d'un milieu homogène et isotrope. Les équations fondamentales de l'acoustique seront rappelées et nous étudierons, à l'aide d'un programme développé au laboratoire, l'influence que peuvent avoir les différents paramètres d'une structure composée d'une couche d'or déposée sur un substrat de silicium sur la dispersion du premier mode de Rayleigh.

Le troisième chapitre, sera consacré à la génération et la détection des SAW sur une large bande de fréquences. Premièrement, concernant les transducteurs IDT, l'analyse de la répartition spatiale et des dimensions des électrodes sera effectuée dans le cas d'une excitation chirp des transducteurs interdigités. Ensuite, nous détaillerons les étapes technologiques de la réalisation en salle blanche des transducteurs interdigités à ondes acoustiques de surface hautes fréquences au travers de la description des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces. Une fois les transducteurs réalisés, nous effectuerons leurs caractérisations acoustiques. Enfin, nous évaluerons, par interférométrie laser, les amplitudes des déplacements générés par les transducteurs pour différents types d'excitations. Les résultats permettront de montrer que la technique à double chirp spatio-temporel basée sur des transducteurs IDT constitue une solution pertinente pour obtenir directement un spectre large bande [20-125] MHz, [90-210] MHz et [90-260] MHz correspondant aux bandes de fonctionnement recherchées tout en assurant des niveaux de déplacements des ondes de surface suffisants pour l'application visée.

L'objectif du quatrième chapitre est de mettre à profit les ondes acoustiques de surface générées par des transducteurs IDT pour la caractérisation des couches minces d'or. Pour ce faire, nous allons utiliser la méthode d'inversion à partir des courbes de dispersions expérimentales des ondes acoustiques de surface se propageant dans ces structures en privilégiant le premier mode de type Rayleigh. Dans le cadre de la résolution de ce problème inverse, nous allons faire correspondre les vitesses calculées théoriquement à celles mesurées expérimentalement en ajustant les paramètres élastiques de la structure analysée. Les caractéristiques de cette dernière seront ainsi déduites à partir du modèle théorique et des mesures de

vitesses de phase expérimentales. Nous détaillerons, au préalable, les conditions optimales des points de mesures qui ont permis de relever les déplacements des ondes de surface dans la structure analysée. Ensuite, nous détaillerons la méthode de traitement des données utilisée, dénommée transformée de Slant-Stack, qui permettra d'obtenir avec précision les vitesses de phase des ondes de surface dans la bande de fréquence envisagée.

Au cinquième chapitre, dans un premier temps la caractérisation de couches ultraminces ($ep < 50$ nm) sera effectuée. L'évaluation des propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches ultraminces de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur reste un défi pour les méthodes de caractérisation. La capacité de la méthode IDT-HFSAW à estimer le module d'Young et l'épaisseur des couches très fines (Au, Cr, Ti) ayant une épaisseur d'environ 20 nm sera démontrée dans ce chapitre. Dans la deuxième partie de ce chapitre des couches ultraminces discontinues (îlots) déposées sur des substrats de silicium (100) seront étudiées. Les densités effectives et les modules d'Young effectifs ainsi que le taux de porosité ont été déterminés avec la méthode IDT-HFSAW pour deux séries d'échantillons, la première sera constituée de 3 échantillons avec des épaisseurs de 10 nm d'îlots d'or, et la deuxième sera constituée de 3 échantillons avec des épaisseurs de 5 nm d'îlots.

Au sixième chapitre, la caractérisation de couches sol-gel antireflets avec la méthode IDT-HFSAW sera effectuée. Le début du chapitre reviendra sur les descriptions de l'installation Laser MégaJoule et du procédé sol-gel. Nous présenterons également le rôle du durcissement ammoniac sur les couches minces antireflets. L'épaisseur et le module d'Young qui sont deux paramètres très importants pour ce type de revêtements seront estimés pour les couches antireflets qui n'ont pas subi un traitement de durcissement par des vapeurs d'eau et d'ammoniac, et celles qui ont subi le traitement. Les résultats seront présentés et interprétés.

Le dernier chapitre sera dédié à la caractérisation ultrasonore du silicium mésoporeux avec la méthode IDT-HFSAW. La détermination simultanée de plusieurs paramètres de la couche poreuse : la porosité moyenne et la profondeur de gravure (épaisseur) ainsi que le module d'Young a été possible. Pour cela, une étude de la propagation des ondes de surface hautes fréquences au sein d'un matériau bicouche Si poreux-Si sera nécessaire. Dans la première partie de ce chapitre, les principes de la gravure électrochimique du silicium poreux seront présentés. Ensuite, le principe de la gravure du silicium poreux sera décrit, puis les différents paramètres permettant de la moduler seront explicités. Les caractéristiques du matériel disponible au sein du laboratoire IEMN permettant l'anodisation électrochimique du silicium seront présentées. Ensuite, la technique de nano indentation sera utilisée pour mesurer le module d'Young et la dureté des couches de SiP. Les résultats obtenus avec cette méthode seront comparés à ceux estimés avec la méthode IDT-HFSAW. Pour corréler les résultats obtenus en termes d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW, des clichés avec microscopie électronique à balayage (MEB) seront effectués après clivage des échantillons.

Une conclusion générale de ce travail sera donnée à la fin du mémoire. Il en sera de même pour les perspectives de ce travail.

1 Chapitre 1 : Couches minces et revêtements de surface : généralités, applications et méthodes de caractérisation destructives et non destructives

Table des matières

1.1	Introduction.....	7
1.2	Revêtements et couches minces.....	7
1.3	Les propriétés des couches minces	9
1.4	Quelques applications de couches minces	9
1.4.1	Couches de protection contre la corrosion et l'usure	10
1.4.2	Couches minces dans les composants et dispositifs électroniques.....	10
1.4.3	Couches minces pour l'optique	12
1.4.4	Couches minces pour les capteurs	12
1.5	Méthodes d'élaboration de couches minces.....	13
1.5.1	Méthodes physiques	14
1.5.2	Méthode chimique	16
1.6	Outils et méthodes de caractérisation des couches minces	18
1.6.1	Méthodes de caractérisation destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces.....	18
1.7	Les méthodes non destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces	21
1.7.1	Quelques méthodes CND/END n'utilisant pas des ondes élastiques pour la caractérisation de couches minces.....	21
1.7.2	Méthodes CND/END utilisant des ondes élastiques ultrasonores pour la caractérisation des couches minces.....	26
1.8	Ondes acoustiques de surface induites par transducteurs interdigités hautes fréquences (IDT-HFSAW) employés pour le contrôle non destructif (CND) et pour la caractérisation des couches minces	33
1.9	Conclusion	35

1.1 Introduction

Un grand nombre de réalisations de la vie moderne ne seraient guère pensables sans les revêtements, couches minces ou les traitements de surface. Dans certains cas, leur faible épaisseur les rend quasiment invisibles à l'œil nu soit ils sont recouverts par d'autres revêtements. Les composants électroniques ou les moyens de stockage de données reposent par exemple entièrement sur eux. La science des matériaux et les techniques de leur élaboration tiennent en compte aussi de la configuration de leurs interfaces et leurs propriétés mécaniques. Il s'agit là pour l'essentiel de l'optimisation de leurs propriétés mécaniques et du comportement des différentes couches minces entre elles, par exemple sur les cellules solaires à couches minces, les feuilles d'emballage, les composants électroniques et nombre d'autres applications. Pour consommer moins de carburant, les moteurs des voitures ont besoin de composants à faible frottement utilisant des couches minces spécialement conçues pour cela. On trouve encore des revêtements spéciaux sur les outils de perçage ou d'estampage. Des revêtements optiques sont aussi utilisés sur les fenêtres pour améliorer leur efficacité énergétique ou éliminer les reflets, pour ne citer que quelques possibilités d'applications.

Nous allons dans un premier temps mettre en évidence les enjeux de l'estimation des propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces. Par la suite nous présenterons les principaux paramètres régissant leur comportement mécanique. Puis nous détaillerons les différentes techniques de caractérisation mécanique et dimensionnelle des couches minces. Un intérêt particulier sera porté sur les méthodes non destructives utilisant les ondes acoustiques ultrasonores. Les méthodes de contrôle et d'évaluation non destructive ont pour objectif, comme leur nom l'indique, de contrôler l'état des pièces industrielles et des films minces et aussi d'estimer leur propriétés mécanique, physiques et dimensionnelles sans pour autant que les examens correspondants ne puissent nuire à leur utilisation future. Ces méthodes peuvent avoir plusieurs buts et peuvent être classées en deux catégories : l'évaluation non destructive (END) qui consiste en la caractérisation des propriétés physiques et mécaniques du matériau (constantes mécaniques, module d'Young, coefficient de Poisson, densité, conductivité thermique, etc.), soit lors de sa fabrication de manière à vérifier sa conformité, soit en cours de son utilisation pour suivre son éventuel vieillissement. L'autre catégorie est le contrôle non destructif (CND) qui consiste plutôt en la détection de défauts localisés, et parfois l'imagerie de ces défauts. Enfin, nous terminerons ce chapitre en précisant l'intérêt des transducteurs interdigités pour générer les ondes acoustiques de surfaces (SAW) en les exploitant pour la caractérisation des structures en couches (couche/substrat) dans le cadre de cette thèse.

1.2 Revêtements et couches minces

Par principe, une couche mince ou un revêtement est une fine pellicule d'un matériau déposé sur un autre matériau, appelé "substrat". Dans la suite des chapitres, en fonction des épaisseurs, nous parlerons

de revêtements dans le cas d'une épaisseur (e_p) supérieure à 1 micromètre, de couche mince pour $50 \text{ nm} < e_p < 1 \text{ }\mu\text{m}$ et de couche ultramince pour $e_p < 50 \text{ nm}$. Bien sûr ces valeurs peuvent varier selon les domaines et les applications. Le but de la couche mince est de donner des propriétés particulières à la surface de la pièce tout en bénéficiant des propriétés massives du substrat (en général : tenue mécanique), par exemple la conductivité électrique obtenue par la métallisation de la surface pour observer un échantillon isolant au microscope électronique à balayage ; optique : tain du miroir, traitement anti-reflet des objectifs d'appareil photo, nickelage des casques de pompiers pour réfléchir la chaleur (infra-rouges), dorure de leur visière pour éviter l'éblouissement. La faible distance entre les deux surfaces limites d'une couche mince entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques, très souvent un tel petit nombre de couches atomiques possède des propriétés très différentes par rapport au matériau massif. Par exemple la réflexion optique ou l'absorption peuvent être maîtrisées de manière très précise, de même que pour la conductivité électrique. La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et celui en couches minces est liée au fait que dans l'état massif on néglige généralement, avec raison, le rôle des surfaces limites dans les propriétés, tandis que dans une couche mince ou un revêtement ce sont au contraire les effets liés aux surfaces limites qui sont prépondérants. Il est assez évident que plus l'épaisseur sera faible plus cet effet bidimensionnel sera important. En revanche, lorsque l'épaisseur d'une couche mince dépassera un certain seuil, l'effet d'épaisseur deviendra minime et le matériau retrouvera les propriétés bien connues du matériau massif.

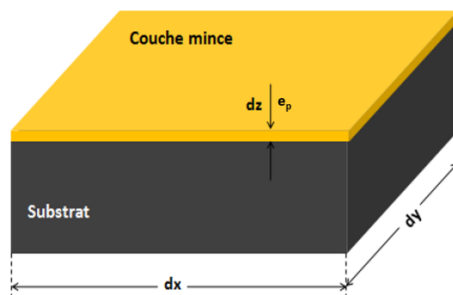


Figure 1.1 : Exemple de dépôt de film mince sur un substrat.

Il est assez difficile de définir une couche mince par la seule notion d'épaisseur. En effet, l'épaisseur limite qui sépare couche mince et revêtement est assez floue. Les couches minces se distinguent aussi par leurs applications et leurs modes de dépôt. La seconde notion qui intervient dans la définition de couches minces est l'ensemble des méthodes employées pour la fabrication de celles-ci. Les propriétés structurales de la couche sont influencées par le support (substrat). Ainsi une couche déposée sur un substrat isolant n'aura pas les mêmes propriétés que cette même couche déposée sur un substrat semi-conducteur. Il faut aussi remarquer que lors de sa fabrication, la couche peut être « polluée (contaminée) » ou encore endommagée. Il n'existe aucune épaisseur de la couche pour dire si elle est considérée comme couche mince, ni pour indiquer sa transition vers la catégorie des films épais. La plupart des recherches sur les revêtements et les films minces se limitent généralement à une gamme d'épaisseur entre quelques nanomètres à environ 100 micromètres, selon les propriétés à étudier. Pour les

applications technologiques où la fiabilité des performances est le critère le plus important, l'épaisseur minimale de la couche mince est généralement supérieure à 100 nm et peut atteindre jusqu'à 5-10 μm ou plus. Dans la connotation des films minces, souvent une autre subdivision de l'épaisseur est faite sous les catégories (i) ultra mince, (ii) mince (ou très mince), (iii) relativement plus épais, le dernier étant généralement plus épais, plus de 100 nm.

Quelle que soit son épaisseur, un film mince parfait peut être mathématiquement défini comme un matériau solide homogène contenu entre deux plans parallèles et étendus à l'infini dans deux directions (x, y), mais limité selon la troisième direction (z) qui est perpendiculaire au plan x-y (fig 1.1). La dimension le long de la direction 'z' est connue comme l'épaisseur du film mince (e_p). Sa hauteur peut varier d'une limite $e_p \rightarrow 0$ à n'importe quelle autre valeur, mais reste toujours bien inférieure à celles le long des deux autres directions x et y. Il est également courant qu'un film contienne de nombreuses imperfections, impuretés, dislocations, joints de grains, manque d'adhérence et divers autres défauts.

1.3 Les propriétés des couches minces

Les fonctions préalablement attribuées à un revêtement où à une couche mince doivent en définitif se traduire par des objectifs opérationnels, en lien avec des propriétés physiques et mécaniques quantifiables. Ainsi, il est possible d'imposer au système « couche mince + substrat » de répondre au cahier des charges suivant :

- une ténacité élevée ;
- une parfaite adhésion sur le substrat ;
- une grande résistance à la formation et à la progression des fissures;
- une faible conductivité et diffusivité thermique;
- une haute résistance à l'oxydation;
- une épaisseur adéquate;
- une fonction barrière de diffusion
- Absorption d'onde de choc

1.4 Quelques applications de couches minces

La mise en œuvre de technologies de fabrication de couches a conduit à de nombreuses applications dans des domaines très divers. Nous citons, sans être exhaustif, le domaine de la mécanique, des composants électroniques, celui des transducteurs pour capteurs, l'optique, la décoration. Selon le type d'application les procédés de fabrication sont plus ou moins complexes. Nous allons expliciter ci-dessous ces principaux domaines.

1.4.1 Couches de protection contre la corrosion et l'usure

Les dépôts en couches minces peuvent aussi être employés pour protéger ou renforcer une surface, métallique de pièces qui travaillent dans des conditions sévères. Pour les secteurs de transport (aéronautique, aérospatial, ferroviaire, automobile), la qualité (longévité et fiabilité) des pièces métalliques est primordiale, celles-ci devant résister aux frottements, à l'usure, à la corrosion et à de fortes contraintes de températures. Les matériaux performants existants sont souvent onéreux, et ne répondent pas aux besoins des industriels car ils ne combinent pas la résistance à l'usure et à la corrosion. Dans ce contexte, à titre d'exemple, des recherches sont actuellement menées pour développer des revêtements par voie sol gel déposés sur des substrats métalliques. Ces revêtements contiendront à la fois des lubrifiants (liquides ou solides) et des inhibiteurs de corrosion en vue d'obtenir des matériaux à haute performance (fig 1.2), durables et résistants dans toutes les applications où les pièces métalliques sont soumises à des frottements et contraintes.

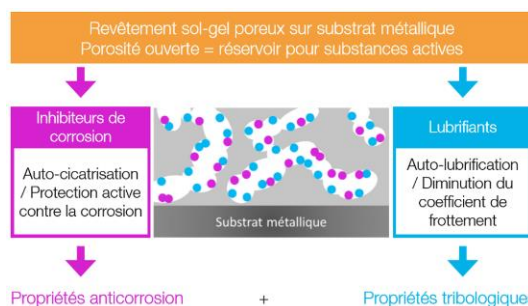


Figure 1.2 : Couche mince poreuse contenant des inhibiteurs de corrosion [<http://www.transport-interreg.eu/LE-PROJET/>]

1.4.2 Couches minces dans les composants et dispositifs électroniques

➤ Les électrodes transparentes

Dans les métaux, les bandes de valence et de conduction sont tellement proches qu'ils ne présentent pas d'énergie de bande interdite (ou gap). Les isolants présentent un gap trop élevé (> 5 eV) pour permettre aux électrons de passer de la bande de valence à la bande de conduction. Les semi-conducteurs possèdent un gap électronique intermédiaire (entre 0,5 et 4 eV) autorisant les électrons à passer d'une bande à l'autre après excitation (thermique, électrique, lumineuse ...), comme indiqué sur la figure 1.3.

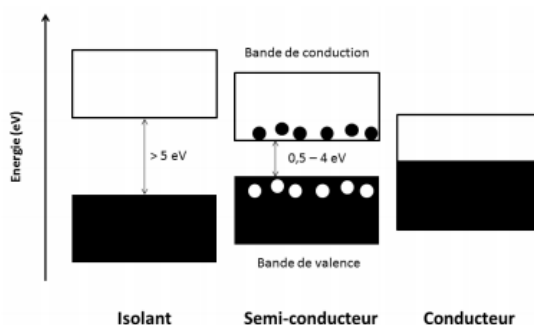


Figure 1.3 : Diagramme de bandes des isolants, semi-conducteurs et métaux.

Comme on peut voir sur la gauche de la figure 1.4, les matériaux complètement transparents, tels que le verre, le diamant, le quartz, sont également isolants, notamment d'après leur structure. Les métaux sont quant à eux en général opaques. Le compromis conductivité-transparence reste donc difficile à atteindre et seuls des matériaux mis en forme de façon adéquate y parviennent grâce à une bonne combinaison de paramètres physico-chimiques.

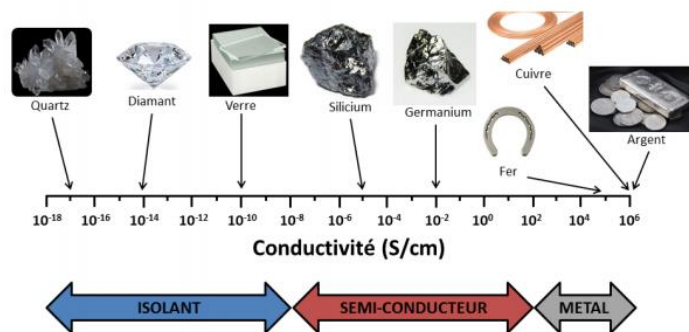


Figure 1.4 : Conductivité des solides et leur classification associée.

Les applications des électrodes transparentes sont multiples. De nos jours, l'accroissement spectaculaire du marché des dispositifs optoélectroniques, qui nécessitent l'utilisation d'au moins une électrode transparente, a considérablement augmenté la demande en films transparents et conducteurs. En particulier les écrans plats (cristaux liquides ou LCD, diodes électroluminescentes organiques ou OLED), les écrans tactiles, les cellules photovoltaïques, ou les dispositifs d'éclairage sont autant d'applications qui nécessiteront dans le futur des électrodes transparentes aux propriétés spécifiques (fig 1.5).

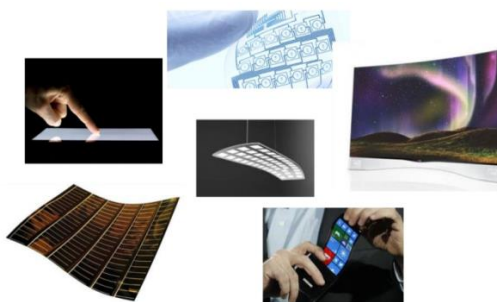


Figure 1.5 : Exemples d'applications des électrodes transparentes.

On peut également citer comme exemple les vitrages "intelligents" qui doivent posséder la propriété de transparence et de conduction d'électricité. C'est le cas des pare-brises de voiture ou d'avion, comportant des lignes résistives qui permettent d'éliminer la buée lorsqu'elles sont chauffées par effet Joule. Cependant la surface est partiellement recouverte et l'uniformité ainsi que l'aspect sont susceptibles de s'en retrouver altérés. On peut aussi citer l'électrochromisme, où la couleur de la fenêtre est modifiée selon la tension appliquée [Lampert, 1984]. Les technologies de fabrication de ces électrodes transparentes vont dépendre de l'application visée.

1.4.3 Couches minces pour l'optique

➤ Couches antireflets : Projet Laser MégaJoule (LMJ)

Dans le cadre du projet simulation, le Commissariat à l'énergie atomique (CEA) vise à reproduire les conditions de pression et de température d'une fusion thermonucléaire avec le laser Mégajoule (LMJ). Certains composants optiques du LMJ, en particulier certaines lentilles de focalisation, sont revêtus d'une couche antireflet (AR) réalisée par un procédé sol-gel. Ces films sont composés de nanoparticules de silice de 10 nm de diamètre avec 55% de porosité. L'installation laser MégaJoule est formée de composants optiques aux caractéristiques techniques particulières qui permettent de formater le faisceau et le transporter jusqu'à la cible tout en lui assurant des propriétés très précises. Pour cela, ces optiques sont revêtues de matériaux spécifiques appliqués en couche mince permettant d'assurer leurs différentes fonctions (antireflet, polarisantes, réfléchissantes...). Concernant la réalisation des traitements antireflets, la technique sol-gel est l'une des plus adaptées pour les composants en transmission. En effet, ce procédé dit de "chimie douce" permet la réalisation de traitement antireflet à la longueur d'onde souhaitée sans recourir à des procédés de traitements thermiques pour l'optique ou le revêtement et ceci via l'application d'un seul dépôt, donc de moindre coût. Nous reviendrons au chapitre 6 sur la caractérisation mécanique et dimensionnelle de ces couches Antireflets.

Dans le chapitre 6, le cas le plus simple et qui nous intéresse est l'antireflet en une seule couche, schématisé en figure 1.6. Un faisceau lumineux monochromatique de longueur d'onde λ_0 et d'intensité I se propageant dans l'air d'indice n_a , est transmis dans la couche antireflet d'indice n_c d'épaisseur e_c et traverse un substrat semi-infini d'indice n_s .

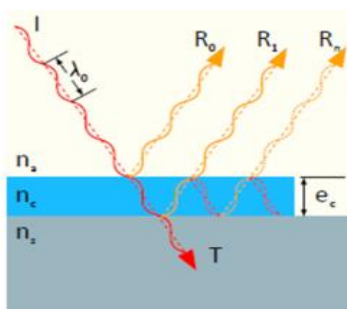


Figure 1.6 : Représentation schématique d'une monocouche antireflet. [Avice, 2018].

1.4.4 Couches minces pour les capteurs

➤ Capteurs à ondes acoustique de surface : capteurs de gaz

Ces capteurs permettent la mesure de température, de pression ou de masse. Leur principe de fonctionnement repose sur la transmission par un substrat piézoélectrique d'une onde acoustique entre un émetteur et un récepteur. La variation dans la transmission des ondes signe la mesure. En rebouclant la réception de l'onde sur son émission, on obtient un résonateur. La fréquence de résonance va évoluer en lien avec le temps mis par l'onde pour parcourir la distance entre l'émetteur et le récepteur, figure

1.7. Le principe du capteur à ondes acoustiques de surface (SAW, pour Surface Acoustic Waves) repose sur la propagation d'une onde de surface dans un matériau piézoélectrique. Le dispositif comprend un peigne interdigité émetteur et un peigne interdigité récepteur. Une couche mince sensible au gaz ciblé, un oxyde métallique ou un polymère, est déposée entre ces deux peignes. L'amplitude et la phase de l'onde de surface seront affectées en fonction de la masse adsorbée sur la couche sensible. La structure SAW peut être mise en œuvre en tant que résonateur dans un oscillateur.

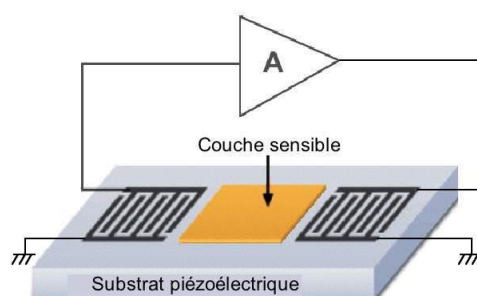


Figure 1.7 : Schéma de principe d'un capteur à onde de surface.

En déposant une couche sensible sur le chemin de propagation de l'onde acoustique, on obtient un capteur résonant dont la fréquence est dépendante des événements ayant lieu sur la couche (greffage de molécules par exemple) ou modifiant la vitesse de l'onde au sein même de la couche (mesure de température ou d'humidité). Le temps de propagation de l'onde entre les 2 peignes est dépendant des propriétés du matériau et il est influencé par les paramètres externes (température, masse déposée sur la surface de propagation...) sur la longueur de la zone sensible.

Certains systèmes, utilisent la structure SAW en tant que ligne à retard de phase et exploitent l'atténuation et le déphasage du signal du récepteur. Les capteurs comportent deux structures SAW, une des deux n'ayant pas de couche sensible et servant de référence (fig 1.8).

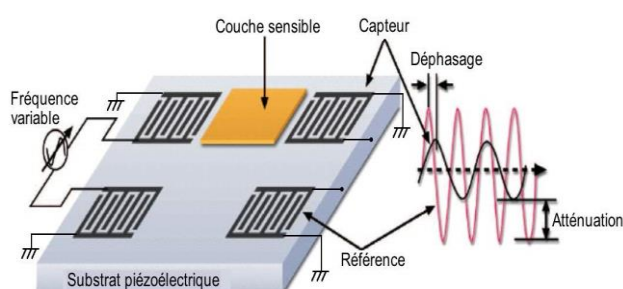


Figure 1.8 : Capteur à ondes acoustiques de surface - configuration en ligne à retard.

1.5 Méthodes d'élaboration de couches minces

La source qui constitue le matériau de base du film mince à élaborer peut-être un solide, un liquide, une vapeur ou un gaz. Lorsque le matériau est solide son transport vers le substrat s'effectue par vaporisation. Ce qui peut être réalisé par évaporation thermique, canon à électrons, ablation laser ou par des ions positifs "pulvérisation". L'ensemble de ces méthodes est classé sous le nom de dépôt physique en phase

vapeur PVD " physical vapor deposition". Dans d'autre cas, le matériau de base est sous forme d'un gaz ou d'un liquide ayant une pression de vapeur suffisante pour qu'il soit transporté à des températures modérées. Les procédés qui utilisent, comme matériau de base, les gaz, les liquides évaporés ou solides évaporés par voie chimique sont connues sous le nom de dépôts chimiques en phase vapeur, i.e. CVD " Chemical vapor deposition " [Abdelkader, 2007]. L'élaboration d'une couche mince est une étape décisive car les propriétés physiques et mécaniques du matériau en dépendent et les méthodes d'élaboration peuvent être classées en deux catégories : méthodes physiques et méthodes chimiques. Les techniques les plus utilisées de dépôts des couches minces découlant de ces deux catégories sont regroupées dans le diagramme (fig 1.9) suivant :

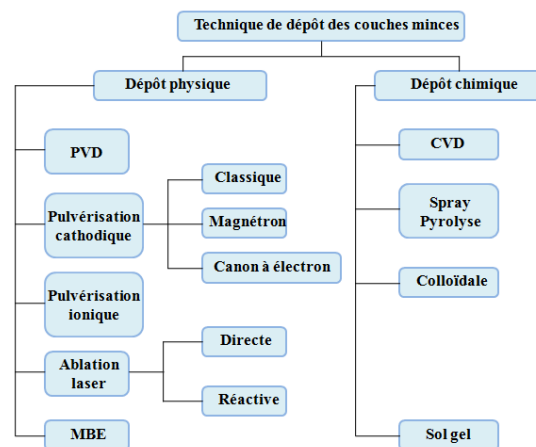


Figure 1.9 : Diagramme représentant les techniques de dépôt des couches minces [Benelmadjat, 2007].

1.5.1 Méthodes physiques

1.5.1.1 Dépôt physique en phase vapeur (PVD)

Les dépôts physiques en phase vapeur (PVD) présentent beaucoup d'avantages par rapport au dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Par exemple, les films obtenus par PVD sont denses et leur processus de dépôt est facile à contrôler [Al-Naemi, 2006]. Ils ne provoquent pas de pollution atmosphérique comme les techniques CVD. La technique PVD consiste simplement à évaporer ou à sublimer le matériau à déposer. Ce dernier étant dans un creuset sous vide est chauffé à haute température à l'aide d'un filament ou avec un faisceau d'électrons intense et énergétique ou bien en utilisant un laser. Une fois évaporé, le matériau se dépose par condensation sur le substrat formant ainsi la couche mince recherchée.

1.5.1.2 Pulvérisation cathodique classique

La pulvérisation cathodique consiste en l'éjection de matière suite à l'impact de particules (atomes ou ions) sur le matériau à déposer. Dans cette technique, le matériau à déposer, appelé cible, se présente sous forme de plaque circulaire ou rectangulaire, fixé par collage ou brasure à la cathode. Celle-ci est reliée à une alimentation continue ou alternative selon le type de matériau à déposer. Une anode servant

aussi de porte substrat est disposée parallèlement à la cible, à une distance de quelques millimètres (fig 1.10). Ci-après les étapes nécessaires au dépôt par pulvérisation cathodique d'une couche mince :

- 1- Introduction de l'argon dans l'enceinte.
- 2- Polarisation de la cathode (cible) par une tension continue.
- 3- Une décharge électrique se produit et crée un plasma d'argon.
- 4- Les ions positifs Ar^+ sont attirés du plasma par la tension négative sur la cible.
- 5- Ils viennent bombarder la cible.
- 6- Les électrons se déplacent vers l'anode et entraînent le plasma.
- 7- Un champ électrique important est créé entre l'anode et la cathode (électrons et ions ont des vitesses différentes)
- 8- Les ions positifs Ar^+ sont accélérés par ce champ vers la cathode.
- 9- Ces ions sont rapides (100 km/s) et bombardent la cible en éjectant les atomes, les ions et les électrons.
- 10- Les atomes éjectés viennent se déposer sur le substrat

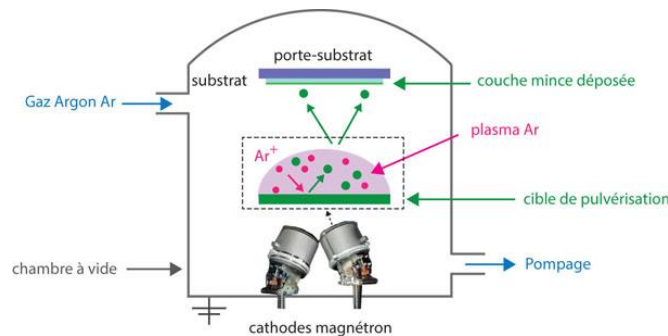


Figure 1.10 : Schéma du principe de la pulvérisation [www.neyco.fr].

Les principaux paramètres influant sur la qualité du dépôt sont : la pression du gaz utilisé dans l'enceinte, la puissance de l'alimentation qui agit sur la vitesse de dépôt et la température du substrat.

1.5.1.3 Dépôts par pulvérisation cathodique magnétron

Une autre méthode variante de la pulvérisation cathodique est la pulvérisation cathodique magnétron. Quand on place derrière la cible des aimants de la manière présentée dans la figure 1.11, on obtient devant la cible une zone où le champ magnétique est pratiquement parallèle à la cible c'est-à-dire perpendiculaire au champ électrique. Dans cet espace, les électrons ont des trajectoires cycloïdales qui s'enroulent autour des lignes de champ magnétique. Les électrons sont donc retenus au voisinage de la cible ce qui augmente leur probabilité d'interaction avec les atomes de la phase gazeuse et favorise l'ionisation. L'augmentation de la concentration ionique se concrétise par une augmentation de la vitesse de pulvérisation donc de dépôt. De plus, il est possible de maintenir la décharge à plus faible pression, ce qui permet d'obtenir des dépôts de plus grande pureté. Le seul inconvénient de cette pulvérisation cathodique dite à "effet magnétron" est l'apparition d'une érosion non uniforme de la cible.

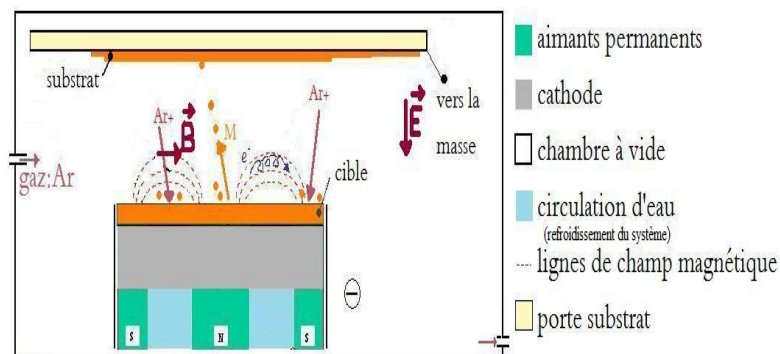


Figure 1.11 : Configuration d'une cathode magnétron.

1.5.1.4 Pulvérisation ionique

Le matériau d'apport est évaporé par chauffage sous vide. Le métal s'évapore puis vient se condenser sur le substrat dans un plasma de gaz neutre argon. Le plasma est obtenu en chargeant la pièce à un potentiel négatif en haute tension (fig 1.12). Cette méthode permet l'évaporation du matériau dans une enceinte sous pression résiduelle (10^{-1} à 10^{-2} Torr) en introduisant de l'argon. La décharge pendant le dépôt sert à ioniser les vapeurs du matériau à déposer. Un nuage diffus se forme alors autour du substrat puis le dépôt s'effectue de façon uniforme. L'avantage de cette technique est qu'elle permet d'obtenir de très faibles vitesses de dépôt et de contrôler avec précision son épaisseur. De plus, l'environnement ultra vide minimise la contamination des couches contrairement à la pulvérisation cathodique où le film en croissance est soumis aux effets du plasma

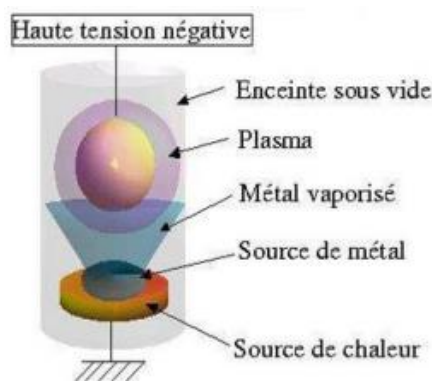


Figure 1.12 : Schéma représentatif de la pulvérisation ionique.

1.5.2 Méthode chimique

1.5.2.1 Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

La technique de dépôt chimique en phase vapeur, ou "Chemical Vapor Deposition" (CVD), consiste à provoquer des réactions chimiques entre plusieurs gaz ou vapeurs pour former un dépôt solide sur un substrat chauffé. Elle s'effectue en général dans un four dans lequel on introduit les espèces réactants. Les composés volatils du matériau à déposer sont éventuellement dilués dans un gaz porteur et introduit dans une enceinte où sont placés les substrats chauffés. Cette réaction chimique nécessite un apport de chaleur du substrat, réalisé soit par effet joule, induction, radiation thermique ou laser. Dans cette

technique, plusieurs paramètres entrent en jeu (température, pression, présence d'un plasma, nature des produits volatils, etc.). La température nécessaire pour provoquer les réactions chimiques dépend du type de réactants utilisés et du type de réactions désirées. Cette température est souvent très élevée, de l'ordre de 800 °C-1000 °C. Cependant, elle peut être considérablement réduite en abaissant la pression de travail (on parle alors de "Low-Pressure Chemical Vapor Deposition" (LPCVD)), qui permet des dépôts à basse pression ; l'augmentation de la pression fait appel à la technique HPCVD (High Pressure Chemical Vapor Deposition) et à la pression atmosphérique on trouve la technique APCVD. Dans le cas de couches isolantes, pour améliorer l'efficacité de la réaction chimique dans le four, on peut activer les molécules mises en jeu par une source radiofréquence dont la fréquence est industriellement fixée à 13,56 MHz, valeur autorisée par l'Administration des Télécommunications. On intitule cette technique PECVD (Plasma enhanced CVD). La présence d'un plasma fait appel à la technique PJCVD (plasma jet CVD) correspondant à un jet de plasma [Aloui, 2012]. En plus, la nature des produits volatilisés a donné lieu au procédé MOCVD qui utilise des précurseurs organométalliques permettant d'abaisser considérablement les températures de dépôts. La technique CVD comprend donc une grande variété de procédé de dépôt, elle présente quelques avantages tel que : vitesses de dépôt élevées, forme du support peut être complexe et des dépôts possibles sur des réfractaires. Or elle présente beaucoup d'inconvénients : température élevée du substrat, revêtement de basse densité, dépôts impurs, équipement cher et dangerosité des gaz.

1.5.2.2 Spray pyrolyse

Une solution contenant les différents constituants du matériau à déposer est pulvérisée, en fines gouttes, soit par un système pneumatique classique ou par un atomiseur utilisant un générateur à ultrasons. Ces systèmes permettent de transformer la solution en un jet de gouttelettes très fines de quelques dizaines de μm de diamètre. Le jet arrive sur la surface des substrats chauffés, à une température suffisante pour permettre la décomposition des produits dissouts dans la solution et activer les réactions susceptibles de produire le matériau désiré. A ces températures, certains produits des réactions seront immédiatement éliminés (des éléments volatils), il ne reste donc que le composé à déposer sur le substrat [Baba, 2013] (fig 1.13 et 1.14).

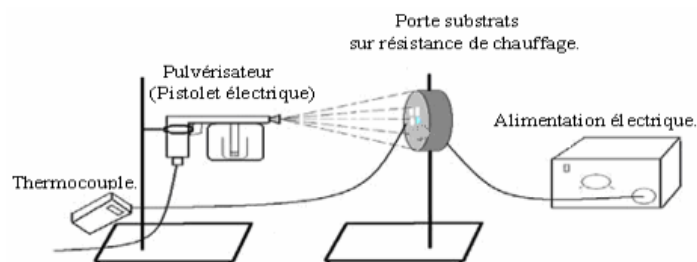


Figure 1.13 : Dépôt par Spray-Pyrolyse : Pulvérisation par un système pneumatique classique [Baba, 2013].

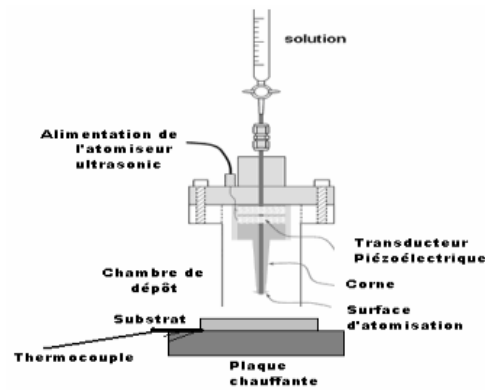


Figure 1.14 : Dépôt par spray-pyrolyse avec atomiseur ultrasonique [Baba, 2013].

1.6 Outils et méthodes de caractérisation des couches minces

Un grand nombre de techniques ont été développées afin de répondre à la problématique de caractérisation mécanique et dimensionnelle des couches minces. Ces techniques permettent de caractériser des couches minces et revêtements déposés sur des substrats de différents types de matériaux. De plus, les propriétés mesurables ainsi que la précision et la difficulté de mise en œuvre sont variables d'une technique à l'autre. Nous présentons et commentons ici les principales techniques employées à l'heure actuelle. Nous les avons classés en deux catégories : les techniques destructives et les techniques non destructives.

1.6.1 Méthodes de caractérisation destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces

Dans cette partie, nous allons détailler d'abord les méthodes les plus utilisées qui permettent de déterminer les propriétés mécaniques et tribologiques des couches minces. Il s'agit de la nanoindentation et de l'essai de rayure.

1.6.1.1 Nanoindentation

La nanoindentation permet de connaître les propriétés mécaniques des surfaces sur des faibles épaisseurs à l'échelle nanométrique. Elle permet donc de déterminer la dureté et le module d'élasticité réduit des couches minces. C'est une technique qui consiste à faire pénétrer une pointe rigide de géométrie connue, l'indenteur, perpendiculairement à la surface d'un matériau (fig 1.15), on peut aussi dire que la nanoindentation est un essai localement destructif. Au bout de cette procédure, l'enfoncement total de la pointe sera déterminé après avoir appliqué, à l'indenteur, une charge normale F_z (fig 1.15). La dureté et le module d'élasticité réduit du matériau seront calculés à partir de la courbe expérimentale de charge-déplacement et du modèle d'Oliver et Pharr [Oliver et Pharr, 1992]. Le principal avantage de la nanoindentation est sa mise en œuvre, ne nécessitant pas de préparation particulière des échantillons, si ce n'est d'avoir une faible rugosité de surface pour permettre une bonne reproductibilité des résultats.

L'enregistrement de la charge normale F_z en fonction du déplacement h de la pointe permet le calcul de la rigidité du contact S ainsi que de l'aire de contact A . La rigidité S correspond à la pente de la courbe de décharge au sommet (fig 1.16). Elle est donnée par l'équation suivante :

$$S = \frac{dF_z}{dh} \quad \text{Eq (1.1)}$$

L'aire de contact est fonction de la profondeur de contact entre la surface et l'indenteur h_c . Elle est calculée à partir de cette relation [Schwarzer et Pharr, 2004] :

$$\sum_{n=0}^8 C_n (h_c)^{\frac{1}{2(n-1)}} = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + \dots + C_8 h_c^{\frac{1}{128}} \quad \text{Eq (1.2)}$$

Les coefficients $C_0 \dots C_8$ sont des constantes déterminées expérimentalement à partir de la courbe de la fonction d'aire obtenue lors de la procédure de calibration. Dans le cas d'un indenteur parfait de type Berkovich avec une forme pyramidale ou d'un cône parfait, la fonction d'aire A est représentée par le premier terme seulement (C_0). Dans le cas contraire, les autres termes sont rajoutés pour tenir compte des imperfections de la géométrie de l'indenteur. La valeur de C_0 est donnée au tableau 1.1 pour une pointe conique d'angle 90° et de rayon de courbure inférieur à $1 \mu\text{m}$, un indenteur coin cube d'angle 90° et une pointe de type Berkovich de forme pyramidale et de rayon de courbure de 100 nm .

Tableau 1.1 : Valeur de C_0 pour trois types d'indenteurs.

Indenteur	Angle	C_0
Berkovich	$142,3^\circ$	24,50
Coin cube	90°	2,59
conique	90°	3,14

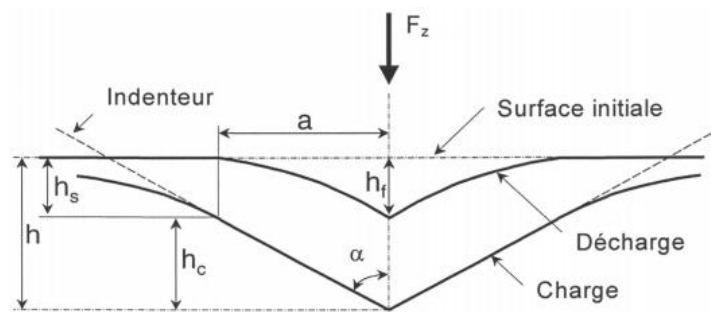


Figure 1.15 : Schéma explicatif du processus de charge-décharge, lors d'un essai d'indentation.

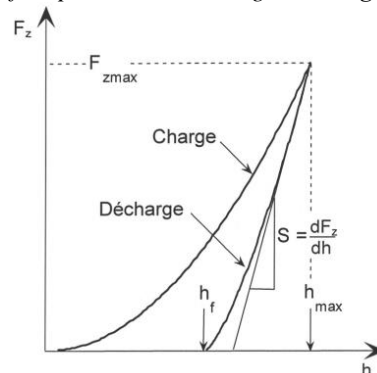


Figure 1.16 : Schéma représentatif d'une courbe de charge-déplacement obtenue après un test d'indentation.

Où h est le déplacement total de l'indenteur, h_s représente l'affaissement du matériau, h_c est la profondeur de contact et h_f est la profondeur finale après la décharge. Dans le cas des couches minces, les profondeurs de contact ne doivent pas dépasser 10% de l'épaisseur totale du film afin d'éviter l'influence des propriétés plastiques du substrat sur les valeurs calculées de la dureté et du module d'Young [Pharr et Olivier, 1990]. Le module d'Young d'un matériau caractérise sa réponse en élasticité. Il est défini comme la pente de la courbe contrainte-déformation obtenue après un essai d'indentation, pendant le régime élastique. Le module d'élasticité réduit E_r d'un film mince est donné par cette relation :

$$\frac{1}{E_i} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad \text{Eq (1.3)}$$

Avec E et ν sont respectivement le module d'Young et le coefficient de poisson de l'échantillon et E_i et ν_i sont le module d'Young et le coefficient de poisson de l'indenteur. Après le test de nanoindentation, le module d'élasticité réduit du film peut être obtenu à partir de la courbe de décharge qui correspond à un régime élastique (fig 1.16). Il peut s'exprimer en fonction de la rigidité du contact S et de l'aire de contact A de la façon suivante :

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} \quad \text{Eq (1.4)}$$

β est une constante qui peut être déterminée par des simulations en éléments finis, sa valeur est l'unité pour des indenteurs symétriques et 1,0226 dans le cas d'un indenteur de type Berkovich [Vlassak et Nix, 1994].

1.6.1.2 L'essai de rayure (Scratch Test)

Il est indispensable qu'un revêtement conserve son intégrité pendant toute sa durée d'utilisation. La décohésion du dépôt peut en effet avoir de graves conséquences. L'adhérence est donc un paramètre essentiel dans la fiabilité du revêtement qui constitue un axe de recherche de très grand intérêt depuis des décennies. Il existe un grand nombre de méthodes permettant de mesurer la tenue d'un dépôt sur un substrat. L'essai le plus simple en mise en œuvre et le plus utilisé de nos jours est l'essai de rayage ou le « Scratch test ». L'essai de rayure dérive de l'essai d'indentation.

Le test consiste, comme illustre la figure 1.17, à déplacer sur la surface du revêtement à caractériser une pointe en diamant qui peut avoir différentes géométries (Rockwell, Berkovich...). Au cours de ce déplacement, une force normale croissante est appliquée sur la pointe jusqu'à ce que l'endommagement du dépôt soit constaté. Le niveau de force produisant un endommagement est détecté afin d'identifier la charge critique à l'endommagement du dépôt, notée usuellement LC « Critical Load ».

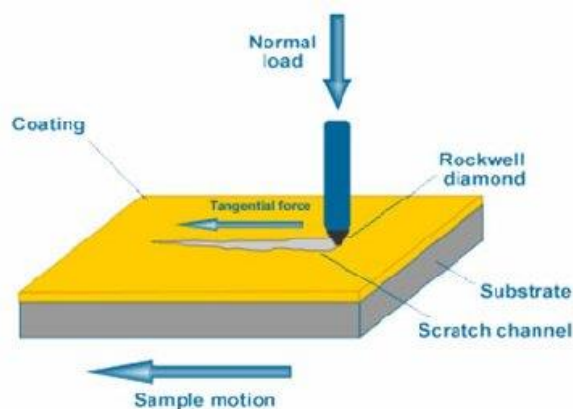


Figure 1.17 : Principe du scratch test. [Lu, 2011].

L'enfoncement de la pointe dans le matériau ainsi que la force latérale sont mesurés tout au long de l'essai. Ce test nous permet de mettre en évidence le comportement de la couche en frottement et d'étudier la résistance de la couche à l'usure [Bowden et Tabor, 1966]. L'effort normal appliqué à la pointe peut être constant ou linéairement croissant de zéro à une valeur maximale $F_{z_{max}}$ (fig 1.18).

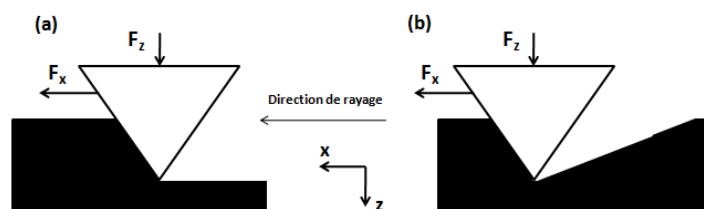


Figure 1.18 : Essai de rayure à force normale (a) constante (b) croissante.

Le test de rayure est une méthode de caractérisation pertinente de l'adhérence de dépôts sur leur substrat, la mesure de la force tangentielle résultante permet de déterminer [Guiot, 2001] :

- le coefficient de friction du matériau
- la résistance à la rayure sous charge du matériau
- l'adhérence d'un revêtement sur un substrat
- la cartographie de la rayure

1.7 Les méthodes non destructives pour l'évaluation des propriétés mécaniques couches minces

1.7.1 Quelques méthodes CND/END n'utilisant pas des ondes élastiques pour la caractérisation de couches minces

Les contrôles non destructifs (CND) et les contrôles de santé intégrés font appel à des méthodes spécifiques aux matériaux analysés, à leur environnement et aux anomalies recherchées. Il en existe donc une grande variété avec différents types de capteurs. Les techniques CND diffèrent généralement par l'énergie employée : énergie mécanique (ultrasons, ressuage), électromagnétique (magnétoscopie, courants de Foucault) ou thermique (thermographie infrarouge). Cependant, quelle que soit la méthode

employée, un processus de détection de défauts est généralement mis en place. Le choix d'une méthode du CND dépend d'un grand nombre de facteurs tels que la nature des matériaux constituant les pièces à contrôler, la nature de l'information recherchée (détection ou mesure, position ou forme de défaut...), le type du contrôle à effectuer (contrôle en ligne sur pièce mobile, possibilité de contact ou non avec la pièce...) et les problèmes économiques. Cette partie fait un tour d'horizon des principales techniques employées en CND et développées pour l'industrie.

1.7.1.1 Les courants de Foucault

Les principales applications des courants de Foucault concernent la détection de défauts surfaciques ou subsurfaciques, la mesure de conductivité et la mesure d'épaisseur de dépôt [Auld et Moulder, 1999]. Les courants de Foucault sont générés dans tous les types de matériau conducteur en réponse à un champ magnétique variable (de fréquence comprise typiquement entre 10 Hz et 10 MHz). L'amplitude des courants de Foucault générés dans l'échantillon à tester dépend de sa conductivité, de sa perméabilité et de sa géométrie. Tout changement d'une de ces propriétés peut être détecté par la bobine d'excitation comme une variation d'impédance. La configuration élémentaire pour l'excitation magnétique comprend un noyau de ferrite entouré d'une bobine dans laquelle circule un champ électrique variable. Lorsqu'un défaut ou une variation des propriétés énumérées au début de ce paragraphe se situe dans la région où circulent les courants de Foucault, le trajet de ces derniers est perturbé, ce qui se traduit par une variation d'impédance de la bobine d'excitation. La figure 1.19 illustre le principe de détection d'un défaut par courant de Foucault.

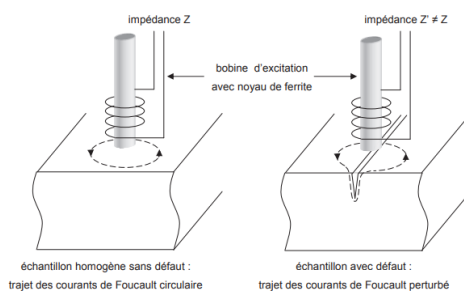


Figure 1.19 : principe de la caractérisation de défaut par courant de Foucault [Faëse, 2013].

Cette méthode de CND (ET : Electromagnetic Testing en anglais) consiste à créer, dans des matériaux conducteurs électriques, des courants induits (courants de Foucault) par un champ magnétique variable, au moyen d'un capteur [Libby, 1971]. Ces courants induits circulent localement dans le matériau (fig 1.20) et ont une distribution spatiale qui dépend du champ magnétique d'excitation, de la géométrie et des caractéristiques de conductivité électrique et de perméabilité magnétique de la pièce examinée. En présence d'une anomalie dans la pièce contrôlée, leur distribution spatiale est perturbée, entraînant ainsi une variation de l'impédance apparente du capteur, qui dépend de la nature de l'anomalie et de sa dimension volumique. C'est l'analyse de cette variation d'impédance qui fournit les indications exploitables pour effectuer le contrôle. L'interprétation des signaux recueillis s'effectue par

comparaison avec ceux relevés dans un matériau étalon, qui peut être sain ou comportant des anomalies représentatives des phénomènes recherchés. Cette technique, utilisant des sondes sans contact avec la structure étudiée, a été développée pour principalement détecter des fissures ou de la corrosion pour lesquelles elle présente une forte sensibilité (de l'ordre du μm). Cependant cette méthode est surtout utilisée pour détecter des défauts superficiels car les courants de Foucault ont tendance à se rassembler à la surface des corps conducteurs (effet de peau). Elle est de plus adaptée aux contrôles de structures cylindriques (barres, tubes) et aux contrôles de surface (tôle).

Les courants de Foucault permettent également de déceler les variations de composition d'un alliage et même de mesurer des épaisseurs de revêtements. Il s'agit ainsi d'une méthode présente dans de nombreuses industries mais en particulier dans celles de la fabrication de tubes et de la maintenance de pièces métalliques conductrices.

La répartition et l'intensité des courants de Foucault dépendent de la conductivité électrique σ , de la perméabilité magnétique μ , de la fréquence de travail f , de la géométrie du matériau à contrôler, du couplage entre le capteur et le matériau et d'éventuels défauts dont la présence se manifeste à travers une combinaison complexe des paramètres précédents. Le procédé de contrôle par courants de Foucault permet donc d'effectuer des contrôles dimensionnels, des contrôles de l'état de santé et de réaliser des caractérisations métallographiques [Shull, 2002]. Le contrôle dimensionnel s'applique à des mesures d'épaisseur de revêtement (ex : peinture, dépôt électrolytique) et la détermination des caractéristiques géométriques du matériau (ex : l'épaisseur de petits tubes ou de plaque). Le contrôle de santé recherche la présence de défauts (fissures, inclusions,...). Le contrôle métallographique est destiné à discriminer les matériaux, de dureté, de composition chimique ou de structure métallographique différente. Les principaux avantages et inconvénients des courants de Foucault sont répertoriés dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : principaux avantages et inconvénients des courants de Foucault.

Avantages des courants de Foucault	<ul style="list-style-type: none"> • la sensibilité à de nombreuses caractéristiques d'un matériau conducteur électrique : la présence de défauts, sa composition, sa dureté, sa conductivité, sa perméabilité, etc... • la compacité de l'appareil de mesure • l'absence de consommables • l'adaptabilité des paramètres de mesure (type de sonde et fréquence d'excitation) en fonction des conditions expérimentales • la possibilité d'automatiser complètement le procédé
Inconvénients des courants de Foucault	<ul style="list-style-type: none"> • la limitation aux seuls matériaux conducteurs • la nécessité de s'assurer que seul le paramètre recherché a une influence sur la mesure • une sensibilité optimale limitée aux seuls paramètres de surface ou faiblement subsurfaciques

1.7.1.2 Magnétoscopie

Cette méthode est bien adaptée à la détection de défauts débouchants ou proches de la surface d'un matériau magnétique, en particulier les aciers ferritiques et les autres alliages ferreux [Muller, 1957]. La figure 1.20 illustre le principe de l'examen par magnétoscopie.

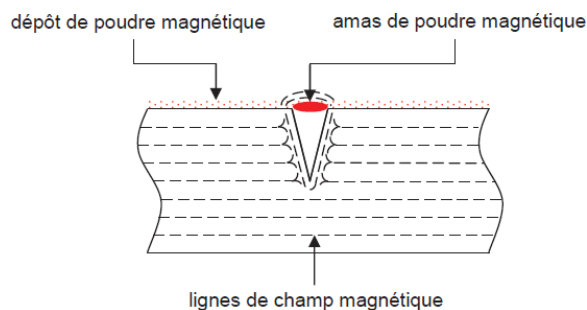


Figure 1.20 : principe de l'examen par magnétoscopie [Faëse, 2013].

La magnétoscopie est basée sur la présence de lignes de champ magnétique en surface ou proche de la surface de l'échantillon à examiner, celles-ci devant être perpendiculaires au défaut recherché pour une détection optimale. A l'approche d'une discontinuité, les lignes de champ se déforment et engendrent un flux de fuite à forte différence de potentiel magnétique. Simultanément à l'aimantation, une poudre magnétique telle que de la poudre de fer ou de magnétite est déposée sur la surface de l'échantillon. Les particules de cette poudre baignent en général dans un liquide, ce qui leur assure une meilleure mobilité à la surface de l'échantillon et leur permet ainsi de s'accumuler à l'endroit du défaut. La poudre est colorée dans le visible (généralement en rouge ou en noir grâce à une oxydation) ou revêtue d'une substance fluorescente dans l'ultraviolet. Le choix de la coloration dépend de l'échantillon, l'objectif étant d'assurer le meilleur contraste possible entre la couleur de celui-ci et la couleur de la poudre magnétique. L'examen visuel permet de repérer les défauts soit directement (dans le cas de poudre colorée dans le visible) soit par fluorescence (dans le cas d'un revêtement émettant dans l'ultraviolet).

Afin d'optimiser le contrôle, la magnétoscopie nécessite également une préparation de l'échantillon (nettoyage voire démagnétisation préalable). De la même façon, le contrôle est suivi d'une phase de nettoyage et de démagnétisation pour éliminer l'aimantation résiduelle.

La principale difficulté de la magnétoscopie réside dans la génération du flux magnétique à l'intérieur de l'échantillon à tester. La méthode la plus simple consiste à appliquer un aimant permanent à la surface de l'échantillon. Toutefois, le champ magnétique ainsi généré présente l'inconvénient de ne pouvoir être maîtrisé précisément du fait d'un positionnement non reproductible de l'aimant sur la surface et de la variation d'intensité du champ magnétique qui en résulte.

Afin de pouvoir maîtriser l'intensité du champ magnétique généré, celui-ci est donc généralement produit électriquement par le passage d'un courant électrique soit directement dans l'échantillon soit indirectement grâce à un électroaimant. Dans le cas d'un courant continu, donc d'un champ magnétique continu, ce dernier va être sensible à la fois aux défauts surfaciques et subsurfaciques. A l'inverse,

l'utilisation d'un champ magnétique alternatif généré à partir d'un courant de même nature va induire un effet de peau et privilégier ainsi la détection de fissures débouchantes de petites dimensions. Les principaux avantages et inconvénients de la magnétoscopie sont répertoriés dans le tableau 1.3.

Tableau 1.3 : principaux avantages et inconvénients de la magnétoscopie.

Avantages de la magnétoscopie	<ul style="list-style-type: none"> • la simplicité de mise en œuvre • la possibilité d'automatiser le procédé, à l'exception de l'examen visuel
Inconvénients de la magnétoscopie	<ul style="list-style-type: none"> • la limitation aux matériaux ferromagnétiques • la sensibilité aux seuls défauts surfaciques ou subsurfaciques • l'insensibilité aux défauts colinéaires aux lignes de champ magnétique • l'utilisation de produits chimiques pouvant être nocifs

1.7.1.3 Microscopie à force atomique (Atomic Force Microscopy, AFM)

La microscopie à force atomique permet de réaliser des cartographies tridimensionnelles des dépôts en couches minces. L'utilisation de cette méthode permet la visualisation de la topographie de surface des couches déposées, déterminer leur rugosité et estimer la taille moyenne des grains. Cette technique repose sur les interactions entre la surface analysée et une sonde composée d'une très fine pointe montée sur un microlevier (cantilever). Un potentiel d'interaction est donc généré entre la pointe et la surface (fig 1.22). Il s'agit de mesurer les forces d'interaction entre les atomes de la pointe et ceux de la surface à partir de la déflexion du cantilever. Le microscope à force atomique peut fonctionner en deux modes : le mode contact et le mode contact intermittent ou aussi tapping. Le mode contact présente deux types de forces d'interaction entre la pointe et la surface. La première force est attractive de type Van der Waals. La seconde est répulsive due à la répulsion coulombienne des électrons de chaque surface. Cette force domine la force attractive lorsque la distance entre la pointe et la surface de l'échantillon est de quelques nanomètres (fig 1.22). En fonction de la distance séparant la pointe de l'échantillon, des forces attractives de type Van der Waals et répulsives de type électroniques vont modifier la courbure du microlevier. Ces déplacements sont détectés par la déflexion d'un rayon laser se réfléchissant sur le levier (fig 1.21). Le mode contact peut être effectué à force constante ou à hauteur constante. Dans le cas du mode contact à force constante, le balayage de la pointe sur la surface de l'échantillon est assuré au moyen d'un tube piézoélectrique en céramique, le levier ne bouge pas. Lors du balayage, une boucle d'asservissement permet de maintenir constante la force d'interaction pointe-surface. Les variations de la tension du piézoélectrique sont directement proportionnelles aux variations de la hauteur de la surface, C'est ainsi que la topographie de la surface à analyser est obtenue. Le mode tapping consiste à osciller le micro levier à sa première fréquence de résonance (200 à 300 kHz). La pointe entre en contact avec la surface de façon discontinue et que durant les points de mesures. Les forces d'interaction pointe-surface modifient l'amplitude de ces oscillations. Ce sont les variations de l'amplitude de ces oscillations qui pilotent l'asservissement de la position de la pointe lors du balayage.

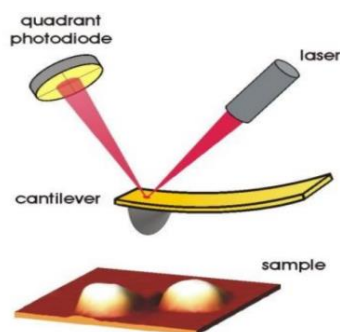


Figure 1.21 : Schéma de principe du fonctionnement de l'AFM [Wasa et al, 2011].

Deux types majeurs de rugosité peuvent être déterminés grâce aux images de la topographie de l'échantillon. La rugosité R_{MS} (Root Mean Square) qui correspond à la rugosité moyenne quadratique de la surface et la rugosité R_a qui correspond à la rugosité de la surface par rapport au plan moyen. Ils s'expriment de la façon suivante :

$$(Rms)^2 = \frac{1}{S} \iint (Z(x,y)^2 - \bar{Z}^2) dx dy \quad \text{Eq (1.5)}$$

$$\bar{Z} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z(x,y) \quad \text{Eq (1.6)}$$

$$R_a = \frac{1}{S} \iint Z(x,y) dx \quad \text{Eq (1.7)}$$

Avec $Z(x,y)$ est la hauteur du point (x,y) par rapport au plan moyen de la surface, \bar{Z} est la valeur moyenne de la hauteur et S est la surface balayée par la pointe.

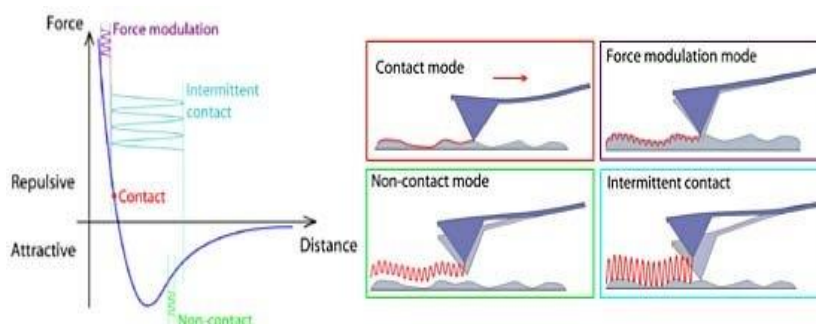


Figure 1.22 : Potentiel d'interaction généré entre la pointe et la surface à sonder [Wasa et al, 2011].

1.7.2 Méthodes CND/END utilisant des ondes élastiques ultrasonores pour la caractérisation des couches minces

Le contrôle par ultrasons est basé sur la transmission, la dispersion, la réflexion et l'absorption d'une onde ultrasonore (de volume, de surface ou guidée) se propageant dans la pièce à contrôler. Le train d'onde émis se réfléchit sur les défauts ou limites de la pièce puis revient vers le transducteur (mono ou multiélément, qui joue souvent le rôle d'émetteur et de récepteur). L'interprétation des signaux permet de positionner le défaut et de définir ses dimensions [Kundu, 2004]. Dans le cas des ondes de volume, fortement employées dans l'industrie, la sensibilité des mesures dépend principalement de la nature du défaut (par exemple plus sensible aux fissures qu'aux porosités) et peu de son orientation. Les ultrasons

sont employés pour la détection en temps réel de défauts en surface et au cœur de nombreux matériaux (métaux, composites, plastiques, bois, etc.), mais peuvent également servir à la mesure d'épaisseur et à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux par des mesures de vitesse de propagation et d'atténuation.

La nanométrie en couches minces est un domaine émergent en nanoscience. Comme la synthèse, le traitement et les applications des films minces nanostructurés nécessitent une connaissance approfondie de leurs propriétés mécaniques et géométriques. L'énergie élastique d'une onde acoustique de surface (SAW) se propageant sur un milieu solide, se concentre à l'interface entre le solide et l'air. Les ondes acoustiques de surface à hautes fréquences avec des longueurs d'ondes de l'ordre de quelques micromètres sont un outil extraordinaire pour une caractérisation qualitative et quantitative des films minces.

Dans le domaine de la nanotechnologie, la réalisation de films minces nanostructurés et leur intégration sur des systèmes jouent un rôle important pour leurs applications industrielles. L'étude quantitative des propriétés mécaniques des films minces est un axe de recherche majeur en particulier dans le secteur de la microélectronique industrielle. Les propriétés élastiques d'un film mince étant fortement affecté par son épaisseur, des techniques sont développées pour la caractérisation de couches minces [Whitehouse, 2003]. Les ondes acoustiques de surface sont des ondes dispersives offrant la possibilité de caractériser les couches minces d'une manière non destructive. Lors de la propagation des ondes acoustiques de surface sur un système couche/substrat, leurs vitesses de phases et amplitudes sont fortement influencées par l'épaisseur et les propriétés élastiques du film mince.

Les ondes acoustiques de surface (SAW) également appelées ondes de Rayleigh, sont des ondes élastiques qui se propagent sur la surface d'un solide semi-infini. Elles consistent en un déplacement longitudinal et de cisaillement couplés ensemble et se propagent à la même vitesse, les deux composantes sont en quadrature de phase pour que le plan de polarisation soit elliptique. En particulier, la rotation du vecteur de déplacement est dans le sens antihoraire (rétrograde) à la surface du matériau et dans le sens horaire (progressif) sous la surface [Farnell, 1978], [Biryukov, 1995]. L'amplitude des vibrations provoquées par les SAW est plus élevée en surface du matériau et diminue d'une manière exponentielle dans le matériau. A une profondeur correspondant à quelques longueurs d'onde l'amplitude des vibrations diminue à $1/e$ par rapport à la valeur qu'elle a sur la surface du matériau. Cette distance à la surface du matériau est définie comme la profondeur de pénétration des SAW. Plus la fréquence est élevée plus l'énergie des SAW est concentrée dans une couche mince commençant à la surface de l'échantillon. Cela rend les SAW très sensibles aux caractéristiques mécaniques de la surface. Par conséquent, les SAW en hautes fréquences sont un outil non destructif puissant pour la caractérisation de couches minces déposées sur un substrat, dont le film à caractériser pourrait être beaucoup plus fin que la profondeur de pénétration de l'onde. Alors que pour un échantillon complètement homogène la vitesse des SAW est constante, les SAW se propageant sur une couche

mince déposée sur un substrat sont dispersives, car la vitesse des SAW est fonction à la fois de la fréquence des SAW et de l'épaisseur de la couche mince, et aussi des propriétés élastiques de la couche.

Il existe plusieurs méthodes pour générer des SAW, mais lorsqu'on caractérise des films minces certaines contraintes physiques interviennent, par exemple (les dimensions des échantillons, nature du matériau du film mince (métallique, polymère...), anisotropie, etc.) réduisant le choix de méthodes. Dans la suite nous allons présenter quelques méthodes qui exploitent les SAW.

1.7.2.1 Microscopie acoustique, $V(Z)$

La microscopie acoustique est une méthode d'imagerie et de caractérisation dédiée à l'inspection et au contrôle non destructif des matériaux. Cette technique utilise des ondes mécaniques ultrasonores à différentes fréquences (de quelques MHz à quelques GHz) pour reconstituer des images de la structure interne de matériaux, optiquement opaques, avec des résolutions d'image du millimètre au micromètre. Les applications sont nombreuses car cette méthode permet aussi bien de détecter des défauts (décollements, délaminations, fissures, zone de vide) dans des assemblages de matériaux multicouches, que de mesurer des propriétés mécaniques des matériaux mis en jeu (densité, élasticité, viscosité, porosité). La microscopie acoustique touche les domaines du contrôle de qualité et d'analyse de défaillance de tous les secteurs d'activité (microélectronique, aéronautique, spatial, automobile, ferroviaire, métallurgie, industries, etc.). Dans un microscope acoustique, les ultrasons sondent la cohésion de la matière et sont influencés par les propriétés mécaniques (densité, rigidité, viscosité...) en chaque point du matériau. Les variations de ces propriétés affectent l'amplitude et la phase des ondes ultrasonores du faisceau incident.

La microscopie acoustique est une technique basée fondamentalement sur la méthode impulsion-écho où les SAW jouent un rôle central à la fois dans l'intensité et la phase du signal réfléchi. L'élément le plus important dans un microscope acoustique est la lentille acoustique en saphir, figure 1.23 [Kushibiki 1981 et 1985], [Duquennoy, 1995], [Bourse, 2012]. (Annexe 1)

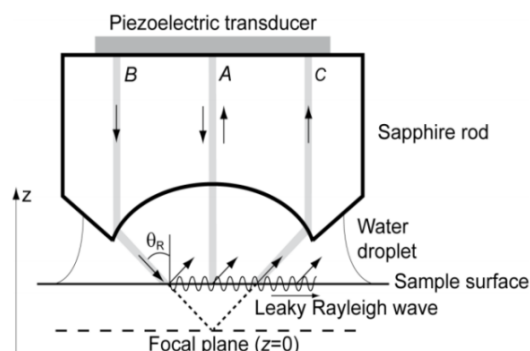


Figure 1.23 : Esquisse de la lentille acoustique et du modèle optique simplifié pour montrer l'origine physique de la courbe $V(z)$.

Les principaux avantages et inconvénients de la microscopie acoustique sont répertoriés dans le tableau 1.4.

Tableau 1.4 : principaux avantages et inconvénients de la microscopie acoustique.

<p>Avantages de la microscopie acoustique</p>	<ul style="list-style-type: none"> • La possibilité d’imager les structures subsurfaces des matériaux opaques (sans préparation de surface minutieuse : ex sans attaque chimique) • Le caractère non destructif de la technique pour la plupart des matériaux (ultrasons de faible intensité, de qq. mW à qq. 100 mW) • Les images acoustiques obtenues contiennent des informations relatives aux propriétés mécaniques et à la microstructure des matériaux (densité, élasticité, viscosité, porosité, adhérence, topographie, ...) : c’est donc aussi une méthode de caractérisation microstructurale • Un meilleur contraste qu’en optique dans certaines situations particulières : exemple interface Verre/Plexigla aussi transparents l’un que l’autre mais offrant un contraste important en acoustique
<p>Inconvénients de la microscopie acoustique</p>	<ul style="list-style-type: none"> • La nécessité d’utiliser un couplant • La difficulté de caractériser les échantillons de petite section

1.7.2.2 Acoustique picoseconde

La technique d’acoustique picoseconde a été mise au point en 1984 à l’université de Brown (USA) par H. J. Maris et ses collaborateurs [Thomsen, 1984]. Elle découle de l’observation lors d’une expérience de pompe-sonde optique sur un film mince d’As₂Te₃ d’une oscillation amortie dans la transmittivité. Maris attribue cette oscillation à la vibration mécanique de cette fine couche. La période T est reliée à la vitesse du son C₁ et à l’épaisseur e_p suivant la relation :

$$T = \frac{2 e_p}{C_1} \quad \text{Eq (1.8)}$$

qui correspond au temps d’aller et retour d’une onde acoustique longitudinale dans le film. Les possibilités de cette méthode pour la mesure d’épaisseurs, de vitesses du son ou d’atténuation hypersonore furent rapidement montrées [Thomsen, 1986]. Parallèlement, ces possibilités métrologiques ont été brevetées [Tauc, 1987] et sont aujourd’hui exploitées par l’industrie micro-électronique pour le contrôle non-destructif de couches minces (submicroniques). Aujourd’hui, ce schéma pompe-sonde optique est largement diffusé à travers le monde, il constitue le seul moyen de générer des ondes acoustiques de fréquences aussi élevées (1 GHz-1 THz) et de résoudre temporellement leur propagation.

L’acoustique picoseconde est une technique pompe-sonde résolue en temps permettant de générer et détecter des ondes acoustiques de très hautes fréquences, du GHz au THz, à l’aide de lasers impulsionsnels. Une source laser dont la durée des impulsions peut être femto ou picoseconde est utilisée

pour fournir un premier faisceau intense appelé pompe, focalisé sur la surface à étudier. L'absorption de l'impulsion pompe par l'échantillon génère suivant plusieurs mécanismes une contrainte élastique qui se propage, une onde acoustique. Ces ondes se propagent dans les matériaux et se réfléchissent sur toutes les interfaces rencontrées. A leur passage, elles modifient localement les propriétés optiques des matériaux si bien que la réflectivité totale de l'échantillon varie au cours du temps. C'est cette variation de réflectivité qui est détectée par un second faisceau moins intense, la sonde. La sonde est retardée par rapport à la pompe grâce à un miroir monté sur un plateau mobile qui permet de fixer le délai entre ces deux impulsions. Elle est ensuite focalisée au même point que la pompe sur l'échantillon et renvoyée après réflexion vers une photodiode. La durée des phénomènes acoustiques détectés ici étant de l'ordre de la picoseconde, il serait impossible de les résoudre directement avec la photodiode. En revanche, grâce à la possibilité de fixer le délai entre pompe et sonde il est possible de mesurer la réflectivité de la surface à un instant donné après l'absorption de la pompe. En répétant l'expérience pour différentes positions du miroir mobile on reconstruit la réflectivité transitoire en fonction du temps, c'est le principe du pompe-sonde (fig 1.24). (Annexe 1).

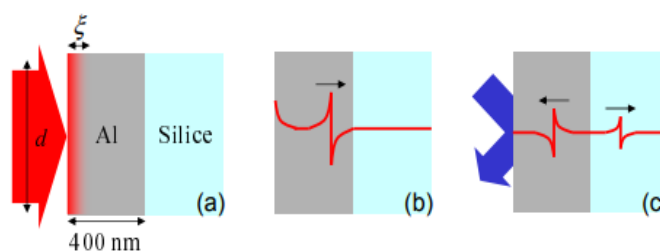


Figure 1.24 : Principe de l'acoustique picoseconde. (a) L'impulsion pompe génère une déformation. (b) Cette déformation se propage dans les couches de l'échantillon et se réfléchit sur les interfaces. (c) Une seconde impulsion sonde l'état de réflectivité après un temps variable de propagation.

Les principaux avantages et inconvénients de la technique acoustique picoseconde sont répertoriés dans le tableau 1.5.

Tableau 1.5 : principaux avantages et inconvénients de l'acoustique picoseconde.

<p>Avantages de l'acoustique picoseconde</p>	<ul style="list-style-type: none"> • L'acoustique picoseconde est une technique qui permet de contrôler et d'imager à l'aide d'ultrasons des structures avec des résolutions spatiales de quelques nanomètres. • La méthode ne nécessite pas l'utilisation d'agents chimiques, ce qui la rend facile à mettre en œuvre ; • Elle est non ionisante, ce qui la rend compatible avec l'étude d'organismes vivants.
<p>Inconvénients de l'acoustique picoseconde</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Le coût du dispositif de mesure • Les conditions de sécurité liées à l'utilisation des lasers • Besoin de déposer une couche mince métallique pour générer les ondes acoustique dans le cas des matériaux transparents vis-à-vis des ondes électromagnétiques

1.7.2.3 Ultrasons Laser

L'emploi des techniques d'optoacoustique pour le diagnostic des propriétés élastiques des matériaux et de manière plus générale pour le contrôle non destructif de couches minces 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. 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 la structure 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 et 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 CO₂ permettent de couvrir un large spectre de fréquence et représentent les sources les plus utilisées.

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. 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.

Que ce soit en mode thermoélastique ou en mode ablatif, une particularité des ultrasons laser générés dans un matériau semi-infini placé dans le vide réside dans la présence simultanée de tous les types d'ondes élastiques : l'onde de Rayleigh en surface, les ondes de volume longitudinales et transversales ainsi que l'onde de tête. Le résultat de modélisation par éléments finis illustré sur la figure 1.25 représente une vue en coupe de l'échantillon où figure l'amplitude du déplacement normal des ondes générées par laser dans un substrat de silicium obtenu au temps $t = 0,3 \mu\text{s}$. Le substrat est considéré comme isotrope. Il met clairement en évidence les différentes ondes se propageant à l'intérieur du matériau.

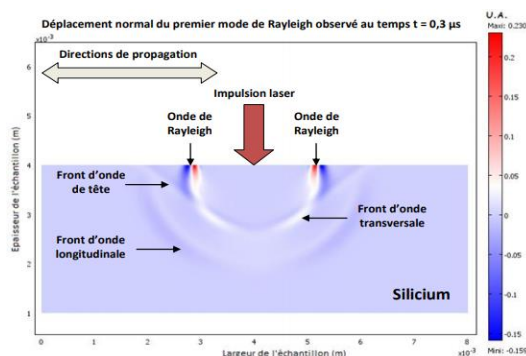


Figure 1.25 : Simulation par éléments finis du déplacement normal des ondes acoustiques engendrées dans un substrat de silicium considéré comme isotrope en régime thermoélastique [Fourez, 2013].

Le code de couleur montre que l'onde de surface est mieux générée que les ondes de volume en régime thermoélastique. Nous observons aussi clairement la présence de l'onde de tête. Le déplacement normal de l'onde de Rayleigh se propageant sur le substrat de silicium, obtenu à partir de cette simulation, est représenté à la figure 1.26.

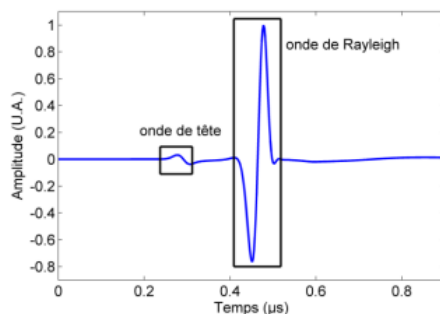


Figure 1.26 : Déplacement normal associé à l'onde de Rayleigh calculé par éléments finis sur un substrat de silicium considéré comme isotrope [S. Fourez, 2013].

Les principaux avantages et inconvénients de la technique ultrasons laser sont répertoriés dans le Tableau 1.6.

Tableau 1.6 : principaux avantages et inconvénients de l'acoustique picoseconde.

Avantages des ultrasons laser	<ul style="list-style-type: none"> • Une bande passante importante • La génération et la détection des ultrasons sans contact et à distance • La capacité à tester des échantillons chauds, en mouvement, en milieu hostile et/ou ayant une géométrie complexe • La génération simultanée de tous les types d'ondes de volume et de surface • La nécessité de n'accéder qu'à une seule face de l'échantillon à tester • L'absence de consommables nocifs
Inconvénients des ultrasons laser	<ul style="list-style-type: none"> • Les conditions de sécurité liées à l'utilisation des lasers • Le coût relativement élevé de l'ensemble du matériel par rapport aux techniques traditionnelles • La sensibilité du dispositif aux vibrations mécaniques

1.8 Ondes acoustiques de surface induites par transducteurs interdigités hautes fréquences (IDT-HFSAW) employés pour le contrôle non destructif (CND) et pour la caractérisation des couches minces

On pourrait s'interroger sur l'intérêt d'utiliser des transducteurs larges bandes et hautes fréquences, c'est un point essentiel dans le cadre de cette thèse. En effet pour la caractérisation des couches minces nous nous intéressons à la dispersion des ondes de surface, en d'autres termes nous cherchons à déterminer les variations des vitesses de phase des ondes de surface de type Rayleigh dans des structures de type couche sur substrat. Compte tenu des précisions de mesure et des méthodes d'inversion, il est nécessaire d'avoir une variation de vitesse suffisante pour obtenir des caractéristiques (ρ , e_p , E , ν) avec des précisions acceptables.

Pour illustrer ceci prenons par exemple deux courbes de dispersion (fig 1.27 et 1.28) obtenues à partir d'un matériau de type couche sur substrat (400 nm d'or sur substrat de silicium). Pour une analyse sur une bande de fréquences allant de 0 à 10 MHz (comme on pourrait le faire avec des capteurs à coin), nous pouvons observer une variation de la vitesse de phase 60 m/s. Par contre en augmentant la bande de fonctionnement des capteurs jusqu'à 260 MHz, la variation en vitesse passe de 60 m/s à 750 m/s. La caractérisation de la couche et du substrat devient alors possible.

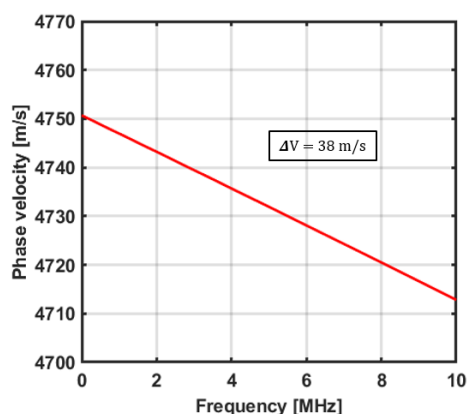


Figure 1.27 : Exemple de courbe de dispersion dans la bande 0 – 10 MHz obtenue à partir d'une structure de type couche sur substrat

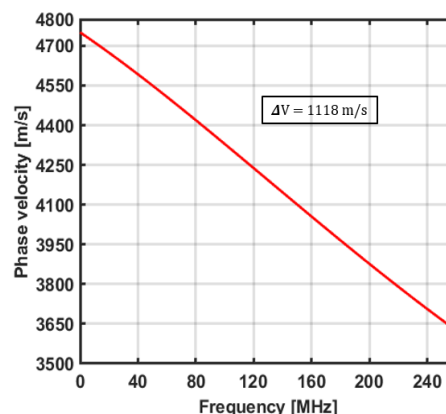


Figure 1.28 : Exemple de courbe de dispersion dans la bande 0 – 260 MHz obtenue à partir d'une structure de type couche sur substrat

Dans la littérature scientifique, nous retrouvons assez peu d'articles concernant l'utilisation des transducteurs interdigités pour la caractérisation et le CND. Intrinsèquement, les transducteurs interdigités à ondes de surface sont obtenus par le dépôt de deux paires d'électrodes interdigitées (une pour l'émetteur et l'autre pour le récepteur) sur une lame piézoélectrique permettant de générer et de détecter directement les ondes de surface sur cette dernière. Ce concept a très largement été utilisé dans le domaine de l'électronique comme dispositif de traitement du signal [Tancrell, 1969], [Holland, 1974] car les ondes de Rayleigh peuvent être excitées très efficacement [Hurley, 1999] sur ce type de structure

même pour des fréquences importantes de plusieurs gigahertz. Cependant, ce type de transducteur associe, sur une même lame piézoélectrique, les électrodes pour la génération des ondes de surface et les électrodes pour leur détection ; il n'est donc pas trivial d'utiliser ce type de transducteur pour remplacer les transducteurs à coin ou à peigne parce que les ondes de Rayleigh générées se propagent à la surface du substrat piézoélectrique lui-même, et non sur la surface du matériau à étudier.

Dans ce travail de thèse dédié à la caractérisation non destructive par ultrasons des couches minces, nous nous distinguons assez nettement de ces travaux antérieurs puisque nous nous sommes non pas intéressés à la détection de défauts mais plutôt aux possibilités qu'offrent les IDT pour caractériser des structures à couches minces à partir des ondes de surface à hautes fréquences. Nous avons privilégié un simple contact entre le transducteur émetteur et les échantillons via un couplant ce qui donne bien évidemment la possibilité d'utiliser les transducteurs interdigités avec les mêmes facilités que les transducteurs classiques. Ces IDT sont donc parfaitement compatibles pour le contrôle non destructif de couches minces et peuvent s'appliquer à de nombreux cas de figures. Enfin, les ondes de Rayleigh que nous avons exploitées se situent dans une gamme spectrale assez peu envisagée par les techniques ultrasonores avec contact et sans immersion de la structure analysée, car nous comptons générer et détecter des ondes en haute fréquence sur une très large gamme de fréquence [20 – 260] MHz.

Dans une étude précédente [Deboucq, 2011, 2012], [Duquennoy, 2014], il a été montré que les transducteurs IDT convenaient pour générer des SAW sur une large gamme de fréquence. Toutefois il avait été choisi de privilégier des IDT à bandes étroites ce qui imposait de concevoir et d'exploiter un transducteur par point de mesure (pour une fréquence donnée). Afin de limiter les temps de réalisation et les temps de mesure ainsi que les manipulations lorsqu'on travaille sur une large gamme de fréquences, nous avons choisi de développer et de réaliser des transducteurs large bande afin d'obtenir une multitude de valeurs de vitesses sur toute la bande de fonctionnement avec un seul transducteur.

La dispersion de la vitesse de phase des ondes acoustiques de surface est utilisée afin d'extraire les informations sur l'épaisseur de la couche, sa densité ou encore ses paramètres élastiques [Neubrand et Hess, 1992]. Les ondes de surface se propagent parallèlement à la surface à étudier, elles interagissent de manière significative avec une couche d'une épaisseur beaucoup inférieure à leur longueur d'onde. Elles sont donc idéales pour la détermination des propriétés élastiques des couches minces. L'utilisation des transducteurs interdigités piézoélectriques présentent de nombreux avantages. D'une part, la méthode IDT-HFSAW est assez large bande [20-260] MHz dans le cadre de ce projet de thèse pour l'étude de la dispersion des vitesses de phase, ce qui nous a permis de caractériser des couches minces ultrafines d'épaisseur égale à 5 nm. Les principaux avantages et inconvénients de la méthode IDT-HFSAW sont répertoriés dans le Tableau 1.7.

Tableau 1.7 : principaux avantages et inconvénients de la méthode IDT-HFSAW.

<p>Avantages de IDT-HFSAW</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Possibilité de générer des ondes acoustiques de surface en large bande passante avec un seul transducteur (Chirp) • Caractérisation de couches minces opaques et transparentes (sans avoir recours à un dépôt d'une fine couche métallique) • Faible coût de la fabrication des transducteurs interdigités en salle blanche • Absence de l'augmentation de la température locale (polymérisation des résines) • Applicabilité aux matériaux conducteurs et non conducteurs • Le couplant ne modifie pas les propriétés physicochimiques des couches à caractériser (contact transducteur-échantillon sur une surface limitée) • Sécurité de l'opérateur (absence de lasers avec une grande puissance, l'absence de consommables nocifs)
<p>Inconvénients de IDT-HFSAW</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Un contact est nécessaire pour transférer les SAW sur la structure à caractériser • La difficulté de caractériser les échantillons de petite dimension • La nécessité d'utiliser un couplant

1.9 Conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons passé en revue les généralités concernant les couches minces, leur fabrication et leur défaut. Ensuite nous avons présenté l'intérêt des couches et des revêtements minces et nous avons décrit les principales méthodes destructives et non destructives utilisées pour la caractérisation des structures couches sur substrat. Tout d'abord, un tour d'horizon des principales techniques CND et END employées actuellement.

L'utilisation des couches minces dans des systèmes de plus en plus performants et complexes oblige à une bonne connaissance des caractéristiques structurelles, optiques, électriques et surtout mécaniques de celles-ci. La variation des paramètres élastiques ou de l'épaisseur entraîne un changement des propriétés physiques. Il apparaît alors nécessaire d'effectuer un contrôle de ces paramètres.

Afin de connaître le contexte technique et de situer le projet, les principales techniques classiques utilisées pour générer et détecter les ondes acoustiques de surfaces dans des structures couches sur substrat ont été rappelées. A partir de là, il était possible d'évoquer les développements scientifiques, sur lesquels s'est appuyé la technique développée dans le cadre de ce travail, à savoir la conception, l'optimisation et l'utilisation des transducteurs interdigités permettant de générer des SAW en large bande de fréquences, et les appliquées pour la caractérisation des propriétés mécanique et dimensionnelles des structures stratifiées (couche/substrat). L'ensemble de cette partie a permis de rappeler le contexte scientifique et technique et de positionner la méthode IDT-HFSAW au sein des

techniques ultrasonores existantes dans le domaine du contrôle non destructif. Avant d'expliquer de manière plus approfondie la méthode IDT-HFSAW employée pour caractériser les couches et les revêtements minces et le fonctionnement du système expérimental au chapitre 3, il est nécessaire de rappeler les caractéristiques et le comportement des ondes guidées et en particulier le premier mode de Rayleigh dans les différents matériaux utilisés. Ceci est l'objet du chapitre 2.

2 Chapitre 2 : Propagation des ondes acoustiques de surface sur les structures de type couche sur substrat

Table des matières

2.1	Introduction.....	38
2.2	Rappels théoriques sur la mécanique des milieux continus	38
2.3	Rappel sur les ondes de volume en milieu infini	40
2.1.1	Les ondes de Rayleigh.....	43
2.1.2	Onde de Love.....	44
2.2	Intérêt de l'application des ondes de Rayleigh pour la caractérisation des couches minces.....	45
2.3	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans les structures de type couche sur substrat	47
2.3.1	Films et substrats isotropes (système monocouche)	47
2.3.2	Substrats anisotropes	51
2.4	Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh.....	52
2.3.1	Les différents modes de propagation de l'onde de Rayleigh	53
2.5	Conclusion	58

2.1 Introduction

Dans ce chapitre sont faits, dans un premier temps, quelques rappels théoriques sur la mécanique des milieux continus dans le domaine élastique. Ensuite est abordée la description des caractéristiques des ondes de volumes et des ondes guidées, en particulier les ondes de surface de type Rayleigh, qui se propagent dans les structures de type couche sur substrat. Dans la deuxième partie, un bref rappel sur la propagation des ondes ultrasonores dans le cas d'un milieu homogène et isotrope sera fait. La loi de Hooke et l'équation de propagation des ondes élastiques de volume seront alors exposées. Nous nous intéresserons ensuite plus particulièrement aux propriétés des ondes de surface de type Rayleigh. Cette dernière, découverte par Lord Rayleigh en 1885 se propage à la surface d'un milieu semi-infini et devient dispersive lorsqu'une couche est déposée sur celui-ci. La vitesse de propagation de cette onde dépend alors de sa fréquence. C'est pourquoi, nous nous attarderons sur l'étude de la propagation des ondes de Rayleigh dans les structures du type couche mince sur substrat. La relation de dispersion sera déterminée et divers exemples de résolutions numériques seront présentés. Dans cet objectif, les courbes de dispersion théoriques de structures isotropes du type couche/substrat seront obtenues via un programme développé et validé au sein de notre laboratoire sur des exemples bien connus. Ce rappel permet, entre autre, de comprendre le principe de la méthode de caractérisation par la méthode IDT-HFSAW utilisée dans le cadre de ce travail de thèse qui permet de déterminer les propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces déposées sur un substrat.

2.2 Rappels théoriques sur la mécanique des milieux continus

Considérons un solide déformable (S) repéré dans une base orthonormée directe $(0, \mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$. Sous l'effet d'actions mécaniques extérieures, le solide se déforme de manière continue. Il est alors possible de définir le tenseur des déformations $\mathbf{\varepsilon}$ traduisant la variation des champs de déplacement des points du solide. Dans l'hypothèse des petites déformations des solides élastiques, dans laquelle s'inscrit l'acoustique linéaire, les termes du deuxième ordre et supérieur sont négligés par rapport à ceux du premier ordre. Les composantes du tenseur des déformations s'écrivent alors :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad i, j = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.1)}$$

Il s'agit d'un tenseur de rang 2, symétrique, ne contenant par conséquent que 6 composantes indépendantes. L'ordre des indices n'étant pas significatif, on utilise généralement une notation plus simple qui consiste à remplacer la matrice de 9 éléments par un vecteur colonne à 6 composantes [Royer et Dieulesaint, 1996].

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix} \quad \text{Eq (2.2)}$$

Avec la convention classique de contraction des indices :

$\alpha = 1, 2, 3, 4, 5, 6$ respectivement pour $(i, j) = (1,1), (2,2), (3,3), (2,3), (1,3), (1,2)$.

Dans le solide déformé apparaissent également des tensions mécaniques appelées contraintes qui tendent à ramener le solide dans son état de repos et assurent l'équilibre de la matière. Ainsi, il est également possible de définir le tenseur des contraintes σ qui, en vertu de l'équation d'équilibre des moments des forces exercées sur un élément de volume du solide considéré, est lui aussi symétrique. Il ne contient donc que 6 composantes indépendantes et peut être écrit, avec la même convention d'indices que celle du tenseur des déformations, sous la forme d'un vecteur :

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} \quad \text{Eq (2.3)}$$

Les champs de déformations et de contraintes dans un milieu solide sont liés par les lois dites de comportement $\sigma = \sigma(\varepsilon)$, caractérisant le comportement mécanique du matériau. Dans le cadre de l'acoustique linéaire, c'est à dire dans le cas de petites déformations des solides élastiques, la relation entre contraintes et déformations est linéaire et est connue sous le nom de loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.4)}$$

Où C est un tenseur d'ordre 4 appelé tenseur de rigidité. A noter qu'on utilise la règle de sommation sur les indices répétés. Ce tenseur possède 81 composantes, mais du fait de la symétrie des tenseurs de contraintes et de déformations, ainsi que certaines propriétés thermodynamiques des solides [Royer et E. Dieulesaint, 1996], le nombre de ses composantes indépendantes se réduit à 21 ($C_{ijkl} = C_{jilk} = C_{klij} = C_{lkji}$). C'est le cas d'un matériau ne possédant aucune symétrie, le matériau triclinique, dont la relation de comportement, en utilisant la contraction des indices vue précédemment, s'écrit :

$$\sigma_\alpha = C_{\alpha\beta} \varepsilon_\beta \quad \alpha, \beta = 1, 2, 3, 4, 5, 6 \quad \text{Eq (2.5)}$$

Ou encore sous forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ & & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ & \text{sym.} & & & C_{55} & C_{56} \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad \text{Eq (2.6)}$$

2.3 Rappel sur les ondes de volume en milieu infini

Avant d'étudier la propagation des ondes guidées (principalement les modes de surface), il est nécessaire de commencer par quelques rappels sur la propagation des ondes de volumes en milieu infini. Les déplacements dans le matériau sont régis par l'équation du mouvement (deuxième loi de Newton) :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + f_i \quad i, j = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.7)}$$

Où f_i représente les composantes des forces de volume au sein du matériau, ρ la masse volumique, u_i et σ_{ij} , respectivement, les composantes du vecteur champ de déplacement et du tenseur des contraintes du matériau.

La propagation d'une onde correspond à un régime dynamique pour lequel les forces de volume (par exemple la pesanteur) sont généralement négligées. On se place également, dans le cadre de cette étude, dans le domaine de l'acoustique linéaire et sous l'hypothèse des petites perturbations. Ainsi, en l'absence de forces volumiques extérieures, l'équation du mouvement (2.7) associée à la loi de Hooke (2.4) conduit aux équations de propagation :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_j}{\partial x_k \partial x_l} \quad i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.8)}$$

Ce système de trois équations différentielles couplées admet une solution du type onde plane qui s'écrit sous la forme complexe suivante :

$$U_i(x, t) = A P_i e^{I(\omega t - kx)} \quad i = 1, 2, 3 \quad \text{et} \quad I^2 = -1 \quad \text{Eq (2.9)}$$

Où A est l'amplitude du déplacement de l'onde, P_i la composante du vecteur polarisation de l'onde suivant la direction i , $\omega = 2\pi f$ et f sont respectivement la pulsation et la fréquence, k le vecteur d'onde et x le vecteur position du point considéré (point où passe l'onde à l'instant t). k peut s'exprimer sous la forme :

$$k = \frac{\omega}{c} n \quad \text{Eq (2.10)}$$

avec c la célérité de l'onde et n le vecteur unité indiquant la direction de propagation du front d'onde.

En combinant les équations (2.8) et (2.9), l'équation de Christoffel est obtenue ce qui permet de déterminer la vitesse de phase et la polarisation des ondes planes se propageant dans un milieu infini :

$$(T_{ij} - \rho c^2 \delta_{il}) P_l = 0 \quad i, l = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.11)}$$

Avec δ_{il} il le symbole de Kroneker et T le tenseur de Christoffel dont les composantes s'écrivent sous la forme :

$$T_{il} = C_{ikjl}n_k n_j \quad i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad \text{Eq (2.12)}$$

Le vecteur polarisation P est donc vecteur propre du tenseur de Christoffel avec pour valeur propre ρc^2 . De part la symétrie de ce tenseur, il est possible de montrer que les trois vecteurs propres sont orthogonaux et associés à des vitesses de phase généralement distinctes. Dans le cas d'un matériau homogène isotrope, et par rapport à un repère cartésien dans lequel est établie et résolue l'équation de propagation, il existe ainsi trois valeurs propres de cette équation :

Une onde longitudinale de vitesse $c_L = \sqrt{\frac{C_{111}}{\rho}}$ et de polarisation parallèle à la direction de propagation de l'onde (fig 2.1(a)). Elle produit des déformations de type compression-traction.

Deux ondes transversales, de vitesse $c_T = \sqrt{\frac{C_{666}}{\rho}}$ et de polarisation perpendiculaire à la direction de propagation. La première est parfois appelée onde SV, « shear vertical » (figure 2.1(b)), et la seconde est appelée onde SH, « shear horizontal » (figure 2.1.c). Elles produisent des déplacements de type cisaillement.

Lorsqu'une contrainte est appliquée sur un solide, une déformation mécanique est induite au point d'application. Le matériau étant élastique, cette déformation génère des forces de rappel tout autour du point d'application et engendre de fait la propagation d'une perturbation mécanique dans toutes les directions. On parle de propagation d'une onde mécanique élastique car l'énergie transférée se propage dans le matériau sans transporter de matière et sans altérer de façon irréversible ses propriétés locales. Dans l'acier, la vitesse de propagation d'une perturbation mécanique est typiquement de l'ordre de 5800 (m/s). Cette vitesse correspond à la vitesse du son dans le matériau. Deux principaux types d'ondes peuvent se propager suite à l'impact : des ondes de volume et des ondes de surface. Les ondes de volume se propagent à l'intérieur du matériau et peuvent exister sous deux formes distinctes : les ondes longitudinales et les ondes transversales. Une onde longitudinale provoque une perturbation dont la direction est parallèle à la direction de propagation de l'onde. Un élément situé sur le trajet d'une onde plane progressive (OPP) longitudinale subit une succession de compressions et d'étirements dans le sens de la propagation. Une onde transversale provoque une perturbation dont la direction est comprise dans le plan perpendiculaire à la direction de l'onde. Un élément situé sur le trajet d'une OPP transversale oscille autour de son point d'équilibre, perpendiculairement au sens de propagation de l'onde. Un plan étant défini par deux vecteurs non-colinéaires, deux directions principales orthogonales peuvent être avantageusement choisies pour rendre compte de tous les états de polarisation possibles des ondes planes transversales qui se propagent selon une direction définie au sein d'un matériau. Pour une direction de propagation donnée, il faut donc considérer trois OPP : une OPP longitudinale et deux OPP transversales

(fig 2.1). La vitesse des OPP longitudinales est toujours plus grande que celles des OPP transversales. De plus, si les vitesses des deux ondes transversales sont égales dans le cas d'un solide isotrope, elles sont généralement différentes dans le cas anisotrope. En anglais, les ondes de volume portent le nom de « bulk waves ».

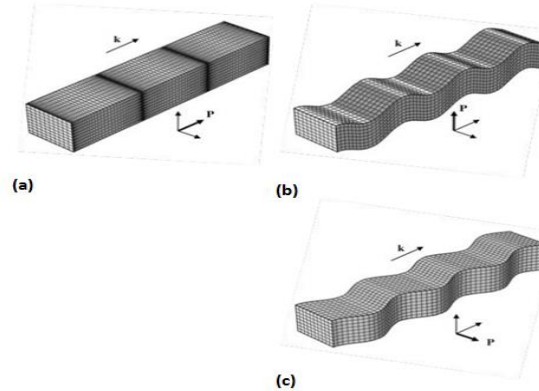


Figure 2.1 : Les trois types d'onde dans le cas d'un matériau homogène isotrope : (a) polarisation longitudinale, (b) polarisation transverse verticale, (c) polarisation transverse horizontale.

Dans la plupart des cas les ondes de volume ne peuvent pas se propager en surface car les perturbations physiques qu'elles y génèrent ne satisfont pas les conditions aux limites très particulières imposées par l'absence de matière au-dessus du chemin de propagation. Dans certains cas, une combinaison d'effets mécaniques et électriques permet cependant à certaines ondes de volume transversales (ou ondes de cisaillement) polarisées dans un plan parallèle à la surface de se propager très près de la surface voire en surface. Lorsque la matière subit un effort mécanique, elle se contracte (ou se dilate) perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué (fig 2.2). Cet effet est décrit analytiquement par le coefficient de Poisson ($\nu = \frac{(l_0 - l)/l_0}{(L_0 - L)/L_0}$). Lorsqu'une onde longitudinale se propage en surface, elle génère donc des contraintes perpendiculaires à la surface en plus des contraintes longitudinales. De même, une onde transversale polarisée dans le plan sagittal génère des contraintes longitudinales en plus des contraintes perpendiculaires à la surface. En combinant judicieusement les deux ondes (même vitesse et déphasage de $\pi/2$), il devient dès lors possible de compenser les contraintes perpendiculaires générées par l'une avec celles, opposées, générées par l'autre. Le couplage des deux modes de propagation permet alors de satisfaire à la condition de nullité des contraintes mécaniques perpendiculaires à la surface, imposée dans le cas d'une onde de surface par l'absence de matière au-dessus du chemin de propagation (continuité des contraintes).

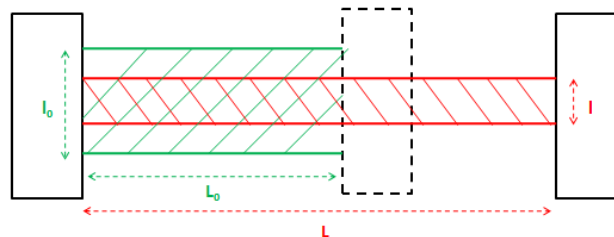


Figure 2.2 : Contraction transversale de la matière soumise à une force longitudinale (étirement).

L'onde qui résulte de ce couplage est une onde guidée par la surface dite 'de Rayleigh', bien connue depuis les travaux de Lord Rayleigh [Rayleigh, 1885]. La vitesse de propagation de ces ondes est toujours inférieure à la vitesse des ondes transversales de volume, car la rigidité de la surface de propagation est affaiblie par rapport à celle du volume, suite à l'absence de matière solide au-dessus de la surface. Comme nous le verrons plus en détails dans les sections suivantes, la vitesse d'une onde dans un corps solide homogène est en effet donnée par le rapport $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$, où E est la constante effective de rigidité du matériau et ρ sa densité volumique. Lorsque la rigidité du matériau diminue, la vitesse décroît aussi. En tant qu'onde de surface, l'onde de Rayleigh voit décroître rapidement l'amplitude de ses composantes longitudinales et transversales dans le volume. La propagation des ondes de Rayleigh n'est possible que sur une zone superficielle d'épaisseur comparable à la longueur d'onde, λ_R .

Les ondes de Rayleigh ne sont pas les seules ondes élastiques qui peuvent se propager à la surface de matériaux solides homogènes et d'épaisseur semi-infinie. Des ondes différentes se propagent dans certaines conditions d'orientation de la surface et du vecteur d'onde par rapport aux axes cristallins.

2.1.1 Les ondes de Rayleigh

Les ondes de Rayleigh ont été découvertes par Lord Rayleigh en 1885. Ces ondes possèdent deux composantes de déplacement mécanique dans le plan sagittal et remplissent les conditions aux limites mécaniques de surface libre. Néanmoins, la satisfaction des conditions mécaniques est une condition nécessaire mais pas suffisante pour avoir des ondes de surface. Les déplacements acoustiques résultent de la superposition d'une composante longitudinale et d'une composante transverse, déphasées de $\pi/2$. La profondeur de pénétration de l'onde dans le substrat est de l'ordre de la longueur d'onde λ . La figure 2.4 donne une représentation qualitative des ondes de Rayleigh, qui ont une polarisation elliptique [Campbell, 1998], illustrée à la figure 2.4(b).

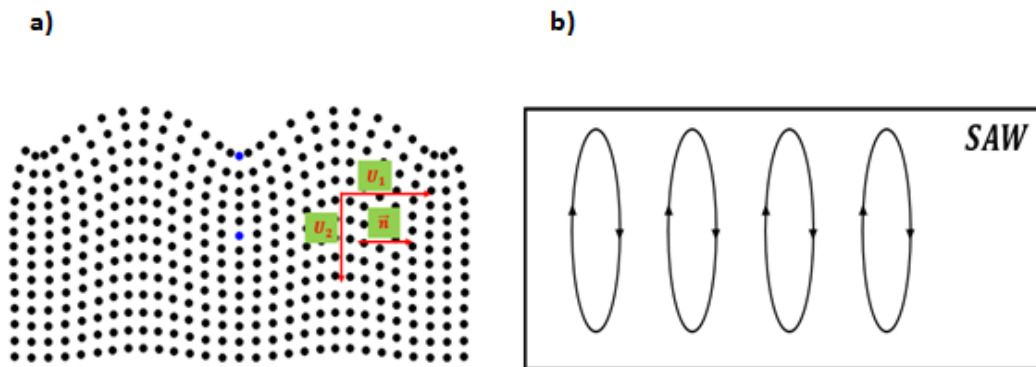


Figure 2.4 : Représentation qualitative (a) et schématique (b) des ondes de Rayleigh.

L'amplitude des ondes de Rayleigh décroît de manière exponentielle avec la profondeur. A une profondeur de pénétration comparable à une longueur d'onde, le déplacement des particules devient inférieur à 30% de sa valeur en surface (fig 2.5).

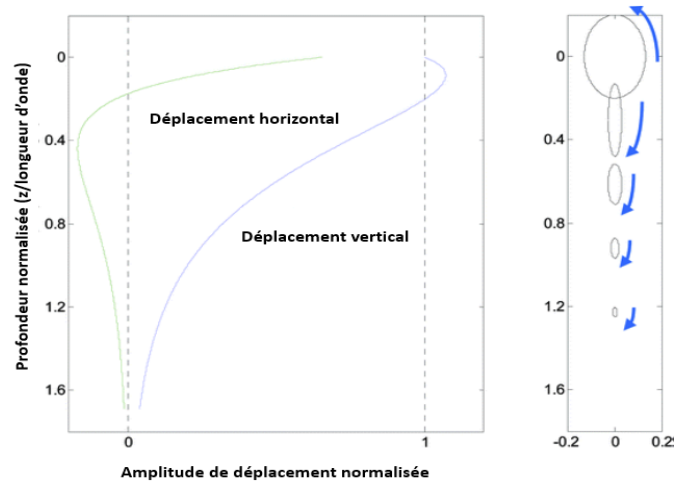


Figure 2.5 : Amplitude de déplacement (à gauche) et mouvement des particules (à droite) des ondes de Rayleigh en fonction de la profondeur [Gedge et Hill, 2012].

Dans un milieu homogène, la vitesse de Rayleigh est indépendante de la fréquence, c'est-à-dire que les ondes de Rayleigh ne sont pas dispersives dans un milieu homogène. Cependant, les ondes de Rayleigh sont dispersives dans un milieu en couches, les composantes d'ondes de différentes longueurs d'onde (ou fréquence différentes) ont des profondeurs de pénétration différentes et se propagent à des vitesses différentes. La vitesse de propagation de différentes composantes de fréquence est appelée vitesse de phase (V_R), [Everett, 2013]. La vitesse de groupe de l'onde est la vitesse à laquelle l'enveloppe de paquet d'onde se propage à travers le milieu.

L'onde de Rayleigh ne présente pas d'effet de dispersion puisque sa vitesse de propagation est indépendante de la fréquence [Viktorov, 1967], [Rose, 1999]. Cette vitesse ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau à la surface duquel l'onde se propage. En effet, l'équation donnant la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh, notée V_R , est :

$$\eta^6 - 8\eta^4 + 8\eta^2(3 - 2\xi^2 - 1) = 0 \quad \text{avec} \quad \eta = \frac{V_R}{V_T} \quad \text{et} \quad \xi = \frac{V_T}{V_L} \quad \text{Eq (2.13)}$$

Rappelons que V_L et V_T désignent respectivement les vitesses de propagation de l'onde longitudinale et de l'onde transversale. La relation ci-dessus, souvent appelée équation de Rayleigh, possède six racines qui dépendent uniquement du coefficient de Poisson ν du milieu considéré. Ainsi, l'équation suivante, est une approximation proposée par Bergmann permettant de calculer V_R [Bergmann, 1948] :

$$\eta_R = \frac{0.87 + 1.12\nu}{1 + \nu} \quad \text{avec} \quad \eta_R = \frac{V_R}{V_T} \quad \text{Eq (2.14)}$$

2.1.2 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 [Royer, 1999]. 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 [Degtyar, 1995]. 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.

2.2 Intérêt de l'application des ondes de Rayleigh pour la caractérisation des couches minces

La propagation des ondes acoustiques dans la matière permet l'étude des propriétés élastiques des structures. Il y a plusieurs types de mouvement d'onde. Cependant, un type particulier, l'onde de Rayleigh, présente un intérêt particulier. Les ondes de Rayleigh présentent un comportement dispersif sur des matériaux stratifiés (couches sur substrat). Elles sont également facilement mesurables en raison de leur propagation localisée à la surface des matériaux. L'utilisation des ondes de Rayleigh pour déterminer les propriétés élastiques des systèmes en couches est un problème qui doit être étudié sur deux fronts.

Du côté expérimental, une méthode pour générer des ondes de Rayleigh répétables est nécessaire. Un autre système est nécessaire pour détecter l'onde qui se propage pour une analyse antérieure. Les ondes de Rayleigh générées expérimentalement nécessitent un modèle théorique qui prédit leur comportement en fonction des propriétés mécaniques, cela constitue le deuxième front majeur, le côté théorique. De la théorie, les propriétés mécaniques (E, ν, ρ) du système couche sur substrat et l'épaisseur de la couche (e_p) sont utilisées pour déterminer le comportement des ondes dans le milieu. Les études expérimentales et théoriques sont généralement effectuées ensemble, l'une complète l'autre. Cependant, elles peuvent également être effectuées séparément. Par exemple les études théoriques ne doivent pas uniquement correspondre aux résultats expérimentaux. Le modèle peut également être utilisé pour prédire la dispersion des SAW attendu des systèmes couche sur substrat qui doivent encore être testés. C'est un outil puissant qui peut être utilisé pour déterminer la viabilité expérimentale avant de tester un système.

La présence de défauts, de contraintes résiduelles, et d'autres défauts matériels peuvent être détectés en analysant l'atténuation et la vitesse des ondes de Rayleigh lorsqu'elles parcourent la surface de l'échantillon [Duquennoy 2012, 2013, 2014]. Ceci est vrai en partie parce que les ondes de Rayleigh dans les matériaux massifs et homogènes sont non dispersives, leurs formes d'onde doivent donc rester

intactes pendant la propagation. A l'arriver sur un défaut de surface, l'onde peut être diffractée en fonction de la taille et de la forme du défaut. Il est courant de détecter les ondes de Rayleigh à différentes distances de la source afin de voir leur comportement changer avec la distance de propagation. Ces méthodes d'évaluation sont généralement limitées aux matériaux massifs. Pour les films minces, la méthode de caractérisation est basée sur la dispersion des ondes de surface de type Rayleigh, plutôt que leur diffusion.

Les ondes acoustiques de surface sont utilisées pour la caractérisation non destructive de surfaces modifiées par des couches minces ou des traitements de surface. L'idée est de mesurer la vitesse de phase, qui dépend des paramètres élastiques et de la densité des matériaux. Pour un matériau homogène et isotrope décrit par le module d'Young (E), coefficient de Poisson (ν) et la densité (ρ),

L'équation 2.14 montre qu'il ne peut pas y avoir de variation de la vitesse de l'onde de Rayleigh en fonction de la fréquence sur la surface d'un matériau homogène. Cependant, pour les structures en couches, telles que les couches minces sur des substrats, le comportement des ondes de Rayleigh devient dispersif car les propriétés mécaniques du substrat et de la couche sont différentes. La dispersion peut être expliquée comme suit : imaginez que la couche a une certaine vitesse de propagation d'onde de Rayleigh et le substrat en a une autre, les ondes de Rayleigh caractérisées par des longueurs d'onde plus longues devrait pénétrer plus profondément dans le matériau tandis que les longueurs d'onde les plus courtes restent proches de la surface. Ainsi, la vitesse des ondes en basses fréquences est plus influencée par le substrat tandis que la vitesse des ondes en hautes fréquences voit plus l'influence de la couche mince. L'effet est montré sur la figure 2.12.

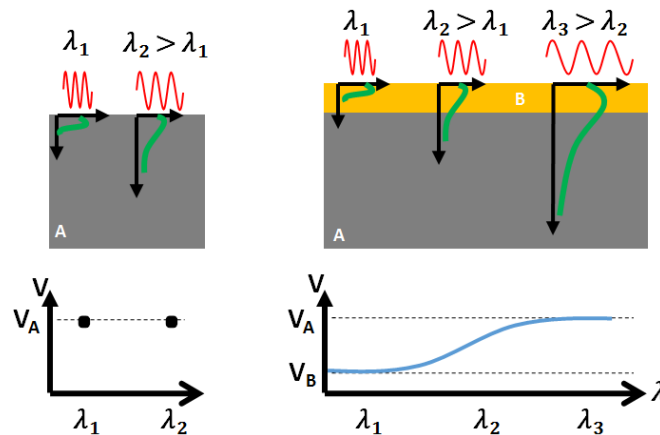


Figure 2.12 : illustration du phénomène de dispersion et la décroissance des ondes de Rayleigh avec une fréquence variable.

La caractérisation d'une structure couche mince sur substrat est couramment étudiée en faisant correspondre les courbes de dispersion théoriques avec les courbes de dispersion expérimentales. Les ondes acoustiques de surface de type Rayleigh sont dispersives lors de leur propagation sur une structure en couches, les ondes acoustiques de fréquences différentes ont des vitesses de propagation différentes. En raison de cette caractéristique, l'utilisation des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh peut

être appliquée à la détermination de l'épaisseur du film et son module d'Young. Cette méthode est simple et non destructive. De plus l'atténuation des ondes de surface est très faible lors de la propagation. Cette méthode convient donc pour déterminer les épaisseurs et les modules d'Young de la plupart des couches minces. La profondeur de pénétration de l'onde est définie comme étant égale à la longueur d'onde λ , et elle diminue avec l'augmentation de la fréquence. En plus de la fréquence, l'épaisseur du film a le même effet sur la vitesse de phase des ondes acoustiques de surface. L'augmentation de l'épaisseur de la couche mince peut accroître l'influence du film sur la propagation des ondes acoustiques de surface. Ainsi l'augmentation de la fréquence et de l'épaisseur de la couche entraînent ensemble un changement de la vitesse de propagation des ondes acoustiques de surface. Afin de déterminer les paramètres du matériau de la couche mince, la courbe de dispersion $V^{\text{exp}}(f)$ est mesurée puis ajustée par des courbes théoriques $V^{\text{th}}(f)$.

2.3 Dispersion du premier mode de Rayleigh dans les structures de type couche sur substrat

2.3.1 Films et substrats isotropes (système monocouche)

Le calcul des relations de dispersion pour un système en couche avec des paramètres mécaniques et géométriques donnés a été détaillé pour la première fois par Farnell [Farnell et Adler, 1972]. Sa procédure décrit une couche isotrope sur un substrat isotrope qui est le cas le plus simple. Dans ce cas le calcul peut être effectué analytiquement jusqu'aux étapes finales. Le but final est d'établir les courbes de dispersion donnant la vitesse de phase des SAW en fonction de la fréquence (ou longueur d'onde). Ces courbes peuvent être utilisées pour estimer les propriétés mécaniques et dimensionnelles des échantillons testés expérimentalement. Dans le calcul, nous considérons une structure en couches avec le système de coordonnées illustré sur la figure 2.13. Dans le système, x_1 est la direction de propagation des SAW et x_3 définit la direction normale à la couche dont l'origine est définie à l'interface (couche/substrat).

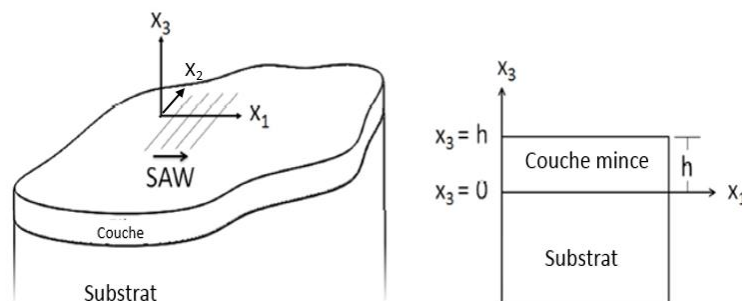


Figure 2.13 : Schéma de la couche et du substrat avec le système de coordonnées, le plan $(o x_1, x_3)$ définit le plan sagittal [Farnell et Adler, 1972].

L'équation régissant les déplacements de particules est déduite de l'équation d'équilibre. Dans la couche, l'équation est définie comme :

$$\rho \frac{\partial^2 u_j}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_l} \quad (i, j, k, l = 1, 2, 3) \quad \text{Eq (2.16)}$$

Où ρ est la densité, u_j est le déplacement des particules le long de la direction j , et C_{ijkl} est le tenseur de rigidité qui devrait avoir 81 composantes, les relations de symétrie engendrent une réduction significative et le tenseur peut être écrit sous forme de matrice (C_{mn}) avec 36 composantes. Pour les matériaux isotropes, cette matrice est simplifiée davantage avec seulement deux constantes élastiques indépendantes. Pour une SAW se propageant dans la direction x_1 sur la couche, nous supposons une équation d'onde généralisée où la SAW est composée de combinaisons linéaires d'ondes partielles :

$$U_j = \alpha_j \exp(ikbx_3) \exp[ik(x_1 - vt)] \quad \text{Eq (1.17)}$$

Où α , est l'amplitude relative de chaque onde partielle, k est le nombre d'onde, b est un terme complexe qui contient des informations sur la phase et la variation d'amplitude avec la profondeur des ondes partielles, et V est la vitesse de phase. En remplaçant l'équation (1.17) dans l'équation (2.16), on obtient 3 équations :

$$\alpha_1 C_{11} + \alpha_1 C_{55} b^2 + \alpha_3 C_{13} b = \alpha_1 \rho V^2 \quad \text{Eq (2.18)}$$

$$\alpha_2 C_{66} + \alpha_2 C_{44} b^2 = \alpha_2 \rho V^2 \quad \text{Eq (2.19)}$$

$$\alpha_1 C_{31} b + \alpha_3 C_{55} + \alpha_3 C_{33} b^2 = \alpha_3 \rho V^2 \quad \text{Eq (2.20)}$$

Nous savons que $C_{44} = C_{55} = C_{66}$ et $C_{13} = C_{31} = C_{11} - C_{44}$ pour les matériaux isotropes donc les équations peuvent être simplifiées davantage.

La combinaison des 3 équations sous forme de matrice donne :

$$\begin{bmatrix} C_{11} + b^2 C_{44} - \rho V^2 & 0 & b(C_{11} - C_{44}) \\ 0 & C_{44} + b^2 C_{44} - \rho V^2 & 0 \\ b(C_{11} - C_{44}) & 0 & C_{11} + b^2 C_{44} - \rho V^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ \alpha_3 \end{bmatrix} = 0 \quad \text{Eq (2.21)}$$

C'est un problème de valeur propre de la forme $[T_{ij} - \rho V^2 \delta_{ij}] \alpha_k = 0$. En prenant le déterminant de la matrice 3*3 égale à zéro (pour les solutions non triviales), l'équation caractéristique des valeurs propres est donnée par :

$$(C_{44} + C_{44} b^2 - \rho V^2)^2 (C_{11} b^2 - \rho V^2 + C_{11}) = 0 \quad \text{Eq (2.22)}$$

Pour une vitesse de phase donnée, les deux racines sont,

$$b = \pm \frac{\sqrt{C_{44}(-C_{44} + \rho V^2)}}{C_{44}} ; \pm \frac{\sqrt{C_{11}(-C_{11} + \rho V^2)}}{C_{11}} \quad \text{Eq (2.23)}$$

Les racines de l'équation (2.23) sont pour la couche. Nous pouvons suivre la même procédure que celle présentée dans les équations (2.16 à 2.23) pour le substrat et on obtient des racines similaires (les propriétés des matériaux intégrés dans les termes de rigidité feront la différence), car comme la couche, le substrat est isotrope. Les vecteurs propres correspondant pour chaque racine peuvent être trouvés en

substituant chaque racine dans (2.20). Au total, 8 racines indépendantes pour le substrat et la couche. Puisque nous supposons un substrat semi-infini, l'onde doit décroître avec la profondeur, donc seules les racines négatives du substrat sont retenues. La couche a une épaisseur bien déterminée, toutes les racines sont admissibles. Les vitesses des ondes longitudinales et transversales sont :

$$V_L = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} ; V_T = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad \text{Eq (2.24)}$$

Nous pouvons simplifier davantage l'équation (2.22)

$$\frac{\sqrt{C_{44}(-C_{44} + \rho V^2)}}{C_{44}} \rightarrow i \sqrt{\frac{C_{44} - \rho V^2}{C_{44}}} \rightarrow i \sqrt{1 - V^2 \left(\frac{\rho}{C_{44}}\right)} \rightarrow i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_t}\right)^2} \quad \text{Eq (2.25)}$$

Cette simplification peut s'appliquer de la même manière à toutes les racines, les racines finales du substrat et de la couche et leurs vecteurs propres correspondants sont :

Pour la couche :

$$b^{(1)} = +i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_t}\right)^2} \quad \alpha^{(1)} = (-b^{(1)}, 0, 1) \quad \text{Eq (2.26)}$$

$$b^{(2)} = +i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_l}\right)^2} \quad \alpha^{(2)} = (1, 0, b^{(2)})$$

$$b^{(3)} = -i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_t}\right)^2} \quad \alpha^{(3)} = (-b^{(3)}, 0, 1)$$

$$b^{(4)} = -i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_l}\right)^2} \quad \alpha^{(4)} = (1, 0, b^{(4)})$$

Pour le substrat :

$$b^{(c)} = -i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_t}\right)^2} \quad \alpha^{(c)} = (-b^{(c)}, 0, 1) \quad \text{Eq (2.27)}$$

$$b^{(d)} = -i \sqrt{1 - \left(\frac{V}{V_l}\right)^2} \quad \alpha^{(d)} = (1, 0, b^{(d)})$$

La signification physique de ceci est qu'il y a quatre solutions d'ondes partielles dans la couche et deux dans le substrat.

Conditions aux limites :

Pour ce problème, les 6 conditions aux limites suivantes sont définies. L'origine de l'axe x_3 est définie à l'interface (couche/substrat).

$$\text{Pour } x_3 = 0 : \quad u_1 = \hat{u}_1 ; u_3 = \hat{u}_3 ; \sigma_{31} = \hat{\sigma}_{31} ; \sigma_{33} = \hat{\sigma}_{33}$$

$$\text{Pour } x_3 = h : \quad \hat{\sigma}_{31} = 0 ; \hat{\sigma}_{33} = 0$$

Les conditions aux limites représentent la continuité des déplacements et des contraintes à l'interface, et l'annulation de la contrainte à la surface libre. Les contraintes de cisaillement et normales dans notre problème peuvent être exprimées par :

$$\sigma_{3j} = C_{3jkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \quad \text{Eq (2.28)}$$

Pour satisfaire ces conditions aux limites, nous appliquons le facteur de pondération, C_n , à chaque onde partielle, puis additionner les ondes pour les solutions de déplacement.

Couche :
$$\hat{u}_j = \left\{ \sum_n C_n \sigma_j^{(n)} \exp(ikb^{(n)}x_3) \right\} \exp[ik(x_1 - vt)] \quad \text{Eq (2.29)}$$

Substrat :
$$u_j = \left\{ \sum_m C_m \sigma_j^{(m)} \exp(ikb^{(m)}x_3) \right\} \exp[ik(x_1 - vt)] \quad \text{Eq (2.30)}$$

Pour la couche, $n = 1,2,3,4$ correspondant aux quatre racines de la couche et à leurs vecteurs propres. De même pour le substrat, $m = c, d$. Avec 6 conditions aux limites, 6 ondes partielles et 6 facteurs de pondération, nous pouvons exprimer les équations générales par les équations (2.28 à 2.30) dans une matrice 6*6 comme indiqué dans la figure 2.14 et l'équation (2.30).

racines

1	2	3	4	c	d	
						$\hat{u}_1 = u_1$
						$\hat{u}_3 = u_3$
						$\hat{\sigma}_{31} = \sigma_{31}$
						$\hat{\sigma}_{33} = \sigma_{33}$
						$\hat{\sigma}_{32} = 0$
						$\hat{\sigma}_{33} = 0$

Figure 2.14 : Format de la matrice 6*6 de conditions aux limites.

$$\begin{bmatrix}
 -\alpha_1^{(1)} & -\alpha_1^{(2)} & -\alpha_1^{(3)} & -\alpha_1^{(4)} & \alpha_1^{(c)} & \alpha_1^{(d)} \\
 -\alpha_3^{(1)} & -\alpha_3^{(2)} & -\alpha_3^{(3)} & -\alpha_3^{(4)} & \alpha_3^{(c)} & \alpha_3^{(d)} \\
 [-(\hat{c}_{15} + \hat{c}_{55}b^{(1)})\alpha_1^{(1)} \dots & (\dots) & (\dots) & (\dots) & [-(c_{15} + c_{55}b^{(c)})\alpha_1^{(c)} \dots & (\dots) \\
 \dots - (\hat{c}_{55} + \hat{c}_{35}b^{(1)})\alpha_3^{(1)}] & & & & \dots - (c_{55} + c_{35}b^{(c)})\alpha_3^{(c)}] & \\
 [-(\hat{c}_{13} + \hat{c}_{35}b^{(1)})\alpha_1^{(1)} \dots & (\dots) & (\dots) & (\dots) & [-(c_{13} + c_{35}b^{(c)})\alpha_1^{(c)} \dots & (\dots) \\
 \dots - (\hat{c}_{35} + \hat{c}_{33}b^{(1)})\alpha_3^{(1)}] & & & & \dots - (c_{35} + c_{33}b^{(c)})\alpha_3^{(c)}] & \\
 [-(\hat{c}_{15} + \hat{c}_{55}b^{(1)})\alpha_1^{(1)} \dots & & & & & \\
 \dots - (\hat{c}_{55} + \hat{c}_{35}b^{(1)})\alpha_3^{(1)}] \dots & (\dots) & (\dots) & (\dots) & 0 & 0 \\
 \dots \times [\exp(ikb^{(1)}h)] & & & & & \\
 [-(\hat{c}_{13} + \hat{c}_{35}b^{(1)})\alpha_1^{(1)} \dots & & & & & \\
 \dots - (\hat{c}_{35} + \hat{c}_{33}b^{(1)})\alpha_3^{(1)}] \dots & (\dots) & (\dots) & (\dots) & 0 & 0 \\
 \times [\exp(ikb^{(1)}h)] & & & & &
 \end{bmatrix}
 \begin{bmatrix}
 C_1 \\
 C_2 \\
 C_3 \\
 C_4 \\
 C_c \\
 C_d
 \end{bmatrix}
 = 0$$

Les relations suivantes peuvent être utilisées pour simplifier davantage l'équation (2.30) :

$$r = \frac{C_{55}}{C_{55}}; \quad \hat{C}_{33} - \hat{C}_{13} = 2C_{55}; \quad -\hat{C}_{13} - \hat{C}_{33}b^{(2)2} = -\hat{C}_{55}(1 - b^{(1)2}) \quad \text{Eq (2.31)}$$

La simplification finale de l'équation (2.30) est donc la suivante :

$$\begin{bmatrix} b^{(1)} & -1 & b^{(3)} & -1 & -b^{(e)} & 1 \\ -1 & -b^{(2)} & -1 & -b^{(4)} & 1 & b^{(d)} \\ 1-b^{(1)2} & 2b^{(2)} & 1-b^{(3)2} & 2b^{(4)} & -r(1-b^{(e)2}) & -2rb^{(d)} \\ 2b^{(1)} & -(1-b^{(1)2}) & 2b^{(3)} & -(1-b^{(3)2}) & -2rb^{(e)} & r(1-b^{(e)2}) \\ [(1-b^{(1)2})\dots & [2b^{(2)}\dots & [(1-b^{(3)2})\dots & [2b^{(4)}\dots & 0 & 0 \\ \dots \exp(ikb^{(1)}h) & \dots \exp(ikb^{(2)}h) & \dots \exp(ikb^{(3)}h) & \dots \exp(ikb^{(4)}h) & 0 & 0 \\ [2b^{(1)}\dots & [-(1-b^{(1)2})\dots & [2b^{(3)}\dots & [-(1-b^{(3)2})\dots & 0 & 0 \\ \dots \exp(ikb^{(1)}h) & \dots \exp(ikb^{(2)}h) & \dots \exp(ikb^{(3)}h) & \dots \exp(ikb^{(4)}h) & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ C_4 \\ C_e \\ C_d \end{bmatrix} = 0 \quad \text{Eq (2.32)}$$

Pour les solutions non triviales à l'équation (2.32), nous avons déterminé le déterminant de la matrice 6x6.

$$\det(M) = 0 \quad \text{Eq (2.33)}$$

La seule variable non définie dans le déterminant devrait être k, le vecteur d'onde. A ce point, des méthodes informatiques doivent être incorporées pour minimiser le déterminant, portant des solutions à k. la racine de k est liée à la fréquence f et à la vitesse de propagation V :

$$f = \frac{kV}{2\pi} \quad \text{Eq (2.34)}$$

L'équation (2.34) décrit la fréquence en fonction de la vitesse. Nous avons maintenant toutes les informations nécessaires pour construire et tracer les courbes de dispersion.

2.3.2 Substrats anisotropes

La dispersion des systèmes en couches étant en partie fonction des vitesses de propagation des ondes dans le matériau impliqué, il est avantageux d'avoir des vitesses d'onde très différentes les unes des autres entre le substrat et la couche afin de générer une plus grande dispersion. La majorité des matériaux utilisés en ingénierie présentent des vitesses d'ondes de Rayleigh comprises entre 2000 et 3000 (m/s). Il est donc pratique d'utiliser un substrat avec une onde nettement plus rapide. Le silicium est un choix courant ($V_R = 4500 - 5100$ (m/s)) dans la recherche. Cependant, son comportement anisotrope impose une modification des calculs de dispersion.

L'analyse est très proche des matériaux isotropes, avec quelques différences. L'équation d'onde a maintenant une dépendance directionnelle puisque la vitesse de l'onde peut varier en fonction des directions du cristal. L'équation peut être écrite comme suit :

$$U_j = \alpha_j \exp(ikbx_3) \exp[ik(l_1x_1 + l_2x_2 + l_3x_3 - vt)] \quad \text{Eq (2.35)}$$

On peut voir que si la propagation est dans la direction [100], $l_1 = 1, l_2 = 0, l_3 = 0$, alors l'équation est réduite à la même forme que dans le cas isotrope. Cependant pour le substrat anisotrope, la matrice 3*3 formée ne peut pas être simplifiée autant qu'avant. L'équation (2.20) devient maintenant :

$$\begin{bmatrix} C_{11} + b^2 C_{44} - \rho V^2 & 0 & b C_{13} \\ 0 & C_{44} + b^2 C_{44} - \rho V^2 & 0 \\ b C_{13} & 0 & C_{11} + b^2 C_{44} - \rho V^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ \alpha_3 \end{bmatrix} = 0 \quad \text{Eq (2.36)}$$

Le déterminant de l'équation (2.36) est à nouveau égal à zéro mais de nombreux termes sont conservés, impossibles de les simplifiés. Des méthodes informatiques sont maintenant utilisées pour trouver les racines caractéristiques, b , et le vecteur α . Le déterminant de la matrice est minimisé à zéro pour obtenir la relation de dispersion de la même manière qu'auparavant.

2.4 Relations de dispersion pour les modes de Rayleigh

Nous venons de voir que pour les ondes de Rayleigh, les solutions calculées dans le plan sagittal et les équations basées sur les conditions aux limites nous donnent un ensemble de six équations. Celles-ci permettent de calculer dans le plan ($O x_1, x_2$) le déplacement associé. Leurs solutions non triviales sont obtenues lorsque le déterminant de la matrice M est égal à zéro. Nous pouvons remarquer que ce déterminant dépend du nombre d'onde k de l'onde de Rayleigh, de sa vitesse de phase V et donc des paramètres élastiques de la structure, mais aussi de l'épaisseur de la couche. La dépendance fréquentielle de la vitesse de propagation de l'onde de surface est clairement mise en évidence. Les solutions calculées correspondent ainsi aux ondes de surface, appelées, du fait de leur dispersion, modes de Rayleigh. Cette équation nous donne donc la relation de dispersion d'une onde de surface se propageant dans une structure du type couche mince sur substrat. Elle est par la suite résolue à l'aide d'un logiciel de calcul matriciel afin d'obtenir les différentes courbes de dispersion.

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

Tiersten a démontré que le signe de la pente de la courbe de dispersion est positif si [Tiersten, 1969] :

$$4 \left[1 - \left(\frac{\hat{V}_t}{\hat{V}_l} \right)^2 \right] \cdot \hat{V}_t^2 > V^2 \cdot \left[1 + \sqrt{\frac{1 - \left(\frac{V}{\hat{V}_l} \right)^2}{1 - \left(\frac{V}{\hat{V}_t} \right)^2}} \right] \quad \text{Eq (2.37)}$$

Après simplification:

$$\frac{\hat{V}_t}{V_t} > \sqrt{\frac{1 - V'}{1 - V''^2}} \quad \text{avec} \quad V' = \frac{V_t}{V_l} \quad \text{et} \quad V'' = \frac{\hat{V}_t}{\hat{V}_l} \quad \text{Eq (2.38)}$$

Les limites extrêmes de cette équation pour déterminer le signe de la pente de la courbe de dispersion sont $\sqrt{2}$ et $1/\sqrt{2}$. Sur la figure 3.4, les limites en fonction des vitesses de propagation des ondes transversales de la couche et du substrat sont représentées. Ces limites sont : $\hat{V}_t = \sqrt{2} V_t$ et $\hat{V}_t = V_t/\sqrt{2}$. Pour une combinaison couche sur substrat se trouvant au dessus de la première limite, la couche est dite « stiffening » autrement dit, elle « raidit » le substrat car la présence de cette dernière augmente la vitesse de propagation de l'onde de surface au-delà de celle du substrat. En ce qui concerne la deuxième limite, la couche est dite « loading » car elle « charge » le substrat. Dans ce cas, la présence de la couche entraîne une diminution de la vitesse de propagation de l'onde de surface par rapport à celle dans le substrat seul. Lorsque l'on se trouve entre les deux limites, nous pouvons difficilement prédire la pente de la courbe de dispersion car cette dernière n'est pas strictement monotone. Par la suite, les différents cas que nous venons de présenter seront étudiés.

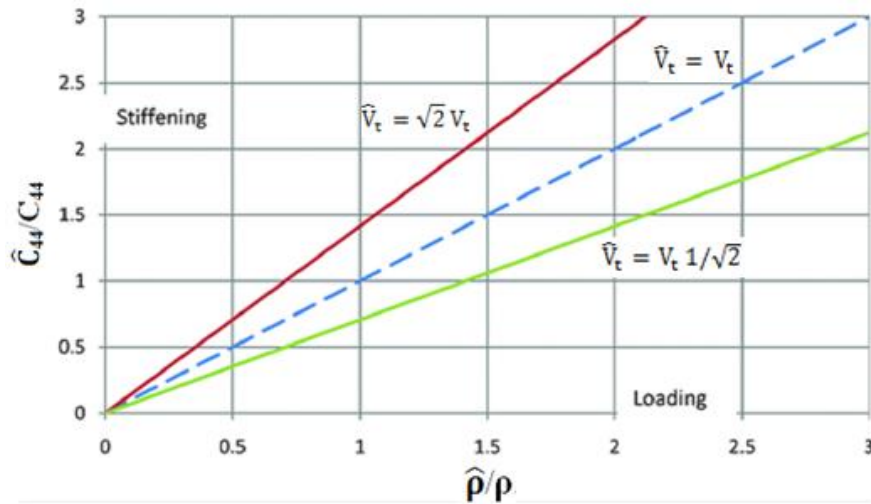


Figure 2.15 : Domaines d'existences des cas « loading » et « stiffening » en fonction des rapports \hat{C}_{44}/C_{44} et $\hat{\rho}/\rho$.

2.3.1 Les différents modes de propagation de l'onde de Rayleigh

2.3.1.1 Le cas « stiffening » $\hat{V}_t > \sqrt{2}V_t$

Pour illustrer ce cas pour lequel on se trouve au dessus de la limite $\hat{V}_t = \sqrt{2}V_t$, cas "stiffening", nous avons pris comme combinaison de matériaux une couche de diamant d'épaisseur 2 μm déposée sur un substrat de silicium (111), la propagation de l'onde de Rayleigh se fait le long de la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$. Pour cette structure, la pente de la courbe est positive car $\frac{\hat{V}_t}{V_t} = 2.59 > \sqrt{2}$. Nous pouvons alors prédire la pente de la courbe de dispersion qui est, dans le cas étudié, positive. Les paramètres élastiques des deux matériaux impliqués sont :

Tableau 2.2 : Vitesses longitudinales et transversales dans le substrat de silicium et de la couche de diamant.

Paramètre	Silicium (111) $[\bar{1}\bar{1}0]$	Diamant
Vitesse longitudinale (m/s)	8650	17520
Vitesse transversale (m/s)	4933	12820
Vitesse de Rayleigh (m/s)	4543	11010
Densité (kg/m ³)	2330	3517

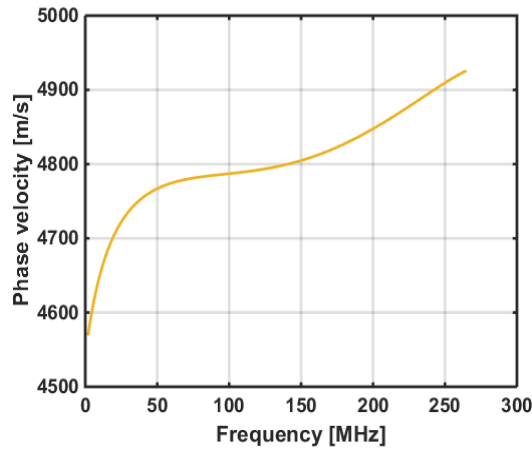


Figure 2.16 : Vitesses de phase du mode de Rayleigh se propageant sur un substrat de silicium (111) recouvert d'une couche de diamant de $2 \mu\text{m}$ d'épaisseur en fonction de la fréquence.

La figure 2.16 montre la courbe de dispersion. Elle est caractéristique des combinaisons de matériaux respectant le cas « stiffening ». La courbe de dispersion commence à la vitesse de l'onde de Rayleigh du substrat à $f = 0$ MHz et croît jusqu'à atteindre la vitesse transversale du substrat à une certaine fréquence. Pour des fréquences plus grandes, ce mode de propagation n'existe plus. Il faut aussi noter que dans ce cas, un seul mode de Rayleigh peut se propager jusqu'à une certaine fréquence. De plus, la vitesse de phase étant comprise entre la vitesse de l'onde de Rayleigh et la vitesse de l'onde transversale du substrat, la variation de cette vitesse est limitée.

2.3.1.2 Cas « loading » $\hat{V}_t > V_t/\sqrt{2}$

Lorsque la combinaison couche sur substrat se trouve en dessous de la limite $\hat{V}_t > V_t/\sqrt{2}$ (cas « loading »), la couche « charge » le substrat et la vitesse de phase des modes de Rayleigh décroît lorsque la fréquence augmente. Afin d'illustrer ce cas, nous considérons une couche d'or d'épaisseur $4 \mu\text{m}$ déposée sur un substrat de silicium (111)[$1\bar{1}0$]. Pour cette combinaison de matériaux, on a : $\frac{\hat{V}_t}{V_t} = 0.24 < 1/\sqrt{2}$, ce qui respecte bien les conditions « loading ». La courbe de dispersion ainsi obtenues sont tracées à la figure 2.17.

Les paramètres élastiques des deux matériaux impliqués sont :

Tableau 2.3 : Vitesses longitudinales et transversales dans le substrat de silicium et de la couche d'Or.

Paramètre	Silicium (111) [$1\bar{1}0$]	Au
Vitesse longitudinale (m/s)	8650	3212
Vitesse transversale (m/s)	4933	1193
Vitesse de Rayleigh (m/s)	4543	1135
Densité (kg/m^3)	2330	19300

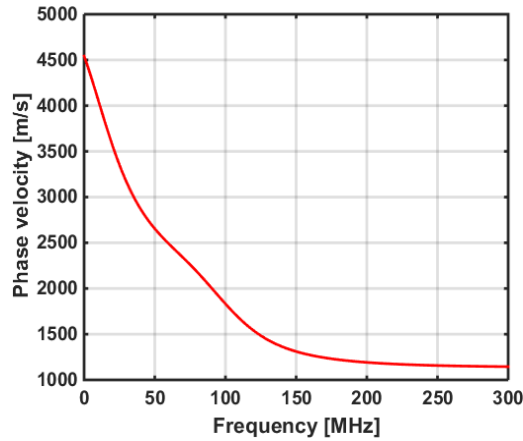


Figure 2.17 : Vitesses de phase du mode de Rayleigh se propageant sur un substrat de silicium (111) recouvert d'une couche d'or de 4 μm d'épaisseur en fonction de la fréquence.

Pour le premier mode de type Rayleigh dit tout simplement mode de Rayleigh (fig 2.17), la courbe de dispersion possède une pente négative. Pour une fréquence nulle, la vitesse de ce mode est celle de l'onde de Rayleigh du silicium. La courbe représentant les vitesses décroît jusqu'à atteindre asymptotiquement la vitesse de l'onde de Rayleigh relative à l'or. Ceci s'explique par le fait que plus la fréquence augmente, plus la longueur d'onde devient petite et la propagation de l'énergie élastique de l'onde de surface se concentre essentiellement ou complètement dans la couche. A fréquence élevée, il n'y a aucune perturbation due à la présence du substrat. La perturbation due à la présence du substrat est insignifiante et l'onde de surface devient non dispersive.

Lorsque le produit fréquence x épaisseur augmente, d'autres modes apparaissent à des fréquences de coupure qui leur sont propres (fig 2.18). En dessous de cette fréquence de coupure, le mode considéré n'existe plus et on est en présence d'un mode évanescent qui ne se propage pas [Masri et Djafari-Rouhani, 1984], [Takali, 2009]. L'évolution de ces modes est la même que celle du premier mode de Rayleigh. Cependant, pour ceux-ci, la courbe de dispersion commence à la vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat et leur valeur asymptotique est celle de la vitesse de l'onde transversale se propageant dans la couche. Remarquons que le second mode est souvent appelé mode de Sezawa.

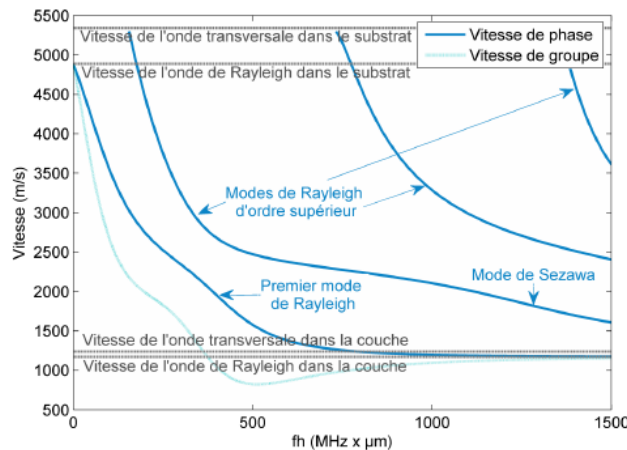


Figure 2.18 : Vitesses de phase et de groupe des différents modes de Rayleigh se propageant sur un substrat de silicium recouvert d'une couche d'or de 1 μm d'épaisseur en fonction du produit fréquence x épaisseur [Fourez, 2013].

2.3.1.3 Cas particuliers et ondes de Stoneley

Dans les parties précédentes, nous avons présenté les cas « loading » et « stiffening ». Pour cela, nous avons pris soin de prendre des milieux, que sont la couche et le substrat, dont les vitesses de propagation des ondes transversales s'y propageant étaient sensiblement différentes et respectaient les conditions décrites à la figure 2.15. Pour rappel, dans le cas « stiffening », la courbe de dispersion a une pente positive et l'unique mode de Rayleigh existe jusqu'à une certaine fréquence. La variation de la vitesse de phase de ce mode est comprise entre les vitesses de propagation de l'onde de Rayleigh et de l'onde transversale dans le substrat. Dans le cas « loading », la pente de la courbe de dispersion du premier mode de Rayleigh dont les variations sont comprises entre les vitesses de l'onde de surface se propageant dans le substrat et de celle se propageant dans la couche est négative. Rappelons également que pour ce cas une infinité de modes existent et que ceux-ci apparaissent à des fréquences de coupure qui leurs sont propres. Dans l'éventualité où les conditions précédentes ne sont pas respectées, les courbes de dispersion n'ont pas une allure générale bien définie et dans certaines conditions, plusieurs modes peuvent se propager. Ainsi, que se passe-t-il lorsque $\hat{V}_t \approx V_t$?

Pour répondre à cette question, nous allons présenter rapidement les courbes de dispersion pour une combinaison de matériaux dont les vitesses de propagation des ondes transversales sont proches. A titre d'exemple, pour une structure composée d'une couche d'aluminium de 10 μm d'épaisseur déposée sur un substrat de nickel ($\frac{\hat{V}_t}{V_t} = 0.97$), et inversement une couche de nickel de 10 μm d'épaisseur déposée sur un substrat d'aluminium ($\frac{\hat{V}_t}{V_t} = 1.024$).

Les courbes de dispersion obtenues pour ces deux combinaisons de matériaux sont représentées aux figures 2.19 et 2.20. Nous pouvons observer, dans les deux cas, que les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh ne sont pas strictement monotones dans l'intervalle fréquence x épaisseur considéré. Ces courbes partent de la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans le substrat pour un produit fréquence x épaisseur nul et tendent asymptotiquement, en haute fréquence, vers la vitesse de l'onde de Rayleigh se propageant dans la couche. Notons également que pour une même vitesse deux fréquences d'excitation existent, ce qui peut rendre difficile l'analyse des signaux. Comme précédemment observé pour le cas « loading », il peut y avoir présence de modes de Rayleigh d'ordres supérieurs. Ceux-ci ne se propagent qu'à partir d'une fréquence de coupure qui leur est propre.

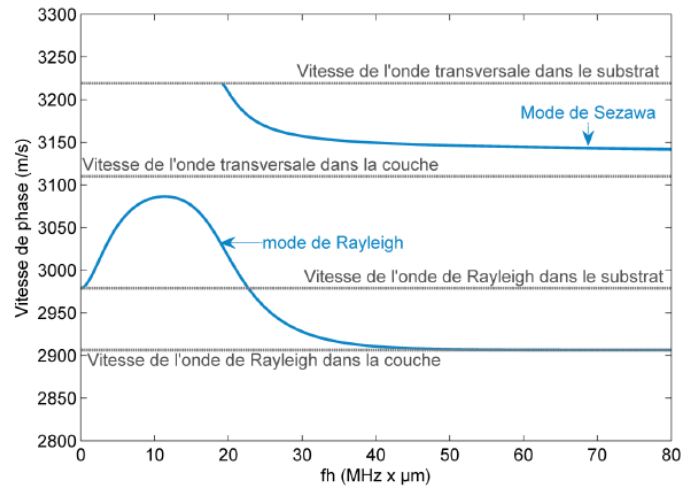


Figure 2.19 : Courbes de dispersion en vitesse de phase des différents modes de Rayleigh se propageant sur une couche d'aluminium ($10 \mu\text{m}$) déposée sur un substrat de nickel en fonction du produit fréquence \times épaisseur [Fourez, 2013].

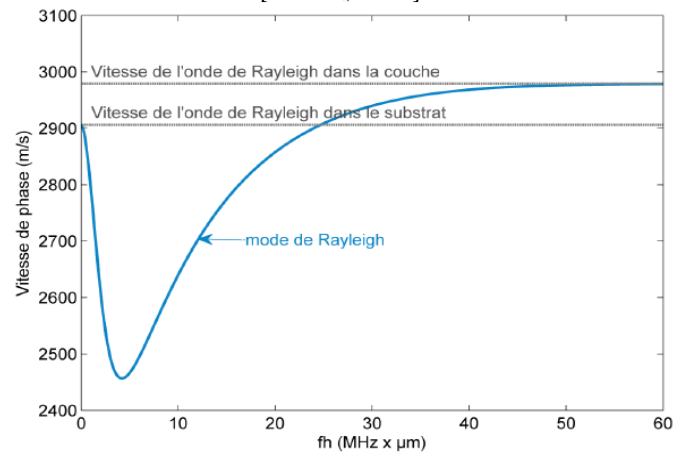


Figure 2.20 : Courbe de dispersion en vitesse de phase du mode de Rayleigh se propageant sur une couche de nickel ($10 \mu\text{m}$) déposée sur un substrat d'aluminium en fonction du produit fréquence \times épaisseur [Fourez, 2013].

L'existence de l'onde de Stoneley, qui prend naissance à l'interface de deux solides semi-infinis, apparaît pour certaines combinaisons de matériaux. Prenons l'exemple d'une couche d'aluminium de $10 \mu\text{m}$ d'épaisseur déposée sur un substrat de tungstène. La courbe de dispersion obtenue est représentée à la figure 2.21. Ici, contrairement aux cas « loading » et « stiffening », lorsque le produit fréquence \times épaisseur devient grand, l'asymptote de la courbe de dispersion n'est ni la vitesse de propagation de l'onde transversale du substrat, ni celle de l'onde de Rayleigh de la couche mais celle de l'onde de Stoneley comprise entre la vitesse de l'onde de Rayleigh et la vitesse de l'onde transversale se propageant dans le substrat.

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

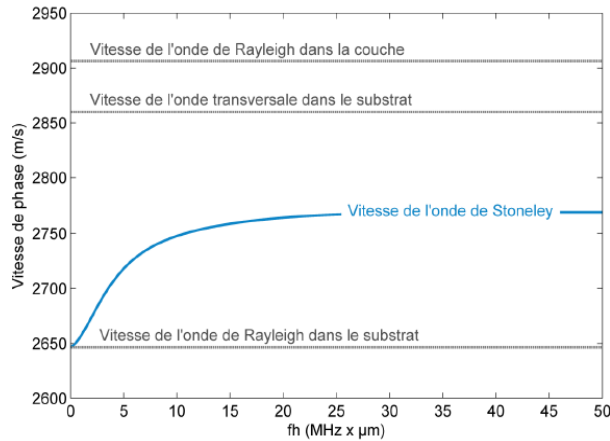


Figure 2.21 : Courbe de dispersion en vitesse de phase de l'onde de Stoneley se propageant sur une couche d'aluminium ($10 \mu\text{m}$) déposée sur un substrat de tungstène en fonction du produit fréquence \times épaisseur [Fourez, 2013].

2.5 Conclusion

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

Dans une seconde partie, nous avons étudié la propagation de ces ondes de surface dans les structures du type couche sur substrat. La relation de dispersion a été établie et nous avons distingué trois cas dépendant de la combinaison des matériaux utilisés et notamment du rapport entre les vitesses des ondes transversales s'y propageant. Ainsi, nous avons présenté le cas « stiffening » où la couche « raidit » le substrat, le cas « loading » où elle le « charge » et le cas où les ondes transversales se propagent respectivement dans la couche et dans le substrat possèdent quasiment la même vitesse. Pour ces différents cas, par le biais d'un programme MATLAB® développé au laboratoire, des exemples de résolutions numériques de l'équation de dispersion ont été exposés et analysés et pour le cas « loading » et « stiffening ».

3 Chapitre 3 : Modélisation et fabrication de transducteurs interdigités hautes fréquences

Table des matières

3.1	Introduction.....	61
3.2	Génération des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh par les transducteurs interdigités (IDT).....	61
3.2.1	Principe de fonctionnement.....	61
3.2.2	Choix du matériau piézoélectrique.....	62
3.2.3	Propagation des ondes de Rayleigh dans le Niobate de Lithium.....	64
3.2.4	Effets secondaires et corrections possibles.....	66
3.2.4.1	Ondes de volumes.....	66
3.2.4.2	Diffraction.....	67
3.2.4.3	Réflexions.....	67
3.3	Principe de génération de la propagation des ondes acoustiques de surface.....	67
3.4	Transducteurs de type chirp : up-chirp et down-chirp	68
3.5	Modulation linéaire en fréquences	69
3.6	Modélisation des transducteurs interdigités larges bandes de fréquences	69
3.7	Types d'excitations utilisés pour modéliser et exciter les transducteurs interdigités large bande [90-210] MHz et [90-260] MHz	70
3.8	Caractéristiques géométriques (L, W) des transducteurs large bande modéliser	72
3.9	Micro fabrication des transducteurs interdigités (IDT) en large bande de fréquences.....	73
3.9.1	Introduction à la microfabrication des IDT.....	73
3.9.2	Réalisation du masque de lithographie	74
3.10	Etapas de fabrication des transducteurs	75
3.10.1	Nettoyage des substrats (LiNbO ₃).....	75
3.10.2	Dépôt de résine.....	75
3.10.3	L'insolation (exposition aux UV).....	76
3.10.4	Le développement.....	76
3.10.5	Dépôt de couches minces métalliques.....	76
3.10.6	Lift-off.....	77
3.10.7	Découpe et interconnexion.....	77
3.11	Caractérisation électrique des IDT	78
3.12	Caractérisation expérimentale des champs de déplacements générés par les transducteurs IDT	79
3.12.1	Dispositif expérimentale (plateforme WaveSurf).....	79

3.12.2	B-scan correspondant au déplacement de l'onde acoustique de surface (SAW).....	81
3.13	Influence de la configuration géométrique (L, W) sur la bande passante des transducteurs et l'amplitude des ondes acoustiques de surface (SAW) générées par les transducteurs	82
3.13.1	Transducteurs chirp linéaires [90-260] MHz.....	82
3.13.2	Transducteur chirp optimisé [90-260] MHz.....	84
3.14	Etude FEM de l'effet des électrodes sur la vitesse de l'onde acoustique de surface (SAW) dans les transducteurs interdigités	86
3.14.1	Etape de simulation.....	86
3.14.2	Résultats de simulation.....	88
3.15	Transfert des SAW sur les structures à caractériser	89
3.16	Conclusion	89

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, le développement et la fabrication de transducteurs interdigités (IDT) seront présentés. En effet, afin de répondre au besoin de générer des SAW sur une large bande de fréquence nous avons choisi de les exciter via des transducteurs interdigités. Ils présentent un certain nombre d'avantages et tout particulièrement la possibilité d'être déportés et de pouvoir ainsi caractériser tout type de structure y compris les structures fragiles et/ou transparentes. Des transducteurs large bande ont été conçus, optimisés, fabriqués et caractérisés. Ce chapitre comporte deux parties correspondant à la réalisation des transducteurs large bande [90-210] Mhz et [90-260] MHz d'une part et à leur caractérisation d'autre part. La réalisation nécessite le recours aux procédés technologiques de la microélectronique tels que la photolithographie, la gravure mais aussi les techniques de dépôt de couches minces. Une fois les transducteurs réalisés, nous nous sommes intéressé ensuite à leur caractérisation acoustique. Enfin, nous évaluerons, par interférométrie laser, les amplitudes des déplacements des ondes de surface générées par ces transducteurs.

3.2 Génération des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh par les transducteurs interdigités (IDT)

3.2.1 Principe de fonctionnement

Les transducteurs interdigités (IDT) permettent d'exciter et/ou de détecter les ondes acoustiques de surface (SAW). Ces transducteurs sont constitués d'électrodes métalliques en forme de peigne (souvent en or ou en argent), composées de doigts imbriqués, avec une distance de recouvrement des doigts W_a (fig 3.1).

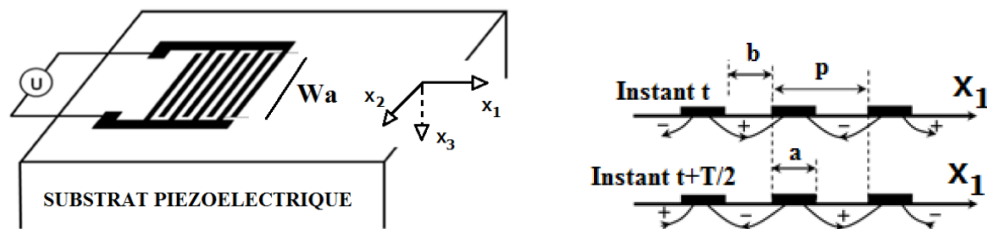


Figure 3.1 : Schéma d'un transducteur interdigité.

Les électrodes sont déposées sur un substrat piézoélectrique (dans notre cas du niobate de lithium, $\text{LiNbO}_3\text{-Y+128}$) de sorte que lorsqu'une tension électrique U est appliquée entre ces deux électrodes, il en résulte une accumulation de charges dont les signes s'alternent d'un doigt à l'autre. Cela implique la création d'un champ électrique entre chaque paire de doigts. L'association des propriétés piézoélectriques du substrat et de ce champ entraîne des dilatations et des compressions dans le matériau créant ainsi des déplacements. Ce sont ces déplacements et la périodicité des électrodes qui créent les ondes de surface dans la direction x_1 perpendiculaire aux doigts des électrodes [Campbell, 1998]. Lorsque la tension appliquée est sinusoïdale, les vibrations s'ajoutent de façon constructive seulement

si la périodicité est égale à une demi-longueur d'onde de l'onde de Rayleigh, produisant ainsi des ondes acoustiques de surface. Elles sont émises de chaque côté du transducteur. La fréquence f_0 qui correspond à cet effet cumulatif est appelée fréquence de synchronisme ou fréquence de résonance définie par, $f_0 = V/2p$, ($V = V_R$ est égale à la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh dans le substrat) :

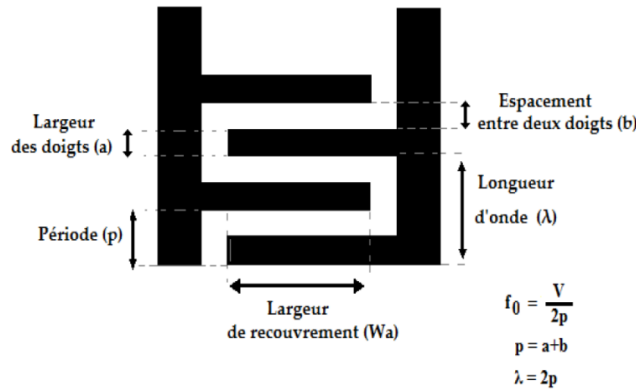


Figure 3.2 : Schéma des électrodes.

Avec :

- p: périodicité ;
- λ : longueur d'onde des ondes de surface ;
- f_0 : fréquence de résonance du transducteur ;
- $V = V_R$: vitesse de propagation des ondes de Rayleigh dans le substrat.

Grâce à la réciprocité du phénomène piézoélectrique, il est possible de réceptionner l'onde qui s'est propagée, sous forme électrique à l'aide d'un autre transducteur interdigité du même type. Le signal ainsi reçu est retardé et atténué par rapport au signal émis, ce type de configuration permet de réaliser des filtres ou ligne à retard.

3.2.2 Choix du matériau piézoélectrique

La propriété de conversion de l'énergie mécanique en énergie électrique et vice versa est liée à l'existence d'un moment bipolaire qui résulte de l'absence de symétrie par rapport au centre de la maille ; en d'autres termes tous les matériaux piézoélectriques sont anisotropes [Ballantine, 1997]. Ils possèdent donc des propriétés physiques variant selon la direction considérée. Sous l'action d'une contrainte mécanique le déplacement relatif des ions positifs et négatifs à l'échelle de la maille produit un dipôle électrique, ce qui ne serait pas le cas dans une structure centrosymétrique. Ces types de matériaux sont aujourd'hui présents dans de nombreuses applications notamment dans les dispositifs à ondes de surface. Au vu des spécifications imposées particulièrement dans le domaine du filtrage de fréquence, ils sont souvent associés à d'autres matériaux spécifiques ce qui permet d'apporter des améliorations considérables (faibles pertes, stabilité, etc) [Ballandras, 1991]. L'effet piézoélectrique provient de l'anisotropie de la structure cristalline, et se produit en raison d'une répartition non uniforme des charges dans un réseau cristallin, comme indiqué à la figure 3.3.

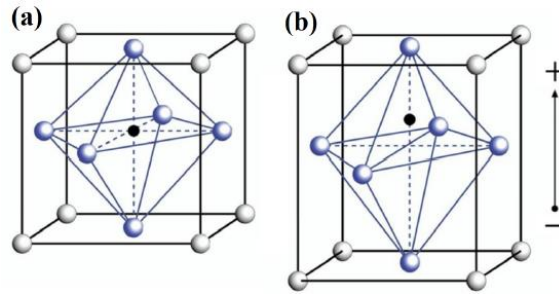


Figure 3.3 : Maille unitaire d'un matériau piézoélectrique avec barycentre des charges en noir, (a) lorsque le matériau n'est pas sollicité électriquement ou mécaniquement, et (b) lorsque le matériau est soit sollicité mécaniquement permettant de produire un champ électrique ou est excitée par un champ électrique qui cause une déformation mécanique [Wang, 2010].

Toutefois quelques limitations existent pour de fortes sollicitations mécaniques, électriques ou thermiques.

Critères de sélection des matériaux

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

Coefficients de couplage électromécanique (k^2)

C'est un paramètre très important, sa valeur est reliée à la bande passante et permet d'avoir une idée sur le degré de transformation par le matériau piézoélectrique de l'énergie mécanique en énergie électrique (ou inversement). Sa valeur (comprise entre 0 et 1) est donc déterminante sur le choix final du matériau. On la détermine expérimentalement à partir des vitesses des ondes acoustiques de surface mesurées sur une surface libre et sur une surface métallisée du matériau. On peut aussi la mesurer dans le cas d'un résonateur monomode par la distance spectrale entre résonance et antirésonance [Ballandras, 1991].

Ce coefficient traduit l'efficacité de la conversion de l'énergie électrique en énergie mécanique et vice versa. Il caractérise les matériaux piézoélectriques et peut être mesuré en s'appuyant sur la relation suivante [Ingebrigtsen, 1969] :

$$K^2 = 2 \frac{v_0 - v_m}{v_0} \quad \text{Eq (3.1)}$$

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

Coefficients de sensibilité à la température (CTF)

Selon le type de matériau piézoélectrique utilisé, la température peut directement influencer sur la stabilité de la fonction de transfert du dispositif. Il faut donc choisir un matériau très stable même en haute température, avec une bonne conduction thermique. La sensibilité thermique est caractérisée par les

coefficients de sensibilité de la fréquence à la température à l'ordre 1 et 2 (CTF1 et CTF2) [Pastureaud, 2002].

Vitesse de propagation et pertes de propagation (caractérisée par le rendement η)

Les fréquences de fonctionnement sont directement dépendantes de la vitesse de propagation des ondes de surface dans le matériau piézoélectrique, plus cette vitesse est faible, plus les fréquences accessibles baissent [Royer, 1996]. Les pertes de propagation pour leur part correspondent à l'atténuation de l'onde et sont liées au rayonnement dans l'air, aux forces de frottements internes, mais aussi à l'aspect de la surface. D'autres paramètres liés aux électrodes (type de matériau, épaisseur etc) pour l'excitation, jouent aussi un rôle important sur les caractéristiques des ondes de surface générées.

Le tableau 3.1 présente la valeur de ces deux coefficients pour quelques matériaux piézoélectriques. En conséquence, le choix d'un matériau piézoélectrique pour une application donnée est régit en partie par ces deux coefficients. Par exemple, le Niobate de Lithium (LiNbO_3) est choisi pour son coefficient de couplage électromécanique élevé, alors que sa fréquence est très instable sous l'effet de la température. En revanche le quartz, par exemple, possède un coefficient du couplage électromécanique faible et une excellente stabilité sous l'effet de la température.

Tableau 3.1 : Coefficients K^2 et TCF pour quelques matériaux piézoélectriques [Deboucq, 2012]

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

En plus de ces deux paramètres, le choix du matériau piézoélectrique doit répondre à autre impératif qui est d'ordre technologique. Le matériau choisi doit en effet permettre d'éviter la pollution des bâtis. Pour ces différentes raisons, notre choix s'est porté sur le Niobate de Lithium 128 Y-X.

3.2.3 Propagation des ondes de Rayleigh dans le Niobate de Lithium

Au vu des critères de choix présentés précédemment, notre choix c'est porté sur le niobate de lithium (LiNbO_3 128 Y-X) pour le substrat piézoélectrique, pour des raisons que nous allons évoquer dans la suite. Premièrement c'est un matériau très piézoélectrique de structure cristalline trigonale de classe 3m. Le plan YZ étant un miroir, les ondes de Rayleigh sont pures pour toute surface libre qui contient l'axe X si la direction de propagation est soit perpendiculaire soit parallèle à cet axe X. Dans le tableau 3.2

sont regroupées les constantes diélectriques, piézoélectriques et élastiques ainsi que la masse volumique de ce matériau [Warner, 1968] :

Tableau 3.2 : Constantes élastiques, piézoélectriques, diélectriques, et masse volumique du LiNbO_3 [Royer, 1996].

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

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

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

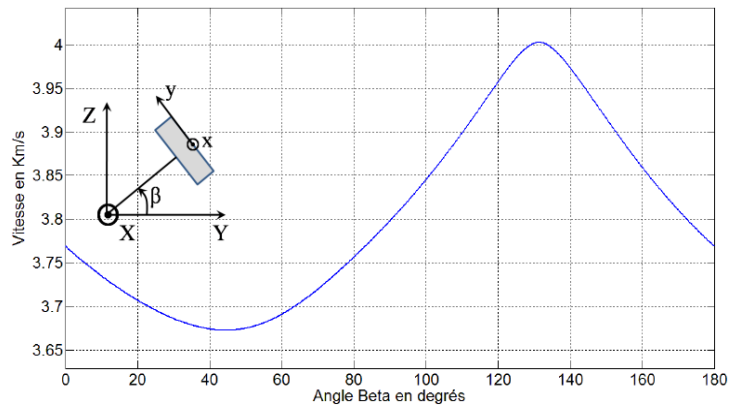


Figure 3.4 : Variation de la vitesse de phase en fonction de l'angle β de la coupe [Royer, 1996].

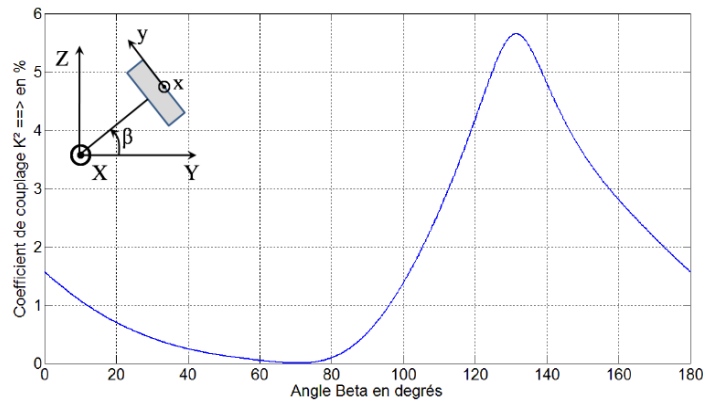


Figure 3.5 : Variation du coefficient de couplage en fonction de l'angle β de la coupe [Royer, 1996].

Sur les figures 3.4 et 3.5, le tracé en fonction de l'angle β de la coupe, respectivement les variations de la vitesse de phase et du carré du coefficient de couplage sont représentés. Pour un angle $\beta = 131.5^\circ$ (coupe Y+131.5°) et une propagation suivant X, le coefficient de couplage est maximum (le K^2 en % est égale à 5.6%) ainsi que la vitesse de phase ($V = 4000$ m/s). Si la propagation a lieu suivant Z, dans le plan XZ (coupe Y), il vaut 4.8% [Royer, 1996].

Toutefois cette analyse assez succincte n'est pas suffisante pour le choix du substrat piézoélectrique. En réalité, les coupes et directions de propagation ne correspondent pas forcément au maximum du coefficient de couplage, en tenant en compte l'apparition de certains phénomènes qui ont tendance à réduire les performances du matériau notamment par la présence d'ondes parasites [Royer, 1996]. Prenons par exemple les transducteurs interdigités, ils engendrent en plus des ondes de Rayleigh des ondes de volume non désirées suivant l'orientation du substrat. C'est d'ailleurs pour cette raison que la coupe Y + 128° est plus avantageuse que la coupe Y + 131.5°. Afin de réaliser les transducteurs, nous avons donc choisi d'utiliser comme élément piézoélectrique des plaquettes en niobate de lithium de coupe Y + 128° pour la raison que nous venons d'évoquer. Pour cette coupe, ce matériau possède un très bon coefficient de couplage ($K^2 = 5.4\%$), ce qui constitue un critère important pour le choix du matériau piézoélectrique. D'autre part, ce matériau est disponible sous forme de plaquette ("wafer") permettant une utilisation aisée en salle blanche.

3.2.4 Effets secondaires et corrections possibles

Le fonctionnement des transducteurs décrit précédemment est idéal. Cependant un mauvais choix des caractéristiques (épaisseur et largeur des électrodes, épaisseur substrat piézoélectrique etc.) peut entraîner l'apparition d'effets secondaires. Nous présentons quelques-uns de ces effets secondaires dans la suite [Royer, 1999].

3.2.4.1 Ondes de volumes

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

$$2 \cdot d \cdot \sin\theta = \lambda_B = \frac{V_B}{f} \quad \text{Eq (3.2)}$$

λ_B et V_B sont respectivement la longueur d'onde et la vitesse de propagation des ondes de volume dans le plan XY.

Cet effet n'existe qu'à des fréquences supérieures à une valeur de coupure [Royer, 1999] :

$$f \cdot \frac{\sin\theta}{V_B(\theta)} = \frac{1}{2 \cdot d} = \frac{f_0}{V_R} \Rightarrow f > \frac{(V_B)_{min}}{2 \cdot d} \quad \text{Eq (3.3)}$$

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

3.2.4.2 Diffraction

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

3.2.4.3 Réflexions

La variation brusque d'impédance (mécanique et électrique) en surface, due aux doigts métalliques engendre des réflexions à l'arrivée d'une onde élastique sous les électrodes d'un IDT. Les effets sont cumulatifs pour la fréquence correspondant à la période de ces discontinuités. En vue de les réduire, quelques structures ont été optimisées. A titre d'exemple, la scission en deux d'un doigt double la fréquence pour laquelle les réflexions sont maximales, cette fréquence se situant en dehors du domaine utile. Rappelons que les doigts sont de largeur $a = \lambda/4$ et séparés d'une distance $b = \lambda/4$. Les ondes qui se réfléchissent sur le même côté de deux doigts voisins s'ajoutent étant donné que la différence de trajet implique un déphasage de 2π . Si nous scindons un doigt large de $\lambda/4$ en deux doigts larges de $\lambda/8$, cela ne change pas la périodicité et les réflexions sont éliminées puisqu'il y a interférence destructive. Ces réflexions ont fait l'objet d'études et d'expériences diverses dont l'association de réflecteurs aux transducteurs permettant de minimiser les réflexions et donc de minimiser l'écho [Hartmann, 1982].

3.3 Principe de génération de la propagation des ondes acoustiques de surface

Lorsqu'une onde de surface se propage le long d'une surface élastique, la surface subit un déplacement elliptique, avec une composante de ce déplacement qui est parallèle à la direction de la propagation de l'onde acoustique de surface, et l'autre est normale à la surface. Les amplitudes de ces deux composantes de déplacement deviennent négligeables pour des profondeurs de pénétration supérieures à une longueur d'onde acoustique ($\lambda = v/f$) dans le corps du solide. Les équations mécaniques du mouvement et les équations de Maxwell pour la propagation des ondes électromagnétiques doivent être évaluées pour décrire le mécanisme de propagation des ondes élastiques dans un milieu piézoélectrique. Cependant, les SAW se propagent à des vitesses de l'ordre de 10^5 moins que la vitesse de la lumière, il est donc évident de considérer que la solution mécanique dominera le processus de propagation de ces

ondes. Le potentiel électrique (en Volts) induit sur la surface du matériau piézoélectrique est donnée par [Campbell, 2012] :

$$\phi = \phi(x, t) \approx |\phi| e^{i(\omega t - k_x x)} e^{-k_y |y|} \quad \text{Eq (3.4)}$$

où x est la direction de la propagation de l'onde acoustique de surface, y est le long de la profondeur du substrat, k_x et k_y sont des composantes de k (rad/m) dans les directions x et y , où $k\lambda = 2\pi$, $\lambda = v/f$, est la longueur d'onde acoustique à la vitesse de propagation. La propagation de l'onde dans le substrat (dans la direction y) est minimale car elle s'étend sur une profondeur d'une longueur d'onde acoustique, d'où on considère que la propagation de l'onde acoustique de surface est confinée à la surface ($y=0$) le long de l'axe des x . Les variations spatiales du potentiel électrique à la surface produisent un champ électrique d'intensité E (V/m). Le long de l'axe de propagation de l'onde acoustique de surface, la composante longitudinale E_x du champ électrique est donnée par $E_x = -\frac{\partial \phi}{\partial x}$. En supposant que les contraintes à la surface du matériau piézoélectriques dans la direction propagation de l'onde acoustique de surface soient principalement de type compression et la composante longitudinale du champ électrique E_x générée en raison du potentiel électrique, et $E_y = 0$, la propagation des ondes peut être réduite par :

$$E = E_x \approx |E| e^{i(\omega t - k_x x)} \quad \text{Eq (3.5)}$$

Avec $V = \frac{\omega}{k}$ la vitesse de l'onde acoustique de surface.

3.4 Transducteurs de type chirp : up-chirp et down-chirp

Un IDT chirp est un IDT où la période p varie. Lorsqu'une tension est appliquée aux bornes du peigne IDT, une large gamme de fréquences est générée. Selon la disposition des électrodes, on distingue deux configurations de transducteurs chirp, si la périodicité des électrodes est telle que les basses fréquences sont devant, c'est-à-dire arrivent en premier sur le point de détection, on parle de up chirp dans le cas contraire on parle de down chirp (fig 3.6).

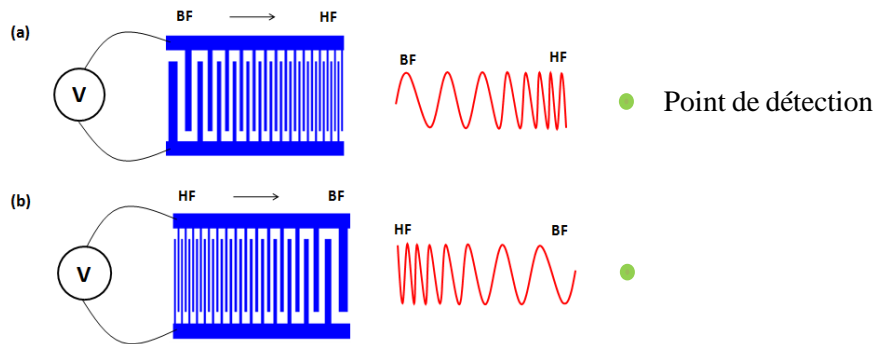


Figure 3.6 : Transducteur chirp a) up chirp b) down chirp.
(HF pour les hautes fréquences et BF pour les basses fréquences)

3.5 Modulation linéaire en fréquences

La position des électrodes à pas variable peut suivre différents types de distributions. L'une des distributions les plus connus est la modulation linéaire en fréquence (LFM) [Morgan, 1985]. A titre d'exemple un transducteur interdigités, down chirp, générant une bande passante de 90 MHz – 260 MHz est schématisé sur la figure 3.7. Dans ce cas, la variation de fréquence par rapport à la position des électrodes est linéaire et est représentée par l'équation :

$$\omega = 2\pi \left(f_0 - \frac{B}{T} t \right) \quad \text{Eq (3.6)}$$

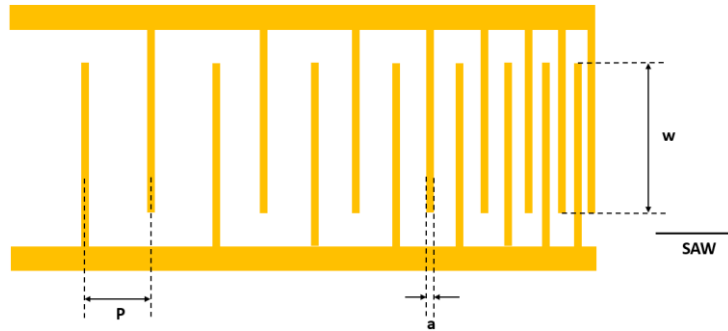


Figure 3.7 : Schéma d'un transducteur interdigité linéaire up-chirp, où B est la largeur de bande de fréquence, T est la durée du signal et f_0 est la fréquence initiale.

3.6 Modélisation des transducteurs interdigités larges bandes de fréquences

Le réseau de répartition d'électrodes constitue l'élément le plus fondamental des transducteurs interdigités (IDT). Les propriétés des ondes acoustiques de surface (SAW) générées par le transducteur peuvent être contrôlées en faisant varier plusieurs paramètres, tels que le nombre de doigts (électrodes) du peigne interdigités et la distribution spatiale des électrodes (pas (P), largeur (a)). Dans cette étude nous souhaitons étudier la génération des ondes acoustique de surface (SAW) par des transducteurs interdigités chirp large bande, 3 bandes de fréquences sont privilégiées, [20-125] MHz, [90-210] MHz et [90-260] MHz. Le modèle utilisé pour modéliser les transducteurs interdigités considère un signal chirp temporel d'une microseconde comme référence, et en faisant une corrélation entre le chirp temporel et le chirp spatial (distribution des électrodes sur la surface du substrat piézoélectrique LiNbO_3), il est possible de déterminer les largeurs et le nombre des différentes électrodes constituant les transducteurs chirp [Fall, 2017]. Pour obtenir des amplitudes suffisantes de SAW, nous avons testé plusieurs configurations en termes de zone de recouvrement des électrodes (W) et la longueur (L). En prenant en compte la longueur de la zone active du transducteur, la longueur (L) et la vitesse de l'onde acoustique de surface $V = 4000$ (m/s), on obtient un signal temporel de durée $D=L/V$. Un signal temporel chirp linéaire, est un signal sinusoidals, $t = A \cdot \sin(2\pi f \cdot t)$, avec une fréquence instantanée donnée par $f = \left(f_c - \frac{B}{2} \right) + \frac{B}{2D} t$, où f_c est la fréquence centrale entre la fréquence maximale f_2 et la fréquence minimale f_1 du chirp ($f_c = \frac{f_1+f_2}{2}$), et B est la bande passante ($B=(f_2-f_1)$) (fig 3.8). La largeur des

différentes électrodes du transducteur est déterminée par la vitesse de l'onde acoustique de surface V et la fréquence instantanée f . Le rapport de métallisation (a/p) de l'IDT a été fixé à la valeur standard de 50%, ce qui correspond à un niveau de signal temporel de $\frac{A}{\sqrt{2}}$. Compte tenu du fait que ces transducteurs ont été fabriqués en utilisant la lithographie optique dont la résolution la plus élevée est d'environ $1 \mu\text{m}$. Nous avons systématiquement arrondi la largeur et l'espacement entre les électrodes au micromètre le plus proche [Fall, 2018].

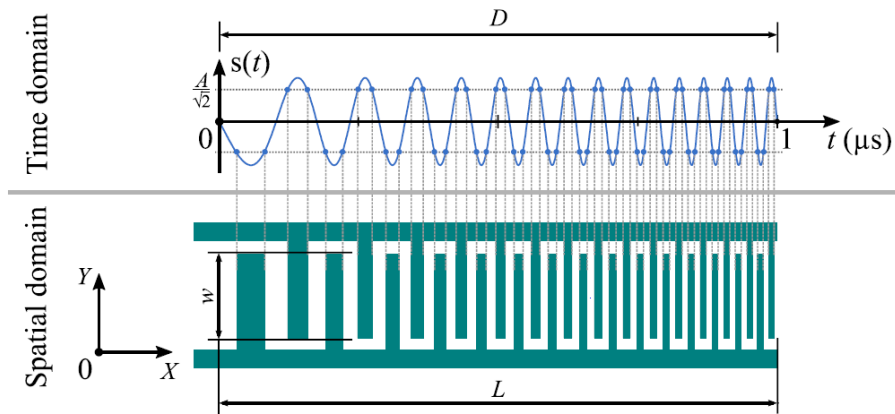
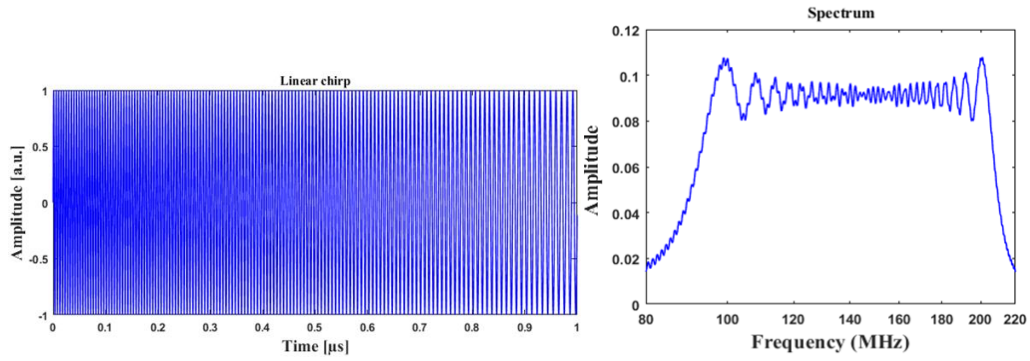


Figure 3.8 : SAW-IDT avec une modulation de fréquence linéaire.

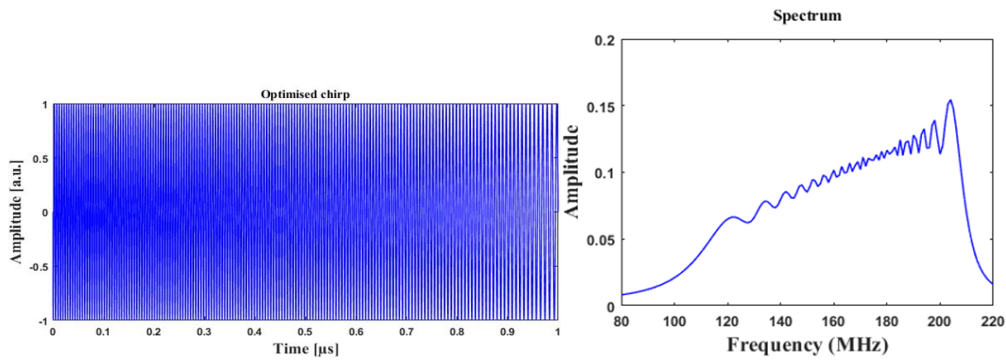
Les transducteurs [20-125] MHz ont été étudiés et optimisés précédemment par D. Fall [Fall, 2017].

3.7 Types d'excitations utilisés pour modéliser et exciter les transducteurs interdigités larges bandes [90-210] MHz et [90-260] MHz

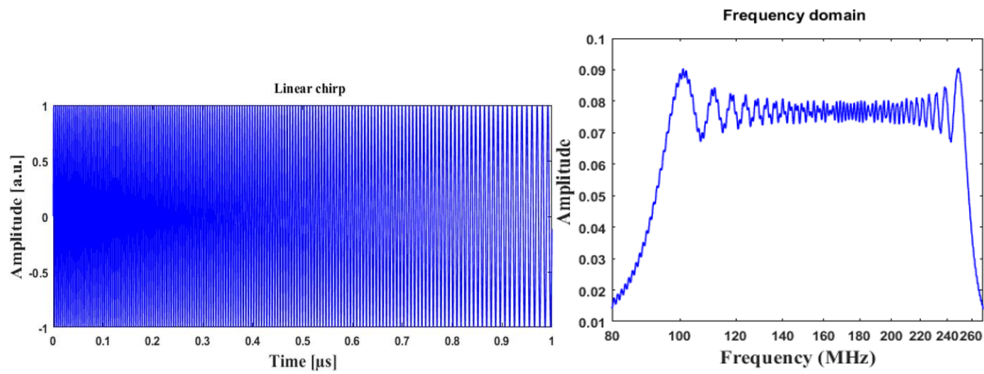
Dans cette étude, deux excitations chirp ont été utilisées, une excitation chirp linéaire et une autre excitation de type chirp optimisée. Un chirp linéaire est un signal sinusoïdal qui couvre linéairement une large bande de fréquences ($B = f_2 - f_1$), où f_1 et f_2 sont respectivement les fréquences initiale et finale. Un chirp optimisé est un signal sinusoïdal qui favorise les hautes fréquences permettant d'avoir un nombre important de paires d'électrodes en hautes fréquences. Dans certains cas, en utilisant des transducteurs avec une modulation de fréquence linéaire, il est probable que pour les mesures effectuées à plus de 20 mm du transducteur, les composantes en hautes fréquences de l'onde acoustique de surface seront trop atténuées pour pouvoir être exploitées pour la caractérisation des couches minces. La figure 3.9 montre les différents types d'excitation utilisés pour modéliser et exciter les transducteurs interdigités.



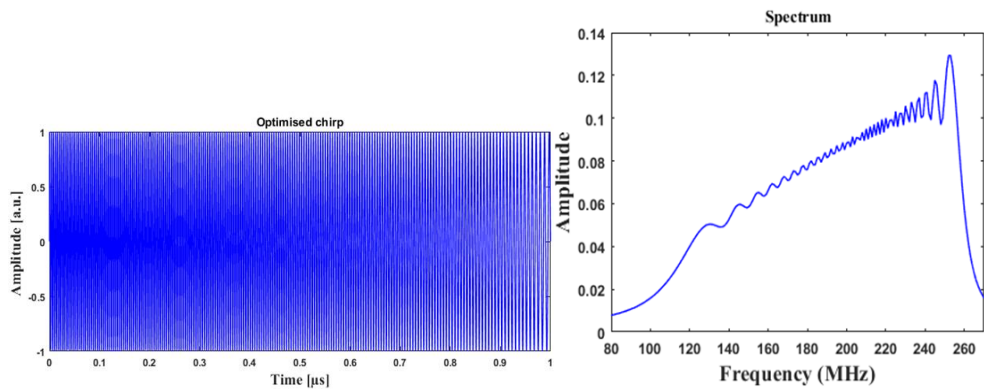
a) Excitation de type Chirp linéaire [90-210] MHz de durée 1 μ s, signal temporel et spectre.



b) Excitation de type Chirp optimisée [90-210] MHz de durée 1 μ s, signal temporel et spectre.



c) Excitation de type Chirp linéaire [90-260] MHz de durée 1 μ s, signal temporel et spectre.



d) Excitation de type Chirp optimisée [90-260] MHz de durée 1 μ s, signal temporel et spectre.

Figure 3.9 : Signaux «chirp» linéaire et optimisé en fréquence pour l'excitation du transducteur interdigité large bande, Tracé du spectre du «chirp» linéaire et optimisé en fréquence.

3.8 Caractéristiques géométriques (L, W) des transducteurs large bande modélisés

Les différentes configurations géométriques (L, W) des transducteurs « chirp » linéaires et optimisés opérant dans la gamme [90-210] MHz et [90-260] MHz sont regroupés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Caractéristiques géométriques (L, W) des transducteurs modélisés.

IDT [90-210] linéaire			
Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Lin	4	2	300
IDT2-Lin	4	2.5	300
IDT3-Lin	3	2.5	224

IDT [90-210] optimisé			
Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Opt	4	2	344
IDT2-Opt	4	2.5	344
IDT3-Opt	3	2.5	258

IDT [90-260] linéaire			
Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Lin	4	2	350
IDT2-Lin	4	2.5	350
IDT3-Lin	3	2.5	262

IDT [90-260] optimisé			
Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Opt	4	2	414
IDT2-Opt	4	2.5	414
IDT3-Opt	3	2.5	310

A titre d'exemple, la figure 3.10 montre les histogrammes qui illustrent la répartition et le nombre d'électrodes en fonction de la fréquence pour les IDT fonctionnant dans la bande [90-260] MHz. On peut voir clairement que dans le cas des IDT optimisés le nombre d'électrode augmente progressivement de manière exponentielle avec la fréquence, ce qui va permettre d'obtenir des amplitudes assez importantes en hautes fréquences. Pour les IDT linéaires, la distribution des électrodes augmente de manière linéaire avec la fréquence.

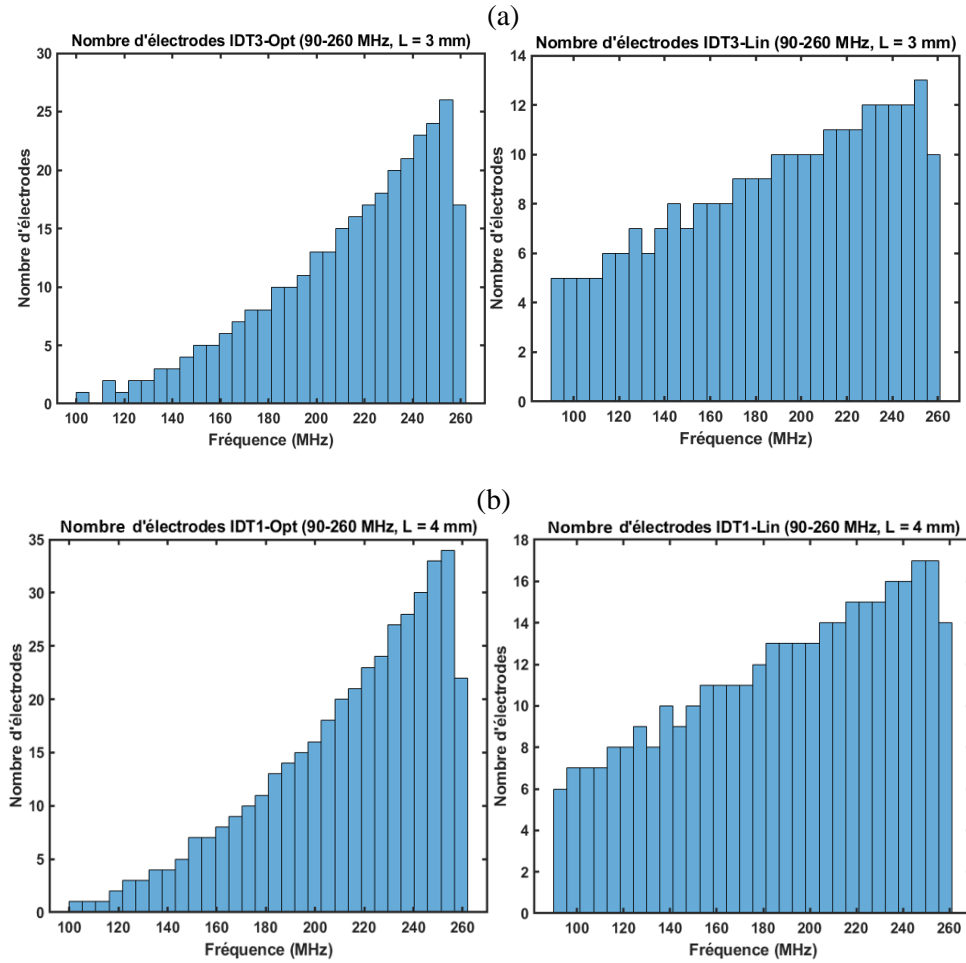


Figure 3.10 : Histogrammes montrant de distribution et le nombre d'électrodes en fonction de la fréquence. (a) IDT3-Opt et Lin ($L = 3$ mm, $W = 2$ mm), (b) IDT1-Opt et Lin ($L = 4$ mm, $W = 2$ mm).

3.9 Micro fabrication des transducteurs interdigités (IDT) en large bande de fréquences

Cette partie du chapitre fournira une description détaillée du procédé de microfabrication utilisé pour réaliser les transducteurs interdigités en large bande de fréquences [20-125] MHz, [90-210] MHz et [90-260] MHz qui permettent de générer les ondes acoustiques de surfaces de type Rayleigh. Les peignes interdigités en or gravés sur la surface du matériau piézoélectrique (LiNbO_3) sont les principaux éléments de ce type de transducteurs. Ensuite, on fera une description du processus global de microfabrication des IDT. La préparation du masque photolithographique sera aussi abordée. Les détails de chaque étape de microfabrication seront fournis dans les sections suivantes.

3.9.1 Introduction à la microfabrication des IDT

Pour les besoins de cette recherche, différents transducteurs interdigités ont été fabriqués. Le travail a été entrepris en utilisant les installations et les équipements de la salle blanche du laboratoire IEMN. La figure 3.11 présente les étapes globales de microfabrication, qui sont largement adoptées dans le

domaine de la microélectronique pour le développement des circuits intégrés (CI). Une erreur dans une étape de microfabrication entraîne une anomalie irréversible et tout le processus doit être relancé.

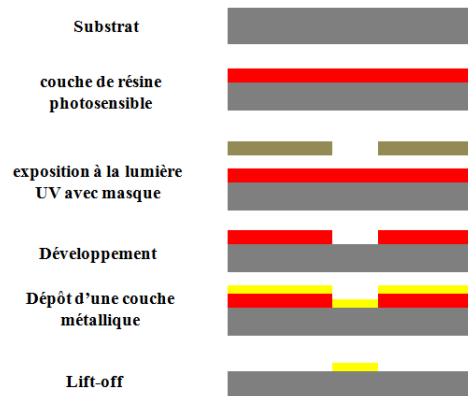


Figure 3.11 : Étapes de microfabrication des transducteurs interdigités.

3.9.2 Réalisation du masque de lithographie

La première étape, avant la photolithographie, consiste en la réalisation d'un masque. Ce masque est une plaque de quartz sur laquelle a été gravé un dépôt de chrome. Les motifs ont été réalisés grâce au logiciel Clewin®. Il permet de schématiser, aux dimensions exactes souhaitées et définies précédemment, les différents motifs qui seront plus tard reportés sur wafers de Niobate de Lithium. Dans le cas où plusieurs dépôts doivent être effectués, Clewin® permet la gestion des différentes couches à déposer en un seul fichier. La figure 3.12 illustre les schémas des transducteurs réalisés sur Clewin®.

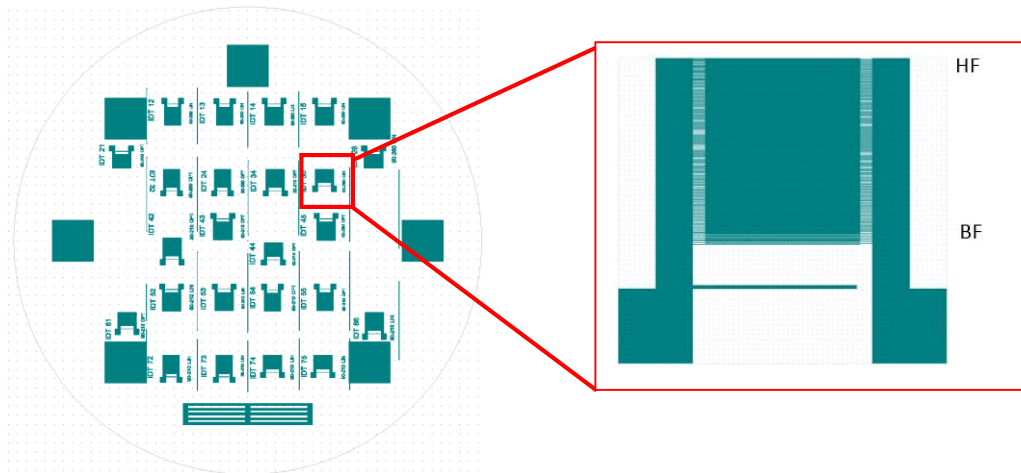


Figure 3.12 : Schéma de modélisation du masque de photolithographie obtenu à partir du logiciel Clewin®.

Le fichier a été enregistré sous format (cif et gds). Le masque (fig 3.13) sert lors de la photolithographie à :

- Bloque l'énergie dans la région adéquate-absorbant : matériau opaque pour la longueur d'onde désirée
- Transmet l'énergie dans la région adéquate : parfaitement transparent pour la longueur d'onde désirée

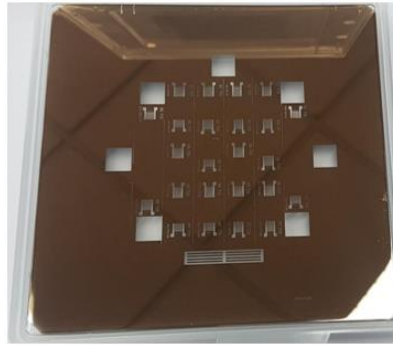


Figure 3.13 : Photo du masque pour la lithographie. IDT large bande [20-210] MHz et [90-260] MHz.

3.10 Etapes de fabrication des transducteurs

Les étapes de fabrication des transducteurs large bande [90-210] MHz et [90-260] MHz en salle blanche de l'IEMN sont décrites ci-dessous.

3.10.1 Nettoyage des substrats (LiNbO_3)

En raison des caractéristiques dimensionnelles des IDT, le processus de microfabrication est en grande partie affecté par des particules organiques ou inorganiques adsorbées sur la surface du substrat pendant la fabrication. D'où la microfabrication des IDT a été réalisée dans la salle blanche de classe 1000 au laboratoire LCI-IEMN. Au début du processus, le substrat a été rincé avec de l'acétone pendant cinq minutes pour éliminer tout contaminant organique. L'acétone est un composé organique volatil bien connu, il s'évapore rapidement en laissant des taches sur le substrat. C'est pourquoi le substrat a été rincé avec l'alcool isopropylique (IPA) pendant deux minutes avant l'évaporation complète de l'acétone. De l'eau désionisée a été utilisée pour nettoyer le substrat de tout résidu d'IPA. Ensuite, le substrat a été séché avec un flux d'azote gazeux comprimé. Après ce processus, le substrat a été inspecté minutieusement au microscope optique pour déterminer si un nettoyage supplémentaire est nécessaire. Le nettoyage du substrat est répété jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de particules pendant l'inspection au microscope optique. Avant de s'engager dans la prochaine étape de microfabrication le substrat a été complètement déshydraté en le plaçant sur une plaque chauffante à 100 °C pendant cinq minutes afin d'éviter toute tache causée par l'évaporation lente des gouttelettes d'eau.

3.10.2 Dépôt de résine

Ce procédé consiste à étaler une certaine épaisseur de résine positive sur le substrat par une technique de centrifugation. Nous utilisons pour cela une tournette avec capot fermé qui aspire la plaquette (wafer) afin qu'elle ne soit pas éjectée. Elle permet grâce à un réglage de la vitesse de rotation, de l'accélération et de la durée de rotation, d'étaler uniformément la résine. La surface du substrat doit absolument être plus grande que la surface du support sinon il y a un risque d'aspiration de résine. La vitesse de rotation est calculée pour obtenir une couche fine sur toute la surface et d'épaisseur constante. Avant de déposer la couche de résine photosensible il est préférable de déposer avant un promoteur d'adhérence. Dans

notre cas en premier on dépose une fine couche de HDMS comme protomoteur d'adhérence avec une vitesse de rotation 4000 rpm et une accélération de 1000 rpm/s. Ensuite, une résine photosensible positive AR – P5320(50/15) est déposée par rotation à 3500 rpm pendant 40s avec une accélération de 4000 tr/min. Un recuit est nécessaire pour faire évaporer le solvant.

3.10.3 L'insolation (exposition aux UV)

Après le recuit sur une plaque chauffante, nous procédons à l'insolation. Au préalable il faut régler la planéité et l'alignement entre le masque et le wafer de LiNbO_3 . Une fois l'alignement bien fait nous passons à l'insolation grâce à un rayonnement ultraviolet. Ainsi les zones de la résine exposées (zones transparentes sur le masque) deviennent solubles.

3.10.4 Le développement

Le substrat est ensuite plongé dans un révélateur dilué, ce dernier dissout la résine dans les zones où la solubilité est la plus grande (zones exposées aux UV). Cette opération consiste donc à transférer, sur le substrat, les motifs réalisés sur le masque. Le développement de la résine est effectué dans une solution AR300 – 26 /EDI (2/3), temps de développement, $t = 90$ s, toutes les régions exposées aux UV deviennent solubles dans le révélateur, c'est la dernière étape de lithographie. Ensuite, le substrat est rincé avec de l'eau désionisée et séché à l'azote gazeux comprimé. Les motifs transférés sur le substrat ont été inspectés au microscope optique.

A titre d'exemple, le profil des motifs en résine photosensible transférés sur la surface du substrat est illustré sur la figure 3.14.

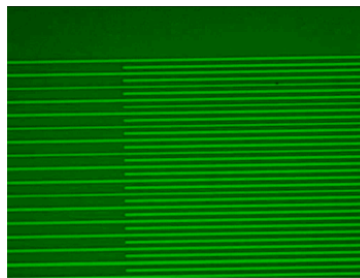


Figure 3.14 : Image obtenue avec un microscope optique montrant le profil du réseau de doigts interdigités en résine photosensible à la fin du processus de lithographie.

3.10.5 Dépôt de couches minces métalliques

Une fois l'étape de développement terminée, pour imprimer les transducteurs interdigités sur la surface du wafer de LiNbO_3 , une couche de chrome (Cr) et une autre en or (Au) ont été déposées à l'aide d'un évaporateur à faisceau d'électrons. En raison de sa bonne adhérence au substrat et sa faible résistivité électrique, le Cr a été déposé en premier lieu comme moyen d'assurer une bonne adhérence pour le film mince d'or. L'épaisseur du film mince de Cr est de 50 nm. Puis un film mince de 400 nm d'or a été déposé.

3.10.6 Lift-off

L'ultime étape consiste à plonger le substrat dans une solution l'acétone afin de dissoudre la résine et ainsi révéler les électrodes interdigités (fig 3.15).



Figure 3.15 : Wafer de LiNbO_3 sur lequel a été déposée des électrodes en or.

La figure 3.16 montre deux images obtenues avec un microscope optique des doigts interdigités après l'étape de Lift-off. Il est possible de constater que le processus de fabrication est réussi car il n'y a pas de courts circuits qui peuvent altérer le fonctionnement du transducteur.

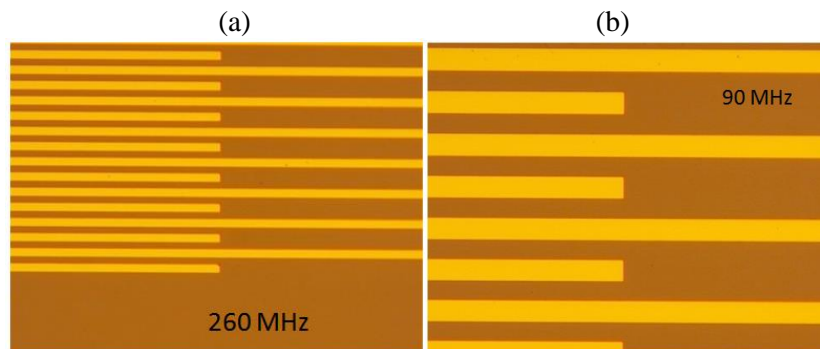


Figure 3.16 : Images obtenus avec un microscope optique, (a) hautes fréquences (260MHz), (b) basses fréquences (90 MHz).

3.10.7 Découpe et interconnexion

Avant la caractérisation des champs de déplacement générés par les transducteurs interdigités, il est nécessaire de découper les transducteurs et les placés sur support afin de pouvoir les manipuler aisément. Ainsi les transducteurs réalisés sur wafer de Niobate de Lithium ont été découpés à la scie à fil diamanté (fig 3.17 (a)) puis collé sur un support en époxy sur lequel a été fixés une fiche SMA (fig 3.17 (b)). Le Niobate de Lithium étant très sensible aux chocs thermiques et étant donné la taille des électrodes, pour l'alimentation nous avons choisi la laque à argent conductrice séchant à l'air. Ce type de produit est très efficace et très utilisé dans de nombreuses applications nécessitant une excellente conductivité électrique

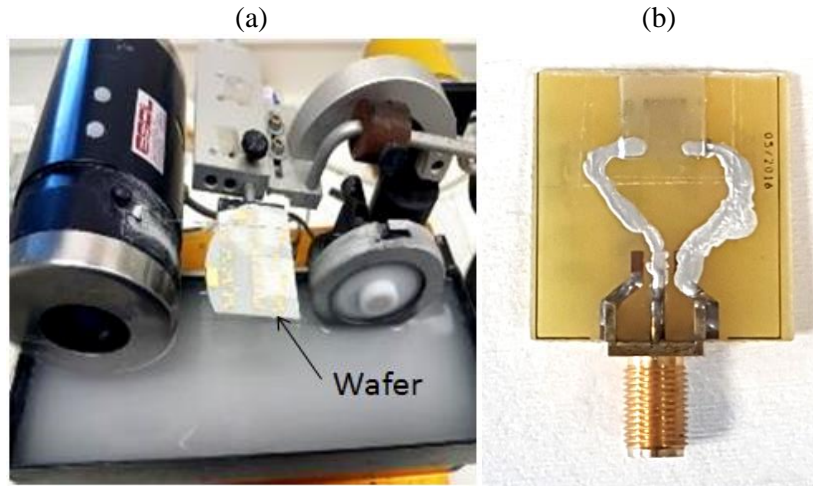


Figure 3.17 : Découpe et montage des capteurs IDT sur support époxy avec fiches sma.

3.11 Caractérisation électrique des IDT

Afin d'obtenir les valeurs d'impédance de nos transducteurs et vérifier leur fréquence de résonance, une caractérisation électrique a été effectuée par tests sous pointes à l'aide d'un analyseur de réseaux que nous avons préalablement étalonné (fig 3.18 et 3.19). Chaque IDT a été testé afin de sélectionner les meilleurs candidats pour caractériser nos structures. Il s'est avéré que certains capteurs réalisés étaient court-circuités, ce qui n'est pas toujours visible à l'œil nu. En effet la technique de dépôt des électrodes via le procédé lift-off demande une certaine rigueur lors des différentes étapes notamment dans la gestion du temps d'insolation de la résine aux ultraviolets. Les conséquences d'un mauvais temps d'insolation sont souvent un court-circuit au niveau des doigts ou à l'opposé, une élimination de doigts non désirée qui peut survenir lorsque l'insolation aux UV n'a pas été assez longue. La résine n'a donc pas été suffisamment fragilisée pour être ôtée au niveau des motifs lors du développement ; le dépôt d'or ne se fait pas sur le Niobate de Lithium mais sur de la résine persistante et lors de l'étape du lift-off, l'or qui possède encore de la résine sous-jacente est éliminé et laisse des "trous" dans les motifs. Même avec de la rigueur dans le procédé, la présence d'une poussière sur la plaquette, ou une résine tenace après le lift-off peut rendre un capteur inutilisable.

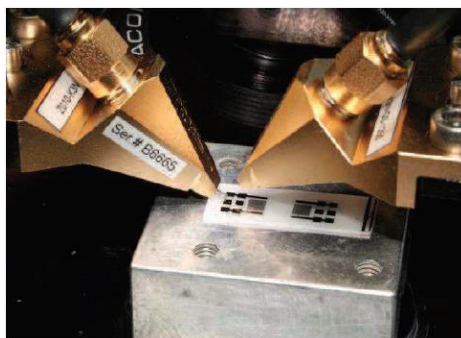


Figure 3.18 : Photo d'un IDT testé électriquement sous pointes.

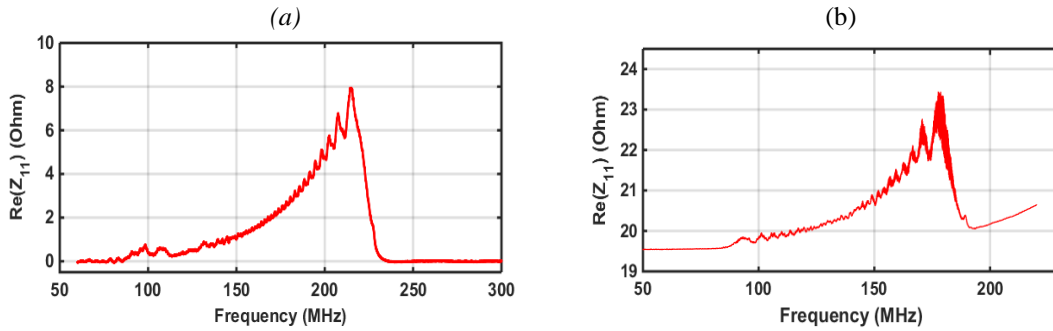


Figure 3.19 : Mesures sous pointes de l'impédance d'un IDT conçu pour fonctionner à (a) (90-260) MHz et un autre à (b) (90-210) MHz.

3.12 Caractérisation expérimentale des champs de déplacements générés par les transducteurs IDT

Pour la caractérisation, nous allons mesurer les déplacements normaux des ondes de surface directement sur le substrat de Niobate de Lithium (fig 3.20). Ils existent plusieurs méthodes de détection optique pour effectuer cette étude [Deboucq, 2012]. Nous utilisons pour notre cas la détection interférométrique à l'aide de l'UHF 120. Les ondes de surface sont générées par le transducteur, ensuite, les ondes sont détectées à l'aide de l'UHF 120 qui mesure les déplacements normaux engendrés par ces ondes.

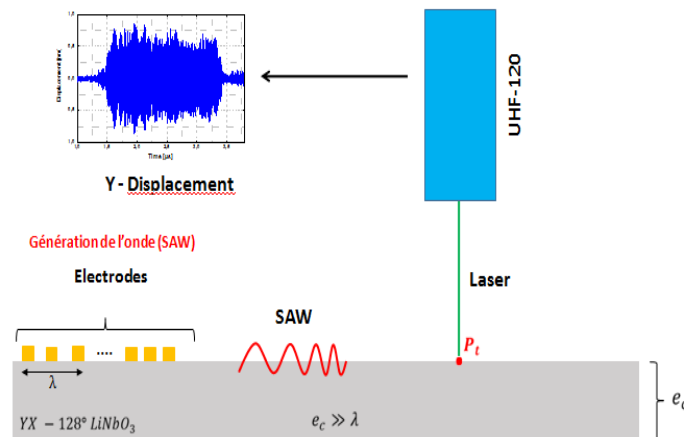


Figure 3.20 : Point de détection pour les mesures interférométriques avec l'UHF 120.

L'onde acoustique de surface (SAW) générée par l'IDT sera transmise sur la structure à caractériser. Il est donc essentiel de prendre en compte l'atténuation de l'onde lors de la propagation, sachant qu'elle doit parcourir plus de 20 mm dans certains cas. Plus la fréquence est élevée, plus l'atténuation de l'onde acoustique de surface est importante lors de la propagation.

3.12.1 Dispositif expérimentale (plateforme WaveSurf)

Afin de caractériser le champ de déplacement des ondes acoustiques de surface (SAW) généré par les IDT à large bande, nous avons utilisé un vibromètre laser (Polytec UHF-120). Les signaux chirp ont été générés à l'aide d'un générateur d'onde Tektronix 7051. De plus, la tension du signal a été augmentée à

20 V en utilisant un amplificateur de puissance 50W1000A (bande de fréquence 1-1000 MHz, 50 W) (fig 3.21).

L'interféromètre laser UHF-120 de Polytec ultra haute fréquence peut mesurer les déplacements normaux des ondes de surface à des fréquences très élevées (jusqu'à 1,2 gigahertz). Le fonctionnement est basé sur le principe de l'interférence optique, qui consiste à mesurer le déphasage du faisceau laser réfléchi introduit par le déplacement normal à la surface de l'échantillon. Le système se compose d'un interféromètre hétérodyne avec un contrôleur. La tête optique fournit un signal hétérodyne via un oscilloscope numérique. Le signal détecté est digitalisé puis transféré à un PC où le porteur hétérodyne est démodulé par le logiciel fourni par Polytec. Le système est doté d'une passerelle pour régler la densité de luminosité et pour réduire au minimum le transfert d'énergie depuis le faisceau de mesure jusqu'à la structure mesurée. En complément, une caméra intégrée commande la zone à mesurer utilisant le champ lumineux du microscope. Le seuil de sensibilité au déplacement des ondes acoustiques de surface est défini comme suit : $30 \text{ fm} \sqrt{f \text{ (Hz)}}$, où "fm" représente les femtomètres et f la fréquence en Hertz. La résolution de balayage spatial est définie par la table motorisée et est égale à 300 nm. Pour caractériser les couches minces, les échantillons sont fixés sur une la table motorisée (déplacement X-Y), puis un B-scan est appliqué.



Key Features	
SAW frequency	1200 MHz
Laser wavelength	532 nm (Neodym:YAG-crystal)
Laser power	< 5 mW (3R Class),
Displacement resolution	1.5 pm à 2.5 kHz BW ($30 \text{ fm} \sqrt{f \text{ (Hz)}}$)
Scanning parameters	50 x 50 mm, résolution 300 nm

Figure 3.21 : Dispositif expérimental et caractéristiques des équipements de la plateforme WaveSurf à l'IEMN-DOAE.

A titre d'exemple, la figure 3.22(a) montre le A-scan correspondant au déplacement de l'onde de surface générée par un IDT [90-260] MHz pour une excitation chirp identique à celle utilisée précédemment pour la modulation de fréquence linéaire. Le spectre représenté sur la figure 3.22(b) est presque plat sur toute la gamme de fréquences.

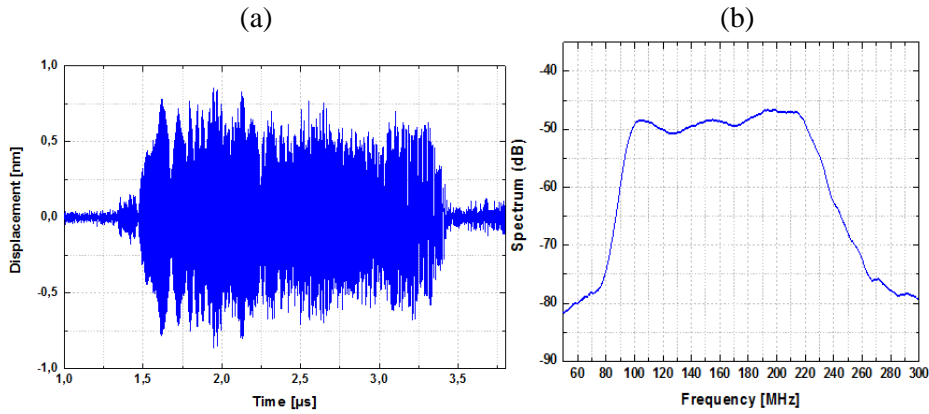


Figure 3.22 : (a) Déplacement de l'onde de surface générée par l'IDT, (b) Spectre correspondant au déplacement de l'onde de surface générée par l'IDT

3.12.2 B-scan correspondant au déplacement de l'onde acoustique de surface (SAW)

La figure 3.24 montre les images des SAW obtenues à partir des B-scan réalisés avec le vibromètre laser (UHF-120) pour trois types de transducteurs, [20-125] MHz, [90-120] MHz et [90-260] MHz.. Pour l'excitation des SAW, un signal chirp d'une durée de 1 μs dans une gamme de fréquences allant de [20-125] MHz, [90-210] MHz et [90-260] MHz est appliquée respectivement au transducteurs [20-125] MHz, [90-210] MHz et [90-260] MHz. Le B-scan a été effectué le long d'une ligne perpendiculaire à l'axe de chaque IDT et à une distance de 2 mm de la dernière électrode (fig 3.23). La longueur de balayage est de 5.4 mm, avec un pas de 44 μm, ce qui correspond à 123 points de balayage.

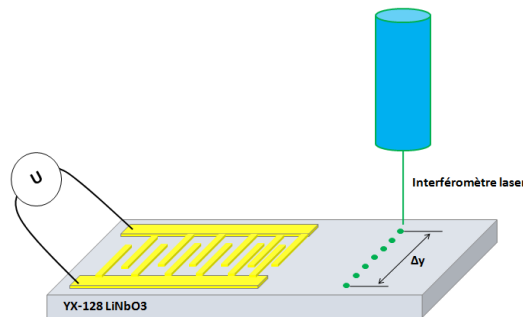
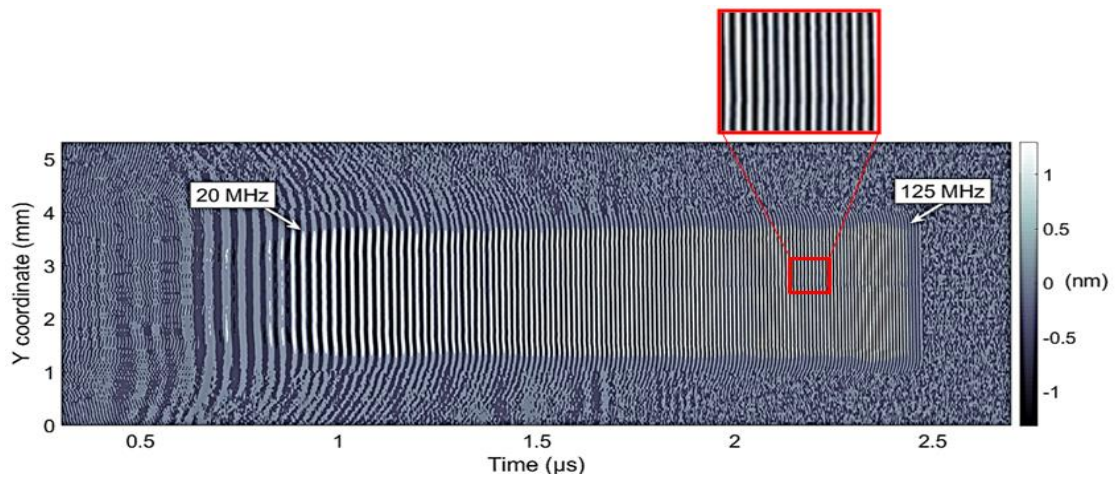
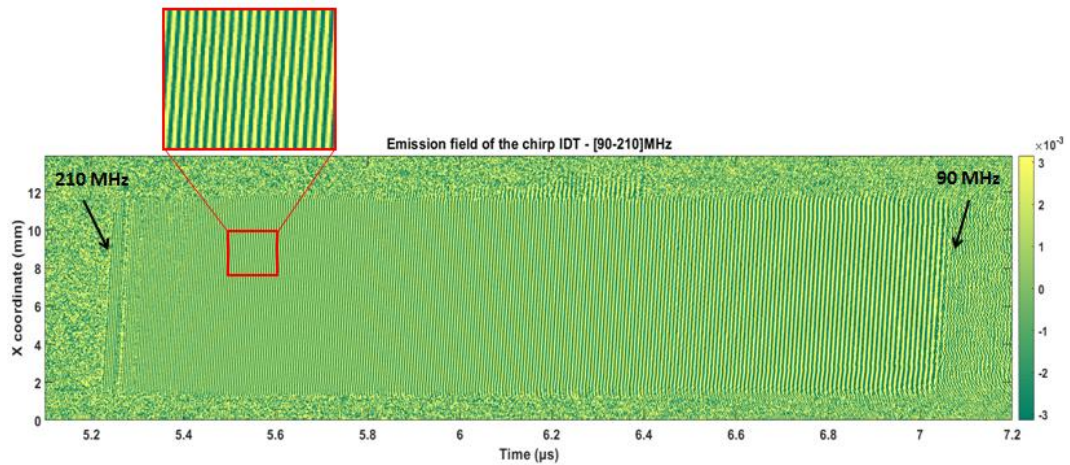


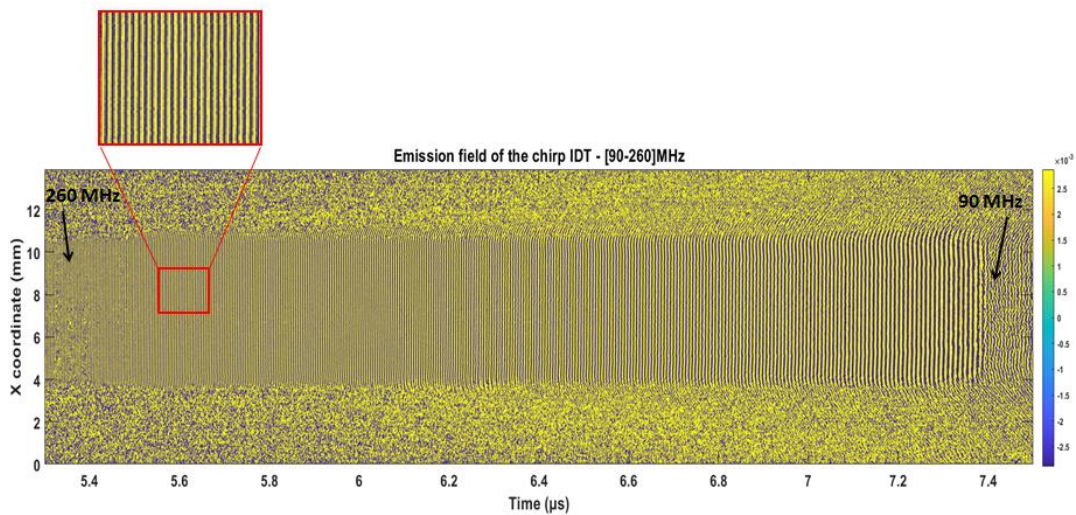
Figure 3.23 : Configuration des points de balayage du B-scan.



a) [20-125] MHz



b) [90-210] MHz



c) [90-260] MHz

Figure 3.24 : Images correspondant au déplacement de l'onde de surface (SAW) générée par les transducteurs large bande obtenus à partir des B-scan. (a) [20-125] MHz, (b) [90-120] MHz et (c) [90-260] MHz.

3.13 Influence de la configuration géométrique (L, W) sur la bande passante des transducteurs et l'amplitude des ondes acoustiques de surface (SAW) générées par les transducteurs

Pour l'excitation des transducteurs on utilise un signal chirp temporel de durée 1 μ s, variant entre les [90-260] MHz pour une valeur d'amplitude de tension crête à crête de 40 V.

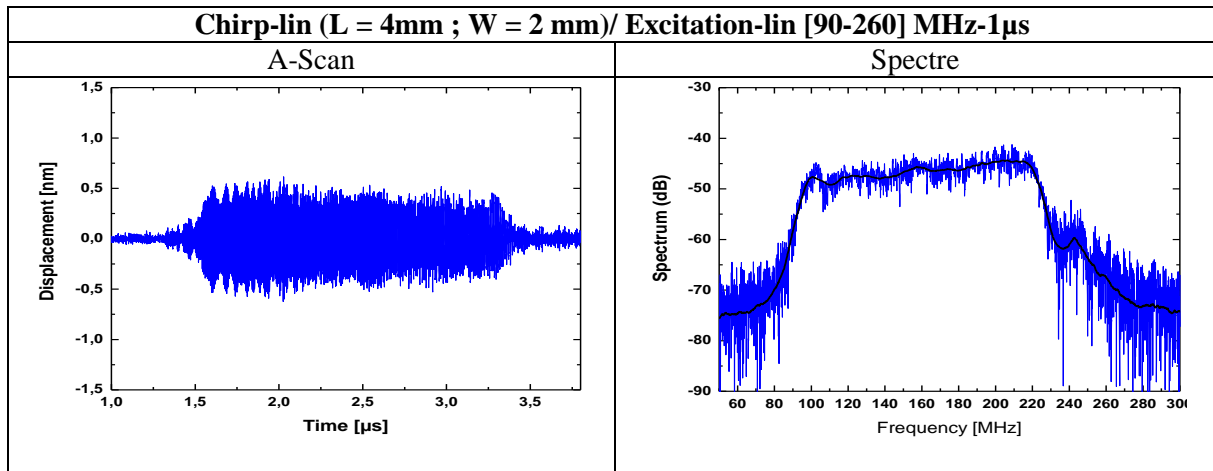
3.13.1 Transducteurs chirp linéaires [90-260] MHz

Tableau 3.4 : Caractéristiques des transducteurs chirp linéaire [90-260] MHz

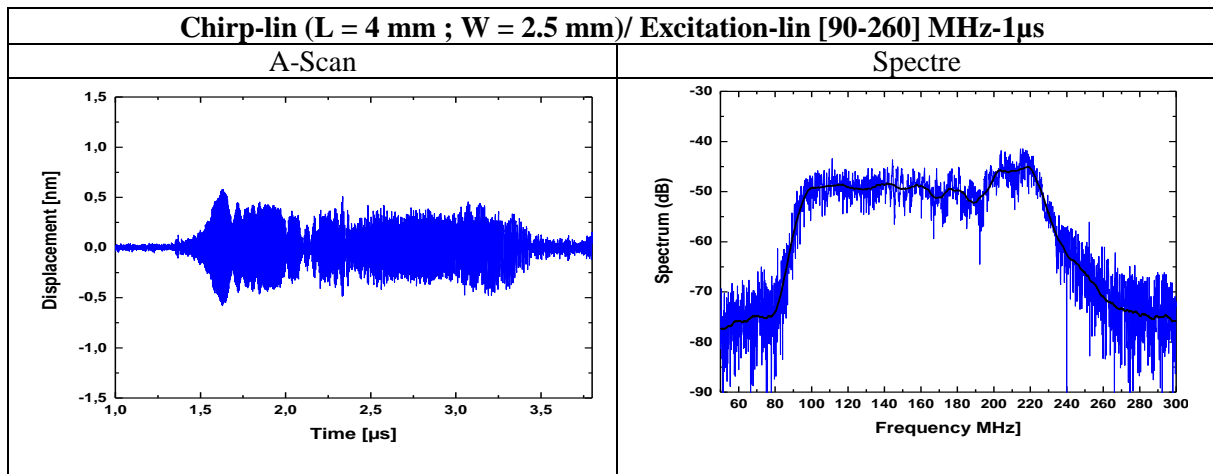
Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Lin	4	2	350
IDT2-Lin	4	2.5	350
IDT3-Lin	3	2.5	262

La figure 3.25 donnent l'allure de l'amplitude et le spectre fréquentiel des déplacements pour les différentes configurations détaillées dans la tableau 3.4.

IDT1-lin



IDT2-lin



IDT3-lin

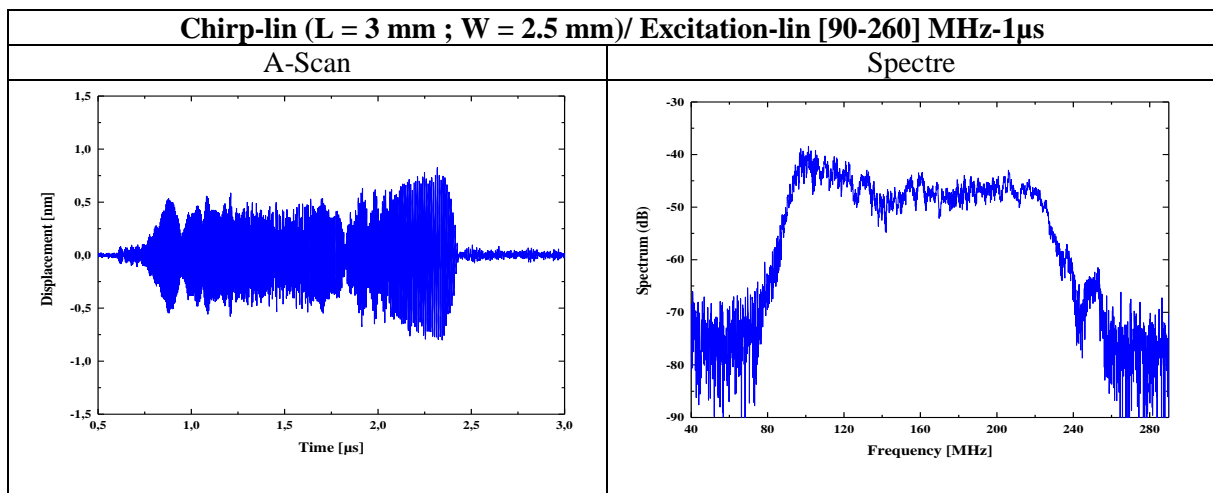


Figure 3.25 : Déplacements et spectres fréquentiels pour les transducteurs linéaires [90-260] MHz.

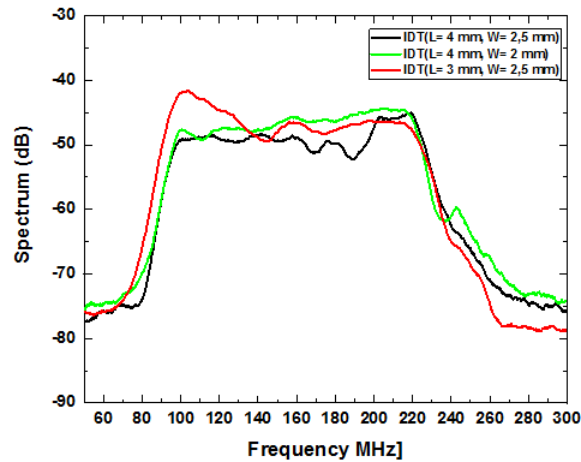


Figure 3.26 : Réponses fréquentielles en déplacement des transducteurs chirp linéaires (90–260 MHz), IDT1 en vert, IDT2 en noir et IDT3 en rouge.

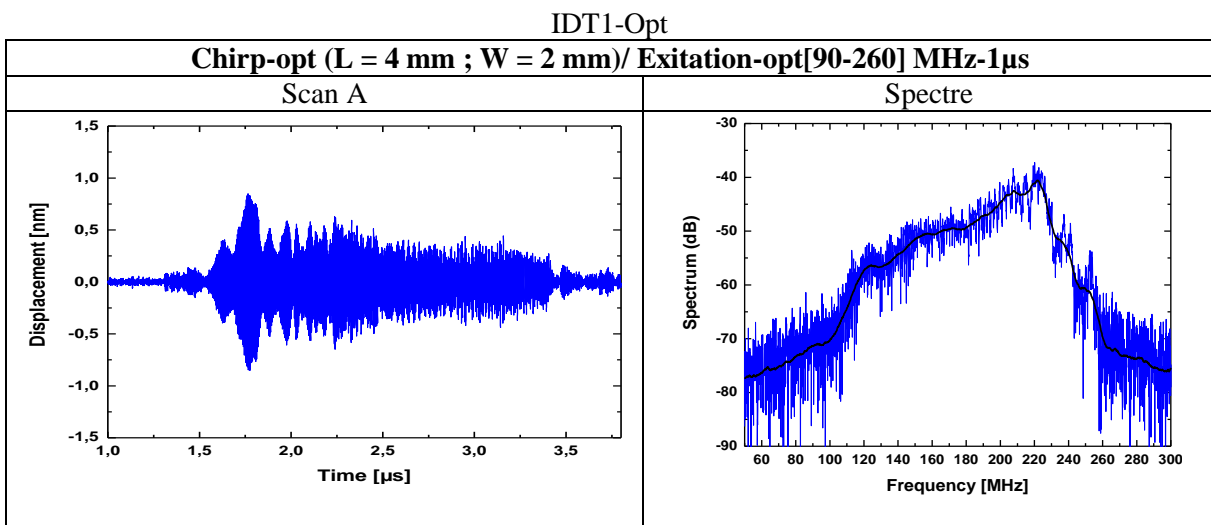
L'excitation des transducteurs linéaires avec un chirp temporel linéaire d'une microseconde a permis d'obtenir une onde acoustique de surface large bande avec des amplitudes suffisantes pour l'application visée. Nous avons réussi à obtenir des transducteurs large bande et présentant un spectre relativement constant dans la bande [90 – 260] MHz. Avec une excitation linéaire l'énergie est répartie de manière équilibrée sur transducteur. On note aussi que les paramètres (L, W) n'ont pas une grande influence sur les caractéristiques des SAW induite par les transducteurs.

3.13.2 Transducteur chirp optimisé [90-260] MHz

Tableau 3.5 : caractéristiques des transducteurs chirp linéaire [90-260] MHz.

Type-IDT	L (mm)	W (mm)	Nombre d'électrodes
IDT1-Opt	4	2	414
IDT2-Opt	4	2.5	414
IDT3-Opt	3	2.5	310

La figure 3.27 donnent l'allure de l'amplitude et le spectre fréquentiel des déplacements pour les différentes configurations détaillées dans le tableau 3.5.



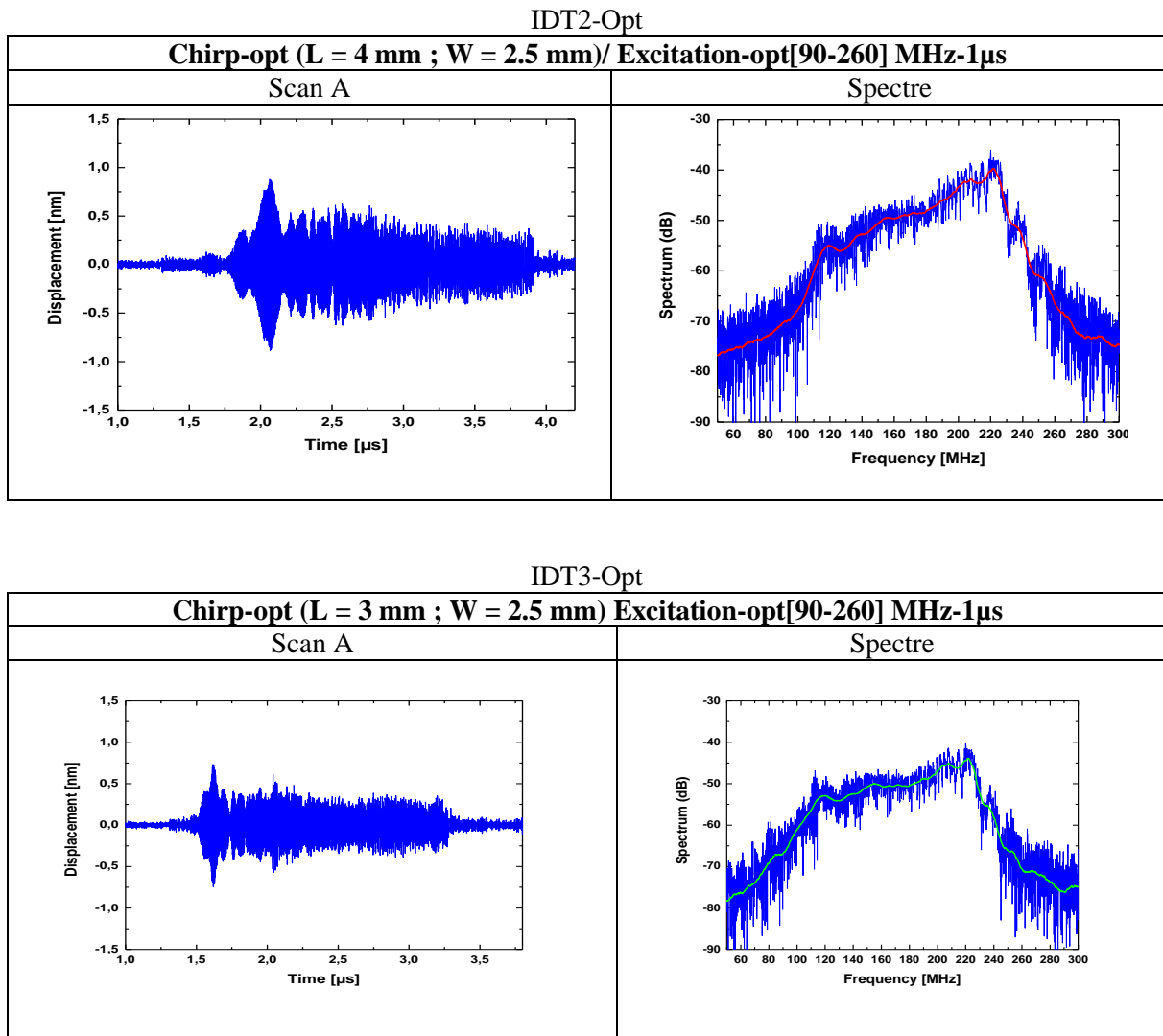


Figure 3.27 : Déplacements et spectres fréquentiels pour les transducteurs linéaires [90-260] MHz.

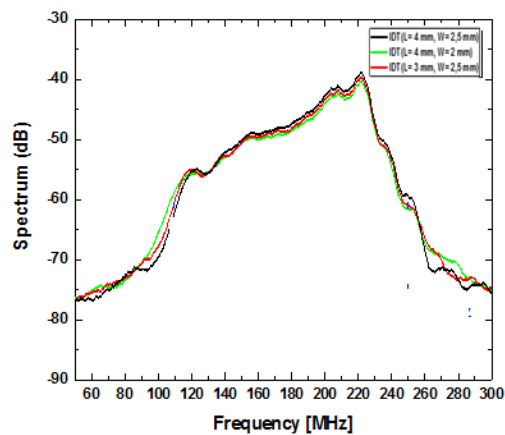


Figure 3.28 : Réponses fréquentielles en déplacement des transducteurs chirp optimisés (90– 260 MHz), IDT1 en vert, IDT2 en noir et IDT3 en rouge.

L'excitation des transducteurs optimisés avec un chirp temporel optimisé d'une microseconde a permis d'obtenir une onde acoustique de surface large bande avec des amplitudes suffisantes pour l'application visée. Nous avons réussi à obtenir des transducteurs large bande et présentant un spectre relativement

élevé en hautes fréquences dans la bande [90 – 260] MHz. On note aussi que les paramètres (L, W) n'ont pas une grande influence sur les caractéristiques des SAW induite par les transducteurs. Ce type de transducteur est particulièrement intéressant pour caractériser les couches minces qui provoquent une atténuation des hautes fréquences.

3.14 Etude FEM de l'effet des électrodes sur la vitesse de l'onde acoustique de surface (SAW) dans les transducteurs interdigités

Dans cette partie du chapitre, nous présentons une étude sur l'effet de masse des électrodes interdigités (IDT) sur la vitesse de l'onde acoustique de surface (SAW), en utilisant COMSOL Multiphysics®. Un IDT est constitué d'électrodes métalliques en forme de peigne fabriquées sur la surface du substrat piézoélectrique. En raison de la masse des IDT métalliques sur le substrat, la vitesse de l'onde de surface diminue. Nous avons simulé un transducteur interdigité qui représente les électrodes métalliques fabriquées sur un substrat de Niobate de Lithium coupé YZ, puis faire une étude sur la réduction de la vitesse de SAW causée par la masse des électrodes métalliques. Une analyse de fréquence propre réalisée sur COMSOL Multiphysics® est utile pour trouver les vitesses de l'onde de surface en l'absence des électrodes métalliques l'IDT.

Les doigts interdigités en métal imprimés sur le substrat piézoélectrique introduisent des effets secondaires telles que la réflexion due aux électrodes voisines et affectant par conséquent les performances du transducteur. La présence des doigts métalliques sur le substrat réduit la vitesse de phase des ondes de surface qui se propagent le sur substrat piézoélectrique, puisque le métal déposé sur le substrat piézoélectrique exerce un effet de masse. Les SAW sont très sensibles à la masse provenant de sources externes. En raison de leur grande sensibilité à la charge de masse, les dispositifs SAW ont été utilisés pour développer de nombreux capteurs. Cependant, la masse due à l'IDT introduit des effets indésirables dans la réponse du transducteur pour certaines applications. En raison de la charge de masse des électrodes métalliques, la vitesse de phase de l'onde de surface diminue par rapport à la vitesse de phase idéale. La charge massique le substrat est également l'une des raisons de la génération d'ondes de volume à l'intérieur du substrat piézoélectrique. Les doigts métalliques imprimés sur le substrat affectent principalement la vitesse de l'onde de surface, par contre la vitesse de l'onde de volume n'est très affectée puisque les ondes de volume se propagent à l'intérieur du substrat.

3.14.1 Etape de simulation

L'effet de masse sur la vitesse de phase des SAW due aux doigts métallique imprimés sur le substrat piézoélectrique est montré. La vitesse de phase idéale (sans les électrodes) sur le substrat utilisé est calculée en utilisant l'analyse de fréquence propre. Une onde acoustique de surface de longueur d'onde $4\mu\text{m}$ suivant la direction X_2 est choisie pour la simulation (fig 3.29). La fréquence de résonance est de 869.8MHz. Les électrodes métalliques en or ont une épaisseur de 200 nm d'épaisseur le long de X_1 .

La géométrie 2D utilisées pour la simulation est représentée sur la figure 3.29, ou la figure 3.29(a) montre le modèle de géométrie 2D du substrat sans les électrodes métalliques et la figure 3.29(b) montre le modèle de géométrie 2D du substrat avec les électrodes métalliques. La surface du substrat est supposée sans contrainte et la limite inférieure du substrat est fixée pour les deux modèles [Namdeo, 2013].

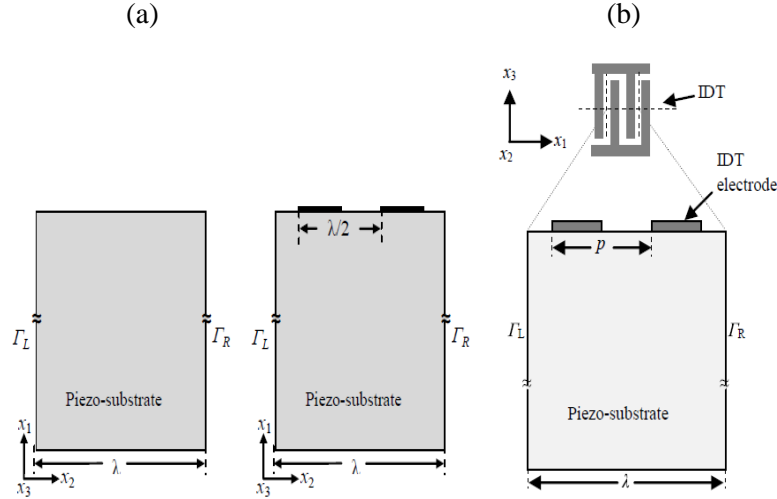


Figure 3.29 : Le modèle de géométrie 2D du substrat. (a) sans les électrodes et (b) avec les électrodes.

Les conditions aux limites sont appliquées aux deux extrémités du substrat (figure 3.30).

$$T_L(u, v, \phi) = \rho T_R(u, v, V) \quad \text{Eq (3.7)}$$

$$\rho = (-1)^n, \quad n = 2a/\lambda \quad \text{Eq (3.8)}$$

Ou, a est la largeur du substrat multiple de λ , u est le déplacement suivant x_2 , v est le déplacement suivant x_1 et ϕ le potentiel électrique.

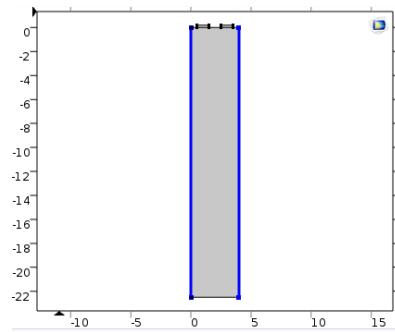


Figure 3.30 : Condition de périodicité.

Un maillage fin est appliqué aux deux modèles (fig 3.31). Le solveur direct SPOULES est utilisé pour une analyse en fréquence propre en utilisant COMSOL Multiphysics®. La fréquence propre est observée pour les deux modèles. La vitesse de phase des ondes acoustiques de surface est calculée en utilisant :

$$V = \lambda \cdot f \quad \text{Eq (3.9)}$$

λ est la longueur d'onde du système et f est la fréquence propre.

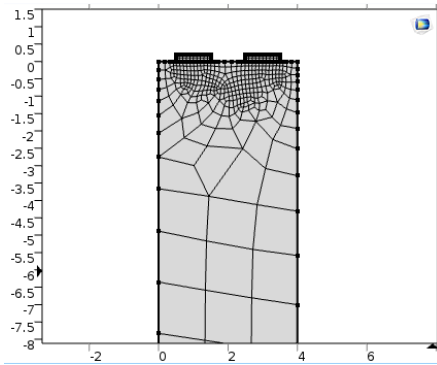


Figure 3.31 : Maillage du substrat piézoélectrique avec les électrodes.

3.14.2 Résultats de simulation

Les représentations graphiques du déplacement en surface dans le substrat sans les électrodes et avec les électrodes sont montrées dans la figure 3.32(a) et 3.32(b) respectivement.

SAW (1^{er} mode de résonance)

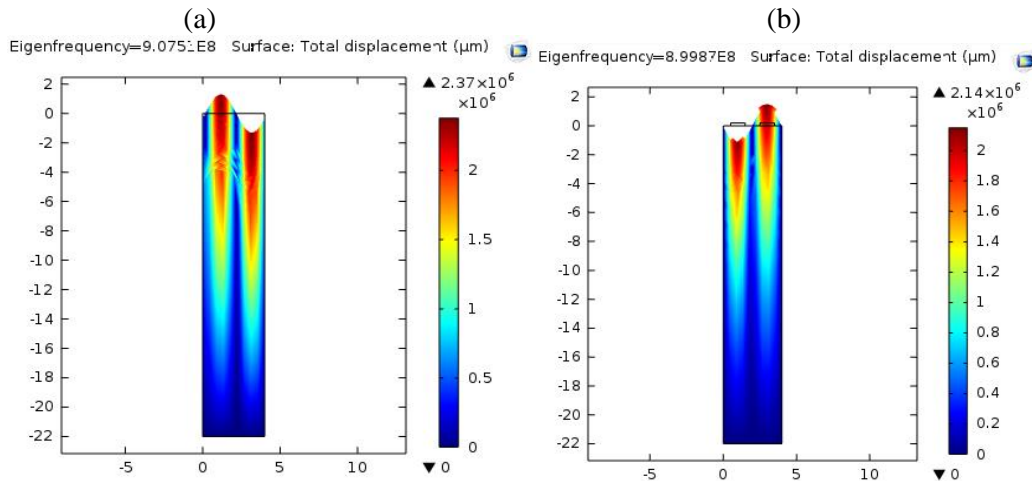


Figure 3.32 : (a) Déplacement total du substrat de Niobate de Lithium sans les électrodes et (b) déplacement total du substrat de Niobate de Lithium avec les électrodes.

Le tableau 3.6 regroupe les fréquences de résonance (1^{er} mode) déterminées avec COMSOL Multiphysics® pour les deux cas : substrat sans les électrodes et substrat avec les électrodes.

Tableau 3.6 : Fréquences de résonances.

Paramètres	YZ-LiNbO ₃ (sans électrodes)	YZ-LiNbO ₃ (avec électrodes)
a [μm]	1	1
λ [μm]	4	4
Fréquence de résonance [MHz]	907.51	899.87
V [m/s]	3630.04	3599.48

La fréquence de résonance des SAW sur un substrat de Niobate de Lithium coupe YZ sans les électrodes et avec les électrodes est déterminée à partir de l'analyse de fréquence propre en utilisant COMSOL Multiphysics®. L'analyse de fréquence propre des ondes acoustiques de surface sur le substrat sans les

électrodes donne la vitesse de phase idéale de 3630.04 (m/s). En présence des électrodes sur le substrat, la vitesse de phase de SAW est réduite de 30.56 (m/s).

3.15 Transfert des SAW sur les structures à caractériser

La figure 3.37 montre le transfert des SAW générées par le transducteur IDT déporté sur la structure à caractériser. Le transfert se fait par un contact à l'aide d'un couplant entre une partie de l'IDT et l'échantillon.

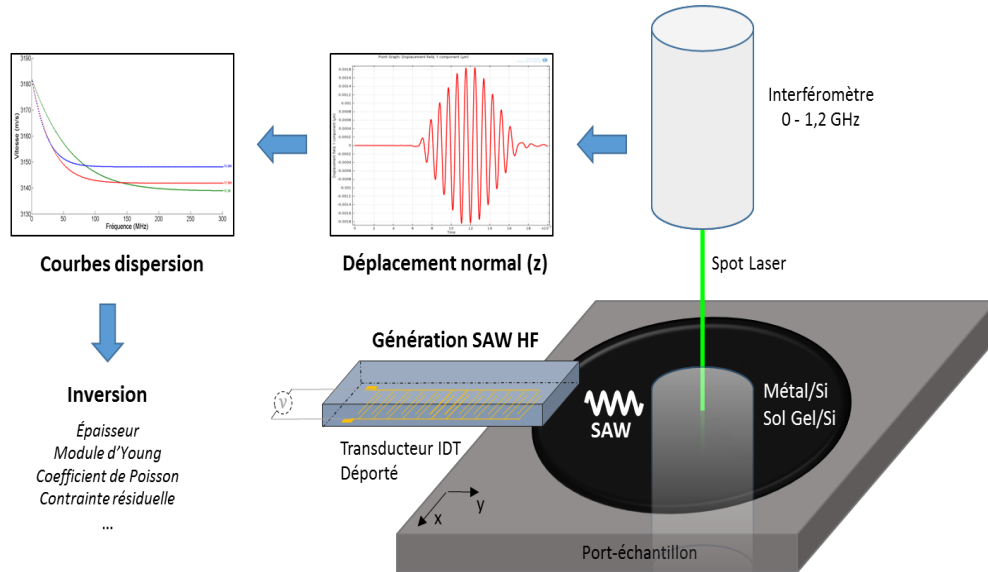


Figure 3.37 : représentation schématique de la méthode de caractérisation et du transfert des SAW du transducteur vers l'échantillon par contact.

3.16 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons premièrement détaillé la manière dont sont modélisé et conçus les transducteurs IDT hautes fréquences. Nous avons ensuite effectué la caractérisation acoustique des différents transducteurs IDT réalisés. L'excitation chirp permet d'une part d'obtenir directement un spectre large bande correspondant aux bandes fréquentielles de fonctionnement des transducteurs et des niveaux de déplacements engendrés pour les ondes de surface suffisants pour l'application visée. Les mesures de vitesse de propagation dans les chapitres suivant permettront de confirmer ces différentes conclusions. Une étude avec Comsol multiphysics® est réalisée pour monter l'effet de masse des électrodes sur la vitesse de propagation des SAW sur la surface du substrat piézoélectrique. Au final, nous obtenons des transducteurs large bande avec des fréquences de fonctionnement couvrant la bande 20 – 260 MHz. D'autre part, les avantages d'une technique à double chirp spatio-temporelle ont été démontrés. Elle permet de garantir la bande passante des SAW générées par les transducteurs IDT tout en assurant des amplitudes importantes nécessaires pour la caractérisation non destructive des revêtements et des couches minces. Dans le chapitre suivant, nous allons exploiter ces IDT pour caractérisation de structures à couche mince.

4 Chapitre 4 : Caractérisation ultrasonore des couches minces métalliques

Table des matières

4.1	Introduction.....	92
4.2	Méthodologie de caractérisation.....	92
4.3	Etude de l'influence des paramètres sur les courbes de dispersion théoriques.....	93
4.3.1	Effet de l'épaisseur de la couche mince	93
4.3.2	Influence des paramètres élastiques et la densité sur les courbes de dispersion.....	94
4.3.3	Effet de l'anisotropie du substrat	96
4.3.4	Effet des propriétés du film mince vis-à-vis des propriétés du substrat sur les courbes de dispersion	97
4.3.5	Effet du matériau du substrat – adaptation du substrat pour une caractérisation optimale de la couche.....	98
4.4	Caractérisation ultrasonore de couches minces d'or déposés sur un substrat de Silicium (111).....	99
4.4.1	Présentation des échantillons réalisés	100
4.5	Mesure des vitesses d'ondes acoustiques de surface induites par un transducteur piézoélectrique sur des monocristaux de silicium	104
4.5.1	Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (111).....	105
4.5.2	Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (100).....	106
4.6	Les couches minces métalliques	107
4.6.1	Transfert de l'onde acoustique de surface générée par le transducteur interdigité vers l'échantillon à caractériser	108
4.6.2	Modélisation par éléments finis de la transmission de l'onde acoustique de surface (COMSOL MULTIPHYSICS ®)	109
4.7	Transformée de Slant-Stack.....	111
4.7.1	Paramètres de mesure optimaux (50 nm Au / Si (111))	115
4.7.2	Courbes de dispersion théorique pour les structures couche sur substrat (Au/ Si (111)).....	115
4.7.3	Influence du pas Δx avec L fixée.....	117
4.7.4	Influence de la longueur L avec Δx fixé.....	119
4.8	Gamme de fréquences utilisées lors des essais ultrasonores	121
4.8.1	Gamme de fréquences et dispersion du premier mode de Rayleigh (choix de la gamme de fréquences).....	122
4.8.2	Influence de l'épaisseur du film mince	123
4.9	Propagation des SAW le long de la direction [110] du plan (111) de Silicium - direction perpendiculaire au méplat	124

4.9.1	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20-125] MHz	124
4.9.2	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 – 260] MHz	126
4.9.3	Superposition des courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20 – 125] MHz et [90 – 260] MHz.....	127
4.10	Propagation des SAW le long de la direction [112] du plan (111) de Silicium - direction parallèle au méplat.....	128
4.10.1	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20-125] MHz	128
4.10.2	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences[90 – 260] MHz.....	129
4.10.3	Courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz.....	130
4.11	Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés élastiques des films minces d'or	130
4.11.1	Etapas de la procédure d'inversion	131
4.11.2	Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques pour l'ensemble des films minces d'or/Si(111) [110]	133
4.12	Résultats d'inversion – direction de propagation [112]	136
4.12.1	Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques des films minces d'or/Si(111) [112] ...	136
4.13	Résultats de nanoindentation.....	137
4.14	Conclusion	139

4.1 Introduction

Les ondes acoustiques de surface (SAW) de type Rayleigh sont des vibrations élastiques qui se propagent à la surface d'un matériau. Elles sont très sensibles aux caractéristiques des films minces et aux traitements de surface, car l'énergie des ondes de surface est concentrée près de la surface. Par conséquent, il y a un intérêt particulier à utiliser ce type d'onde acoustique pour les tests non destructifs. La vitesse de phase des SAW est constante dans un matériau homogène semi-infini, la vitesse V dépend de la fréquence f pour les matériaux revêtus et/ou modifiés en surface (couche mince, contraintes résiduelles,...). Ce phénomène, appelé dispersion, peut être exploité pour la détermination des paramètres élastiques et dimensionnels des couches minces tels que le module d'Young, l'épaisseur de la couche ou sa densité. Le module d'Young est un paramètre intéressant pour la caractérisation non destructive du film mince, car il dépend de la microstructure des matériaux. Afin de déterminer les paramètres du matériau qui compose la couche mince, une courbe de dispersion $V^{\text{exp}}(f)$ est extraite des mesures de déplacements liés aux SAW puis ajustée par des courbes de dispersion théoriques $V^{\text{th}}(f)$. Le principe de la génération des SAW en utilisant des transducteurs larges bandes et leur détection est détaillée au chapitre 3. Il est montré dans ce chapitre que, sur une gamme de fréquences entre 20 MHz et 260 MHz, les SAW sont sensibles aux dépôts fins et que l'atténuation est raisonnable dans le cas des échantillons choisis permettant ainsi des mesures sur une distance de plus de 20 mm. La transformée Slant-Stack utilisée pour obtenir les courbes de dispersion expérimentales sera ensuite présentée. Quatre échantillons de silicium sur lesquels des couches d'or de 400 nm, 300 nm, 180 nm et 50 nm d'épaisseur seront caractérisés. Les épaisseurs et les paramètres élastiques des couches d'or et du substrat de silicium seront obtenus à partir des inversions réalisées sur les courbes de dispersion expérimentales en tenant en compte l'anisotropie du substrat de silicium (111). Les résultats obtenus en termes d'épaisseur et de module d'Young seront comparés avec ceux obtenus avec un profilomètre et la technique de nanoindentation respectivement.

4.2 Méthodologie de caractérisation

Dans le cas d'une structure de type couche sur substrat, les vitesses de phase sont directement liées aux paramètres élastiques et à la densité des deux matériaux (couche et substrat) ainsi qu'à l'épaisseur de la couche. L'estimation des propriétés élastiques ainsi que l'épaisseur de la couche à partir des mesures expérimentales de vitesses consiste en la résolution du problème inverse. La méthode d'inversion est utilisée afin de rechercher la combinaison de coefficients élastiques (couche et substrat) et d'épaisseur de la couche qui permet d'obtenir les vitesses de propagation théoriques les plus proches possibles de celles mesurées expérimentalement. Cette méthode d'optimisation sélectionne la meilleure combinaison (coefficients élastiques et épaisseur) qui nous donne les vitesses théoriques les plus proches de celles mesurées (fig 4.1).

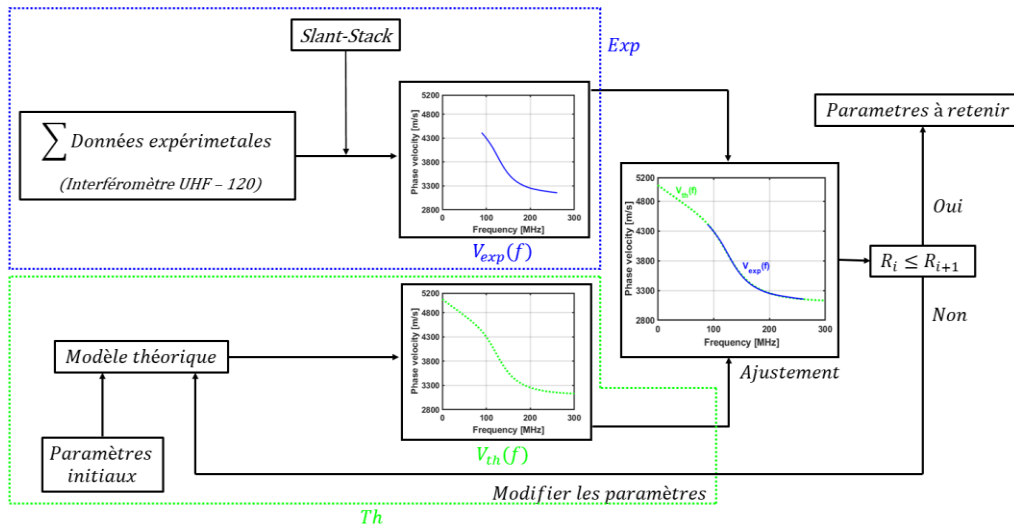


Figure 4.1 : principe d'estimation des propriétés des couches minces avec le modèle théorique.

4.3 Etude de l'influence des paramètres sur les courbes de dispersion théoriques

4.3.1 Effet de l'épaisseur de la couche mince

L'effet de l'épaisseur de la couche mince est d'autant plus apparent à une fréquence plus élevée, les SAW sont plus sensibles à la couche avec une longueur d'onde plus courte. Cet effet s'explique par le fait que pour des épaisseurs de couche plus importantes vis-à-vis de la longueur d'onde λ , l'énergie véhiculée par l'onde est en grande partie dans la couche. Ceci est illustré à la figure 4.2 où les courbes de dispersion sont tracées pour différentes épaisseurs (100 nm, 300 nm, 600 nm, 1 μm , 2 μm , 3 μm , 5 μm) de couche d'or sur un substrat de silicium. Les propriétés initiales pour la couche d'or et le substrat de silicium sont regroupées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Paramètres de la couche d'or / substrat de Si (111)[110].

Substrat	ρ [kg/m ³]	V_L	V_T	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si(111)[110]	2330	8650	4933	142.7	0.265	4561
Au	19300	3212	1193	78	0.42	1127

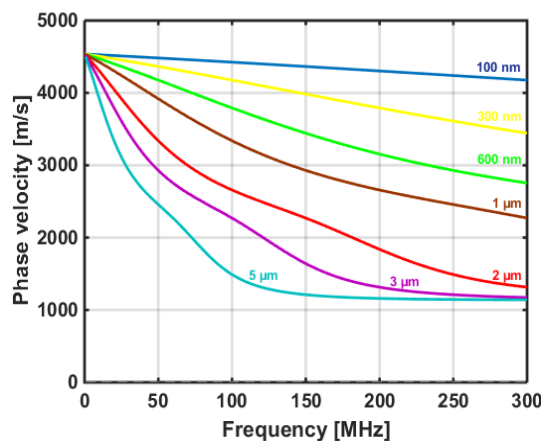


Figure 4.2 : Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh dans la gamme [0-300] MHz pour un film d'or avec différentes épaisseurs sur un substrat de silicium.

La figure 4.2 montre qu'il existe une région linéaire initiale sur les courbes de dispersion pour les films à faible épaisseur. Au fur et à mesure que l'épaisseur augmente la dispersion (ΔV) augmente aussi dans la gamme [0-100] MHz. Par exemple à $f = 100$ MHz, Les SAW sont plus largement affectées par le film d'or lorsque l'épaisseur de ce dernier augmente.

Pour obtenir une courbe de dispersion entière, c'est-à-dire, le cas où la vitesse des SAW évolue de celle dans le substrat jusqu'à atteindre celle dans la couche mince, il est nécessaire d'utiliser des fréquences très élevées, en d'autres termes des longueurs d'ondes du même ordre que l'épaisseur de la couche. Pour le cas d'une couche mince d'or de 100 nm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium (111) $[1\bar{1}0]$, il faut travailler à une fréquence d'au moins 10 GHz pour voir l'intégralité de l'énergie véhiculée par les SAW confinée dans la couche, dans ce cas la vitesse de phase des SAW est exclusivement déterminée par la couche mince. Sur la figure 4.3, on peut voir que les courbes de dispersion correspondant aux différentes épaisseurs de la couche convergent vers la même vitesse de phase à hautes fréquences, c'est-à-dire à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans la couche d'or.

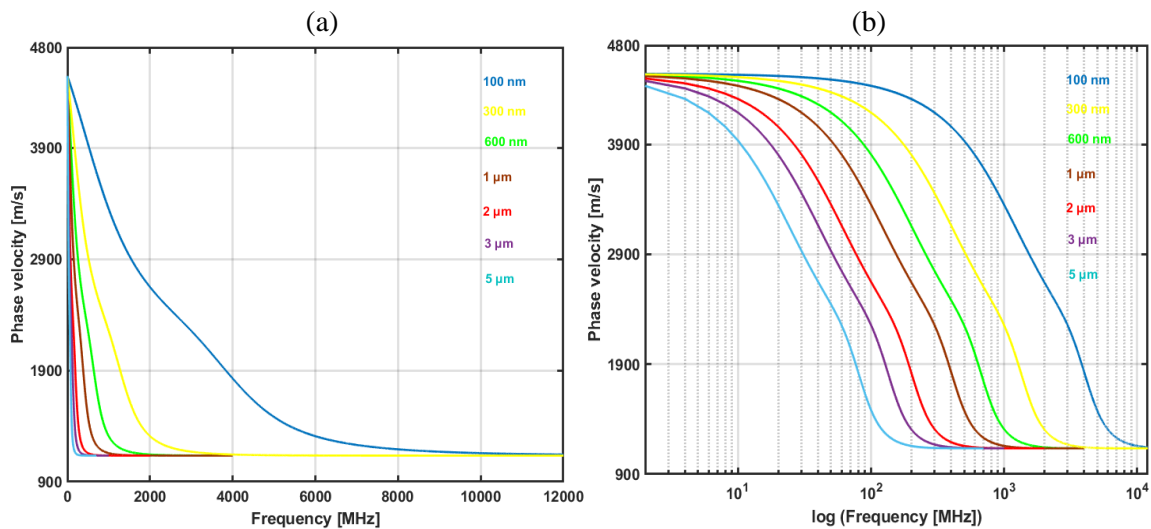


Figure 4.3 : Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh dans la gamme [0-12] GHz pour un film d'or avec différentes épaisseurs sur un substrat de silicium.

4.3.2 Influence des paramètres élastiques et la densité sur les courbes de dispersion

Cette section étudie l'effet de chaque paramètre influant sur la courbe de dispersion en modifiant la valeur de chaque paramètre dans une plage spécifique. Le but n'est pas de caractériser avec exactitude l'effet de chaque variable puisque cette réponse changera en fonction des matériaux impliqués. C'est plutôt une visualisation générale de la sensibilité de chaque variable (c'est-à-dire quelle variable induit le plus grand changement sur la courbe de dispersion). A titre d'exemple, une structure de type couche mince sur substrat (100 nm Au / Si(111) $[1\bar{1}0]$) est choisie pour tracer les courbes de dispersion. Les propriétés initiales pour la couche d'or et le substrat de silicium sont regroupées dans le tableau 4.1.

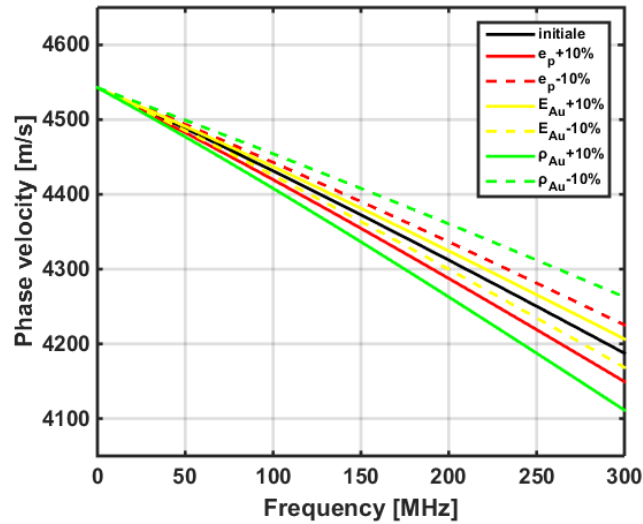


Figure 4.4 : influence des paramètres sur les courbes de dispersion. Les courbes en couleurs représentent les limites de $\pm 10\%$ de chaque variable.

Dans cette étude, la courbe de dispersion pour cette structure avec tous les paramètres référencés au tableau 4.1 est calculée et tracé comme une seule ligne en noire continue. Ensuite, la valeur de chaque paramètre de la couche mince en or est modifiée de $\pm 10\%$ par rapport à sa valeur initiale conduisant à deux courbes de dispersion pour chaque paramètre, l'une qui décrit le résultat de $+10\%$ et l'autre pour le résultat -10% , le résultat est représenté sur la figure 4.4. Les résultats montrent que la densité est le paramètre qui influence le plus les courbes de dispersion. L'épaisseur et le module d'Young sont tous deux environ moitié moins influant par rapport à la densité. Ces observations sont importantes pour l'ajustement postérieur des courbes théoriques dans la procédure d'inversion. Le module d'Young et l'épaisseur seront les paramètres d'ajustement principaux pour les expériences réalisées dans ce chapitre, car nous ferons l'hypothèse que les densités sont connues.

Pour mettre en évidence le changement du comportement dispersif des SAW en fonction des matériaux impliqués, une deuxième configuration est étudiée. Une couche de silicium poreux sur un substrat de silicium massif (SiP/ Si) est simulée.

Les propriétés initiales pour la couche de silicium poreux et le substrat de silicium massif sont regroupées dans le tableau 4.2.

Tableau 4.2 : Paramètres de la couche de silicium mésoporeux / substrat de Si (100)[$\bar{1}10$].

Matériaux	ρ [kg/m ³]	V_L	V_T	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si (100)[$\bar{1}10$]	2330	8428	5710	164	0.07	5074
12,5 μm SiP	1570	6450	4025	60	0.18	3654

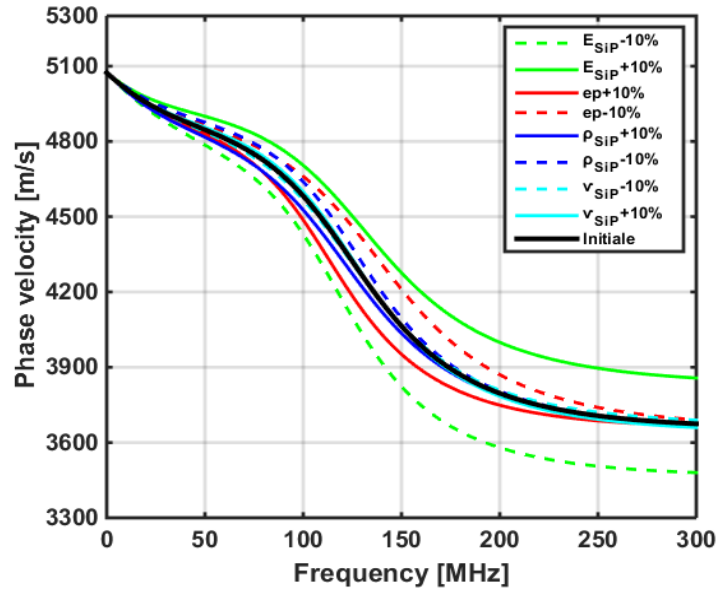


Figure 4.5 : Sensibilité des variables de dispersion. Les droites en couleurs représentent les limites de $\pm 10\%$ de chaque variable.

Dans cette étude, la courbe de dispersion du système (SiP/Si) avec tous les paramètres référencés ci-dessus est représentée par la courbe continue en couleur noire. Ensuite, la valeur chaque paramètre de la couche de silicium poreux est modifiée de $\pm 10\%$ par rapport à sa valeur initiale conduisant à deux courbes de dispersion pour chaque paramètre, l'une qui décrit le résultat de $+10\%$ et l'autre pour le résultat -10% , le résultat est représenté sur la figure 4.5. Les résultats indiquent que le module d'Young est le paramètre de dispersion le plus influent avec les plus grandes limites sur les courbes de dispersion. L'épaisseur vient en deuxième position comme paramètre de dispersion le plus influant, ensuite vient la densité de la couche poreuse, le coefficient de Poisson de la couche poreuse est le paramètre de dispersion le moins influant.

4.3.3 Effet de l'anisotropie du substrat

La figure 4.6 montre l'effet de l'anisotropie du substrat sur les courbes de dispersion. Par exemple pour un substrat de silicium Si (111), la vitesse des SAW est de 4561 (m/s) le long de la direction cristallographique $[1\bar{1}0]$, 4738 (m/s) le long de la direction $[11\bar{2}]$. Alors que les propriétés élastiques et géométriques de la structure couche mince-substrat déterminent la pente de la courbe de dispersion, la direction de propagation détermine la vitesse de phase des SAW sur le substrat V_{RS} à $f = 0$ MHz. Changer la direction de propagation des SAW dans le substrat Si (111) décale la courbe de dispersion le long de l'axe des vitesses. Les structures étudiées sont des films minces d'or de 100 nm et 300 nm d'épaisseur déposées sur un substrat de silicium d'orientation (111). Les différentes propriétés des matériaux utilisés dans l'étude théorique sont regroupées dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 : Paramètres de la couche de silicium mésoporeux / substrat de Si (111).

Matériaux	ρ [kg/m ³]	V_L	V_T	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si (111)[$\bar{1}\bar{1}0$]	2330	8650	4933	142.7	0.265	4561
Si (111)[$11\bar{2}$]	2330	9100	5139	155.8	0.266	4738
Au	19300	3212	1193	78	0.42	1127

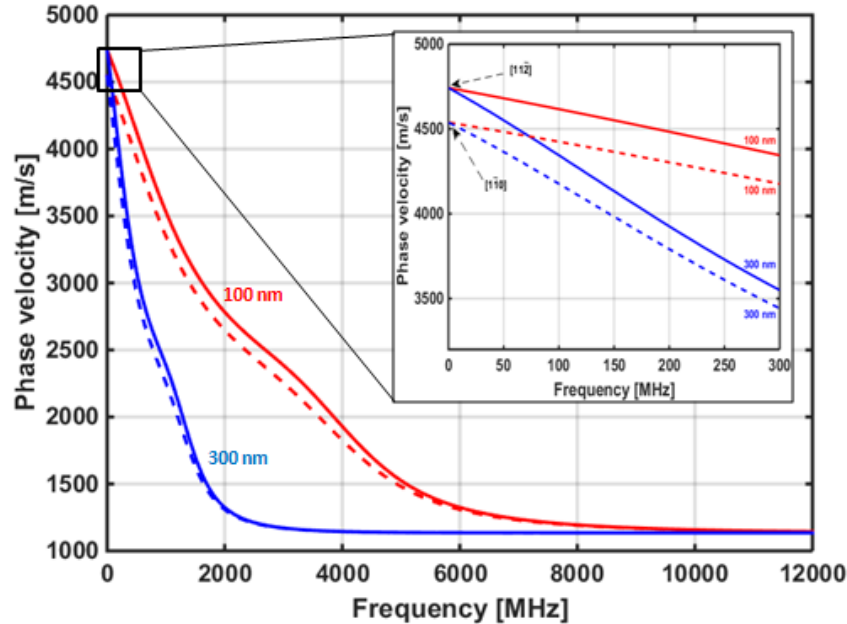


Figure 4.6 : Courbes de dispersion pour les structures Au/Si (111) selon les deux directions de propagation des SAW, perpendiculaire (Si (111)[$\bar{1}\bar{1}0$]) et parallèle (Si (111)[$11\bar{2}$]) au méplat primaire du Si (111).

Dans le but d'obtenir une plus grande précision sur la valeur de chaque paramètre élastique et dimensionnelle des couches minces lors de la procédure d'inversion, il est préférable de réaliser les mesures dans la direction qui induit une plus grande variation de la vitesse de phase des SAW.

4.3.4 Effet des propriétés du film mince vis-à-vis des propriétés du substrat sur les courbes de dispersion

La figure 4.7 montre trois cas importants de dispersion des SAW. Deux couches minces de propriétés élastiques différentes, l'aluminium et le diamant, déposées sur un substrat de silicium (111). Leur effet sur la dispersion des SAW est comparé à celui du substrat non revêtu. La vitesse des SAW sur le substrat non revêtu est constante et ne montre pas de dispersion. Les différentes propriétés des matériaux utilisés dans l'étude théorique sont regroupées dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Paramètres des couches (or et diamant) / substrat de Si (111).

Matériaux	ρ [kg/m ³]	V_L	V_T	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si (111)[$11\bar{2}$]	2330	9100	5139	155.8	0.266	4738
Al	2700	6198	3122	70	0.33	2910
diamant	3517	17520	12820	1067.9	0.08	11010

La vitesse de phase des SAW dans la couche de diamant est supérieure à celle dans le substrat $V_{\text{diamant}} > V_{\text{Si}(111)}$, ce qui explique l'augmentation de la vitesse de phase avec la fréquence (fig 4.7). L'augmentation de la fréquence réduit la profondeur de pénétration des SAW. L'effet du film de diamant sur la propagation des SAW augmente, alors que l'effet du substrat diminue. 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 », $V_T^{\text{diamant}} / V_T^{\text{silicium}} > \sqrt{2}$. D'autre part, pour le film d'or la vitesse de phase des SAW diminue avec la fréquence (fig 4.7). Pour cette combinaison dont le rapport $V_T^{\text{Au}} / V_T^{\text{silicium}} < 1/\sqrt{2}$, la couche charge le substrat « Loading » et la vitesse décroît lorsque la fréquence augmente. Le rapport des densités doit satisfaire aussi les mêmes limites. Les courbes de dispersion pour les deux cas convergent vers la même vitesse à $f = 0$ MHz, qui correspond à la vitesse de propagation du premier mode de Rayleigh dans le substrat de silicium (111), $V_{\text{Si}(111)[11\bar{2}]} = 4738$ (m/s).

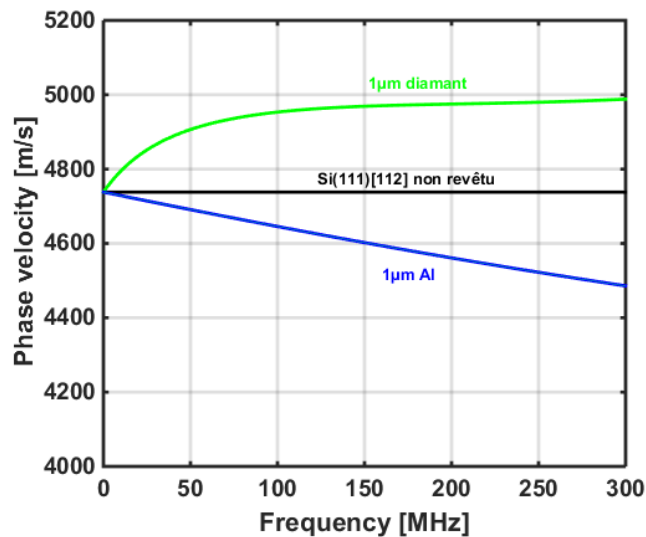


Figure 4.7 : Courbes de dispersion théoriques pour une structure substrat de silicium (111) revêtu d'un film mince d'aluminium (courbe en bleu) et un film de diamant (courbe verte). La courbe en noir représente la courbe de dispersion sur le substrat de $\text{Si}(111)[11\bar{2}]$ non revêtu.

4.3.5 Effet du matériau du substrat – adaptation du substrat pour une caractérisation optimale de la couche

La figure 4.8 montre l'effet du matériau de substrat sur la courbe de dispersion. Pour tracer les courbes théoriques, trois substrats différents, Cuivre (Cu), Silice (SiO_2) et Aluminium (Al) revêtus d'une couche mince d'Argent (Ag) ont été étudiés. Dans le calcul théorique une épaisseur de 500 nm du film mince d'Argent a été choisie. Alors que la liaison couche mince-substrat détermine la courbure (pente) de la courbe de dispersion, le matériau du substrat détermine la vitesse du premier mode de Rayleigh dans le substrat V_{R_s} , à $f = 0$ MHz. Le changement de matériau du substrat fait traduire la courbe de dispersion le long de l'axe des vitesses (fig 4.8). Les différents échantillons étudiés dans cette section respectent les conditions de « Loading » : les pentes des courbes de dispersion obtenues seront donc

négatives. Les différentes propriétés des matériaux utilisés dans l'étude théorique sont regroupées dans le tableau 4.5.

Tableau 4.5 : Paramètres de la couche d'Ag / substrat (SiO_2 , Al, Cu).

Substrat	ρ [kg/m^3]	V_L	V_T	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
SiO_2	2200	5972	3766	73	0.17	3411
Al	2700	6198	3122	70	0.33	2910
Cu	8920	4742	2278	124.9	0.35	2130
Ag	10500	3710	1700	82.9	0.36	1594

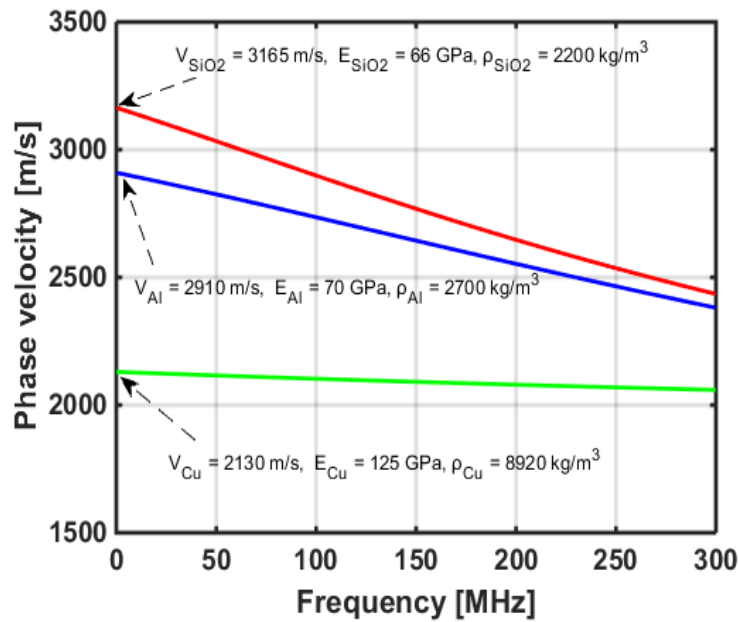


Figure 4.8 : Courbes de dispersion théorique sur des substrats de verre, Aluminium et Cuivre tous revêtus avec un film mince d'Argent d'épaisseur 500 nm.

De la figure 4.8, il est possible de conclure que les propriétés du substrat jouent un rôle important sur la dispersion des SAW, plus il y a une grande différence entre la vitesse des SAW dans la couche mince et celle dans le substrat, plus la dispersion est importante (courbes en rouge et bleu). Pour une caractérisation efficace et plus précise, il est toujours préférable d'avoir la plus grande différence entre les propriétés de la couche mince à caractériser et les propriétés du substrat. Le choix du substrat est une étape importante, en tenant compte bien sûr des autres critères comme la compatibilité des matériaux et les problèmes potentiels d'adhésion et d'adhérence.

4.4 Caractérisation ultrasonore de couches minces d'or déposés sur un substrat de Silicium (111)

Dans cette partie, les expériences visant à caractériser des couches minces d'or sont décrites. Premièrement, les étapes de préparation des échantillons sont décrites. Le choix d'un dépôt d'une couche métallique sur un substrat de silicium sera tout d'abord justifié et l'anisotropie du substrat (Si) sera

abordée. La méthodologie et les mesures sont ensuite revues en détail. Il s'agit notamment de l'acquisition et du traitement du signal, pour l'extraction des paramètres des couches à partir de l'analyse de la dispersion des SAW mesurées dans une gamme de fréquences allant de 20 MHz jusqu'à 260 MHz. Ensuite, des mesures complémentaires pour une caractérisation complète des couches minces sont effectuées. La technique de nanoindentation pour la mesure du module d'Young et la profilométrie pour déterminer l'épaisseur des couches minces. Finalement, les résultats seront présentés et discutés. Les résultats obtenus à partir de la nanoindentation et de la profilométrie sont comparés à ceux obtenus à partir de l'inversion réalisée sur les courbes de dispersion des SAW obtenues expérimentalement.

4.4.1 Présentation des échantillons réalisés

4.4.1.1 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, un cristal cylindrique est obtenu puis découpé en tranches. Suivant l'épaisseur de celles-ci, on parle de wafers (quelques centaines de microns) ou de substrats (quelques dizaines de millimètres). 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 4.9. Dans le cadre de notre étude on utilise le Silicium (111) comme substrat, la direction perpendiculaire au méplat est $[1\bar{1}0]$, et la direction parallèle au méplat est $[11\bar{2}]$.

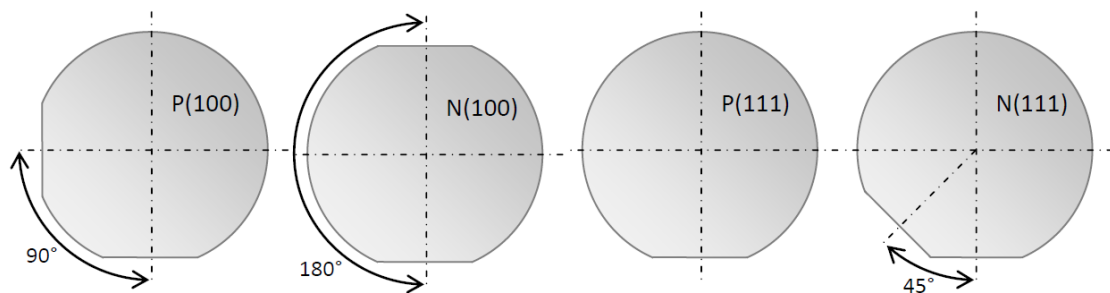


Figure 4.9 : Position des méplats suivant le type de substrat.

- 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.

4.4.1.2 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 l'équation 4.1, est faible comparé à celui d'autres matériaux [Royer et Dieulesaint, 1984]:

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11}-C_{12}} = 1.56 \quad \text{Eq (4.1)}$$

Comme mentionné au deuxième 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 [Hurley, 2001]. 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} [Bruneau et Potel, 2006]. Le système d'équation de Christoffel est défini selon [Royer et Dieulesaint, 1996] et [Crean et Waintal, 1986] par :

$$T_{il}u_l - \rho V^2 u_i \quad \text{Eq (4.2)}$$

Avec $T_{il} = C_{ijkl}n_j n_k$, 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 [Bruneau et Potel, 2006] :

$$|T_{il} - \rho V^2 \delta_{il}| = 0 \quad \text{Eq (4.3)}$$

Avec
$$\delta_{il} = \begin{cases} 0 & i \neq l \\ 1 & i = l \end{cases}$$

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 normal 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 4.10, sont définis comme suit : X_1 , Y_1 et Z_1 sont respectivement suivant les directions [100], [010] et [001].

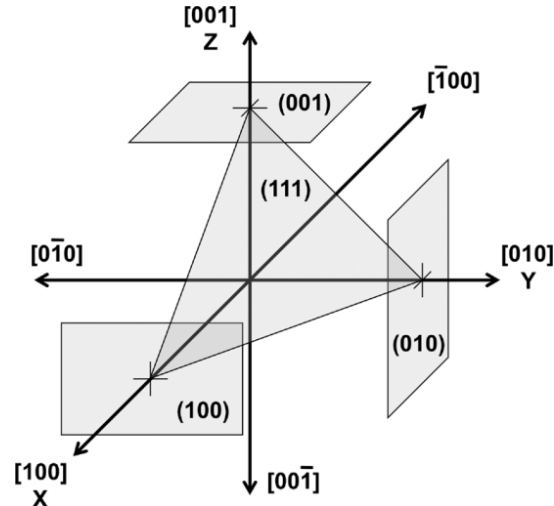


Figure 4.10 : Le repère principal d'anisotropie du silicium est défini par les axes X_1 , Y_1 et Z_1 [Hopcroft, 2010].

Comme évoqué au deuxième 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 :

$$C_{ijkl} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \quad \text{Eq (4.4)}$$

Le nombre de constantes élastiques peut être réduit en utilisant les symétries des tenseurs et la convention suivante de contraction des indices $(ij) \rightarrow (\alpha)$, $(kl) \rightarrow (\beta)$. Les valeurs numériques rencontrées dans la littérature des coefficients C_{11} , C_{12} et C_{44} du silicium sont indiquées dans le tableau 4.6 [Hopcroft, 2010], [Wortman, 1965].

Tableau 4.6 : Valeurs numériques des constantes de rigidité du silicium.

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

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 $C'_{\alpha\beta}$ défini par un simple changement de repère [Poilane, 1998]. Le repère R_q est relié au repère R_1 par une matrice de changement de base notée (A_{q1}) [Auld, 1973] :

$$(R_q) = A_{q1}R_1 \quad \text{Eq (4.5)}$$

avec

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

Les coefficients des tenseurs des rigidités élastiques s'expriment dans le repère quelconque R_q à l'aide de la relation suivante [Auld, 1973] :

$$C'_{ijkl} = \sum_{mnpq} a_{im} \cdot a_{jn} \cdot a_{kp} \cdot a_{lq} \cdot c_{mnpq} \quad \text{Eq (4.6)}$$

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 $[\bar{1}\bar{1}0], [11\bar{2}]$ et $[111]$.

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

$$C_{ijkl} = \begin{bmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & C'_{14} & C'_{15} & 0 \\ C'_{12} & C'_{11} & C'_{13} & C'_{24} & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{13} & C'_{33} & C'_{34} & C'_{35} & 0 \\ C'_{14} & C'_{24} & C'_{34} & C'_{44} & C'_{35} & C'_{15} \\ C'_{15} & 0 & C'_{35} & C'_{35} & C'_{44} & C'_{14} \\ 0 & 0 & 0 & C'_{15} & C'_{14} & C'_{66} \end{bmatrix} \quad \text{Eq (4.7)}$$

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 (fig 4.11) grâce à la relation :

$$\vec{n} = \frac{\vec{m}}{V} \quad \text{Eq (4.8)}$$

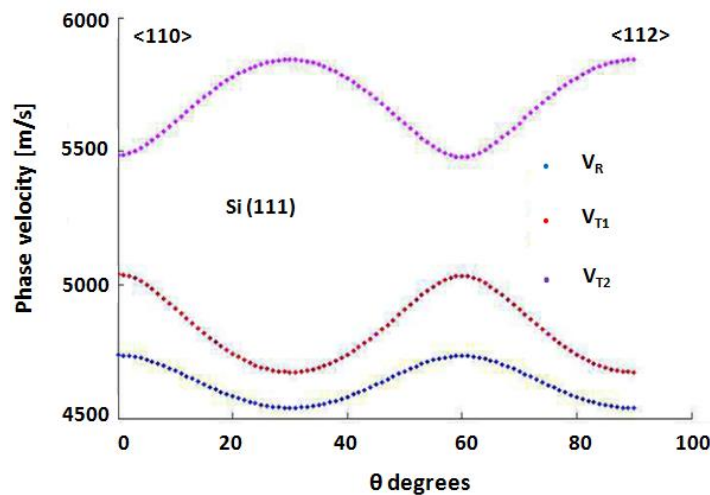


Figure 4.11 : Propagation des ondes de surface dans la famille des plans (111) du silicium cubique en fonction de la direction de propagation [Y. Dammak, 2017].

La figure 4.12 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).

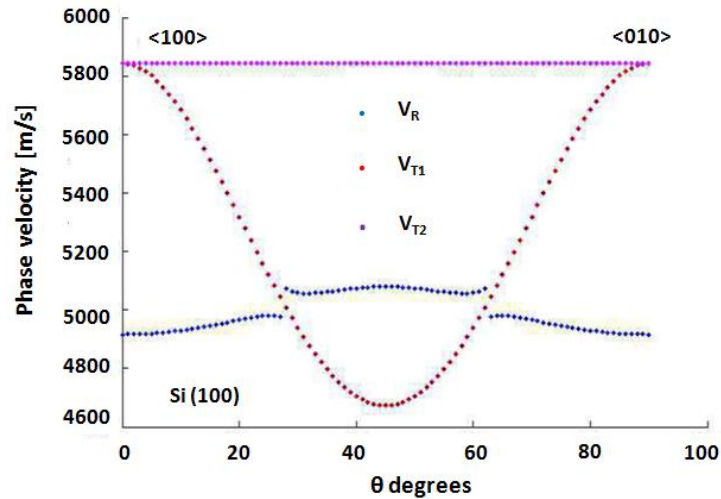


Figure 4.12 : Propagation des ondes de surface dans la famille des plans (100) du silicium cubique en fonction de la direction de propagation [Y. Dammak, 2017].

4.5 Mesure des vitesses d'ondes acoustiques de surface induites par un transducteur piézoélectrique sur des monocristaux de silicium

Les SAW ont été excitées par un transducteur interdigités piézoélectrique sur les plans (111) et (100) du Silicium monocristallin. Leurs vitesses de phase dans les différentes directions de propagation ont été déterminées en utilisant un interféromètre laser qui permet de relever les déplacements de la matière causés par la propagation des SAW sur la surface des substrats de Silicium. Enfin un traitement des données est nécessaire afin de déduire la vitesse de phase dans chaque direction. A chaque déplacement, suivant l'axe X, direction perpendiculaire aux doigts de l'IDT, le signal est recueilli sur l'oscilloscope. L'ensemble des signaux est ensuite réceptionné sous Matlab® afin d'en faire le traitement. Pour faire cette étude un transducteur monofréquentiel, 30 MHz, a été utilisé (fig 4.13). Pour estimer les vitesses de phase, on applique l'intercorrélacion des signaux temporels des déplacements normaux détectés en plusieurs points [Deboucq, 2012].

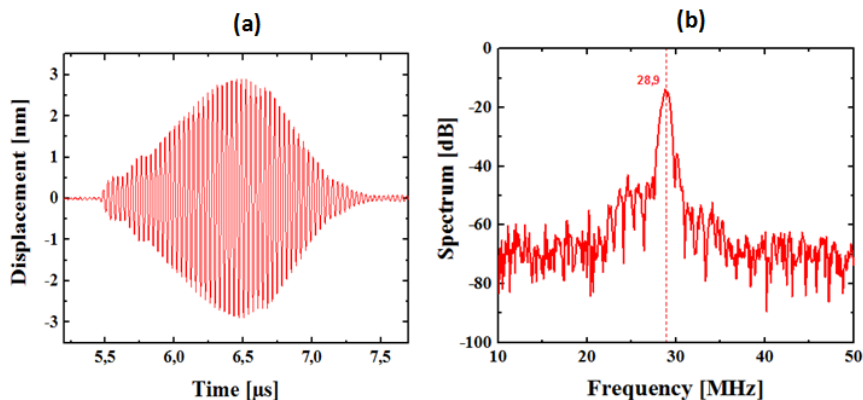


Figure 4.13 : (a) déplacement de l'onde de surface (30 MHz) généré par le transducteur interdigité, (b) Spectre correspondant au déplacement de l'onde de surface généré par le transducteur interdigité.

4.5.1 Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (111)

Pour le plan Si (111), les vitesses d'ondes acoustiques de surface ont été mesurées entre les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ (fig 4.14). La vitesse de phase des SAW passe de 4538 [m/s] dans la direction $[1\bar{1}0]$ à 4736 [m/s] le long de la direction $[11\bar{2}]$. Les valeurs déterminées expérimentalement sont en très bonne corrélation avec les vitesses calculées retrouvées dans la littérature [Hess, 2009]. Les vitesses de phase estimées en fonction de la direction de propagation dans le plan (111) du silicium sont regroupées dans le tableau 4.7.

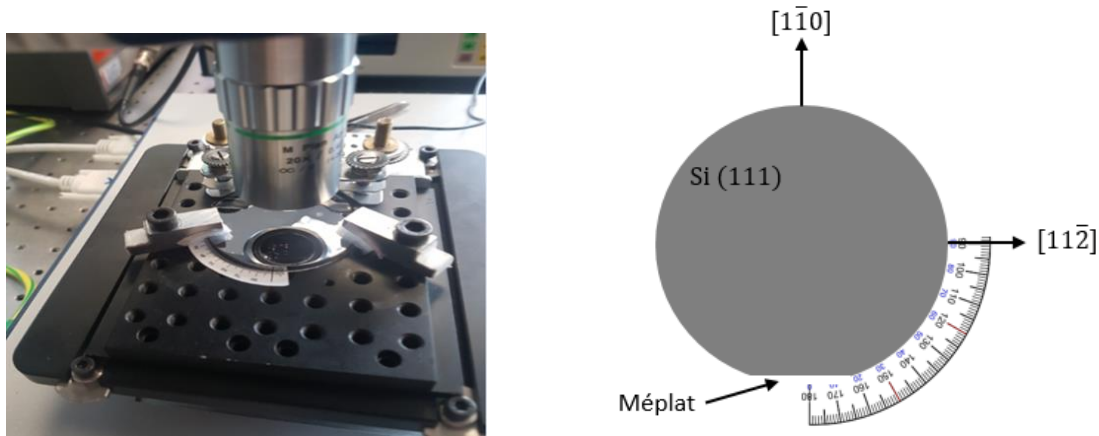


Figure 4.14 : Wafer de Si (111) avec méplat. La direction $[1\bar{1}0]$ perpendiculaire au méplat correspond à l'angle 0° , et la direction $[11\bar{2}]$ parallèle au méplat correspond à l'angle 90° .

Tableau 4.7 : Vitesse de l'onde de Rayleigh dans le plan (111) du silicium en fonction de la direction de propagation.

Angle	0	5	10	15	20	25	30	35	40	
Vitesses [m/s]	4538	4554	4566	4616	4648	4720	4735	4730	4650	
	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90
	4619	4576	4552	4548	4550	4579	4614	4654	4730	4736

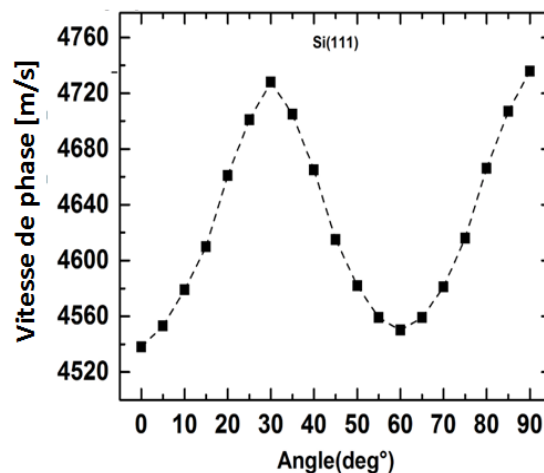


Figure 4.15 : Les vitesses de phases des ondes acoustiques de surface dans le plan (111) du silicium cristallin en fonction de l'angle entre la direction perpendiculaire et parallèle au méplat du wafer.

4.5.2 Vitesses des ondes acoustiques de surface sur un wafer de Si (100)

Sur le plan Si (100), la vitesse de phase a été mesurée entre la direction $[\bar{1}10]$ à 0° , et la direction $[110]$ à 90° (fig 4.16). Les vitesses calculées en utilisant les constantes élastiques données dans la littérature [Nishino, 1994], sont de nouveau en très bonne corrélation avec les valeurs déterminées expérimentalement. Les vitesses de phase estimées en fonction de la direction de propagation dans le plan (111) du silicium sont regroupées dans le tableau 4.8 et la figure 4.17.

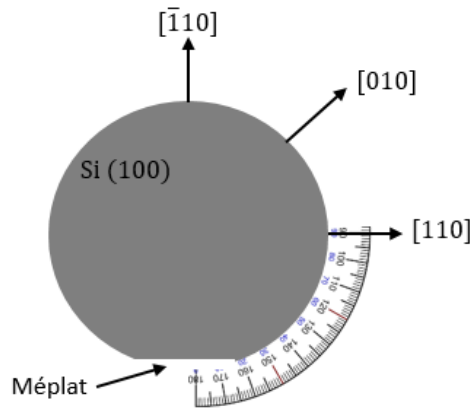


Figure 4.16 : Wafer de Si (100) avec méplat. La direction perpendiculaire au méplat $[\bar{1}10]$ correspond à l'angle 0° , et la direction parallèle au méplat $[110]$ correspond à 90° .

Tableau 4.8 : Vitesse de l'onde de Rayleigh dans le plan (100) du silicium en fonction de la direction de propagation.

Angle	0	5	10	15	20	25	30	35	40
Vitesses [m/s]	5084	5068	5062	5043	4982	4958	4940	4933	4926
	45	50	55	60	65	70	75	80	85
	4922	4926	4942	4950	4962	4982	5040	5050	5070
	90								
									5080

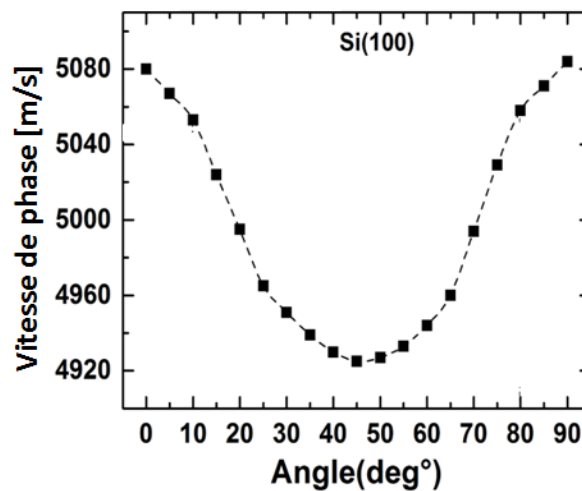


Figure 4.17 : Les vitesses de phases des ondes acoustiques de surface dans le plan (100) du silicium cristallin en fonction de l'angle entre la direction perpendiculaire et parallèle au méplat du wafer.

4.6 Les couches minces métalliques

Le Chrome (Cr), l'Or (Au), très courants dans le domaine de l'électronique, ont été privilégiés pour constituer les couches déposées. Dans un premier temps quatre échantillons ont été fabriqués avec les caractéristiques résumées dans le tableau 4.9.

Tableau 4.9 : Caractéristiques des quatre échantillons élaborés.

Echantillon	Substrat	Epaisseur - Cr [nm]	Epaisseur - Au [nm]
A	Si (111)	40	400
B	Si (111)	20	300
C	Si (111)	20	180
D	Si (111)	10	50

Tous les échantillons examinés dans cette partie sont constitués d'un substrat en silicium (111), une couche d'accroche en chrome et un revêtement d'or. Le chrome a été déposé entre le substrat de Si (111) et le film mince d'or pour assurer une bonne adhérence entre eux.

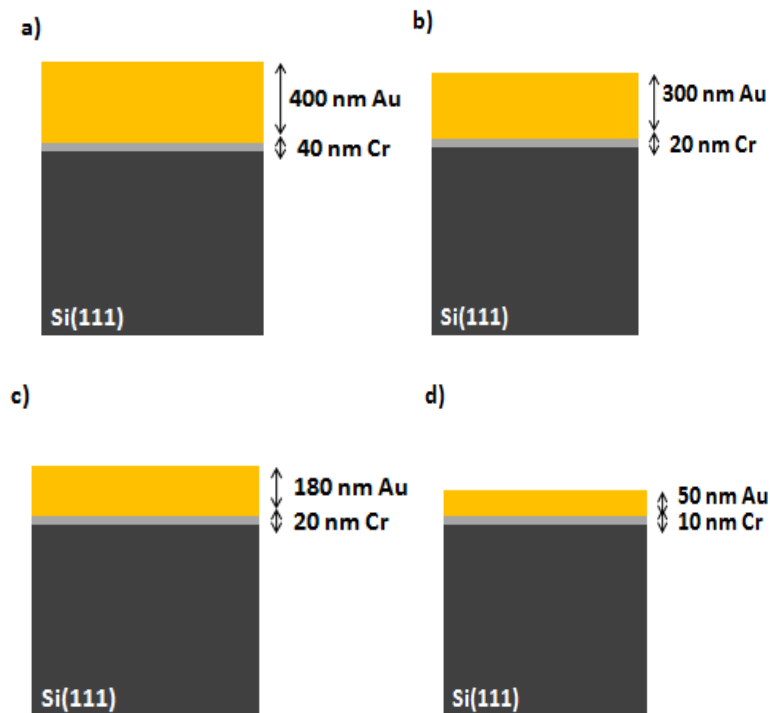


Figure 4.18 : Les échantillons A, B, C et D réalisés dans la salle blanche du LCI-IEMN (dépôt par évaporation).

L'épaisseur des différentes couches d'or déposées ne dépassant pas 400 nm et la gamme de fréquences utilisée allant de 20 MHz jusqu'à 260 MHz, un seul mode de Rayleigh pourra se propager à la surface de la structure.

4.6.1 Transfert de l'onde acoustique de surface générée par le transducteur interdigité vers l'échantillon à caractériser

Lorsqu'on applique une excitation de type Chirp sur le transducteur interdigité du même type (chirp), une onde acoustique de surface large bande est générée sur la surface du matériau piézoélectrique (LiNbO_3) [Fall, 2017]. La distribution spatiale des doigts interdigités du transducteur (fig 4.19 (a)) fait en sorte que lors de la détection de l'onde à la sortie du peigne interdigité par l'interféromètre, il détecte en premier les ondes en hautes fréquences, puis les ondes en basses fréquence car elles parcourent une plus grande distance avant d'arriver au point de détection. La même configuration est conservée lorsque l'onde est transférée par contact sur l'échantillon à caractériser (fig 4.20) avant de voir l'effet de la présence de la couche mince sur les différentes composantes fréquentielles lors de la propagation des SAW.

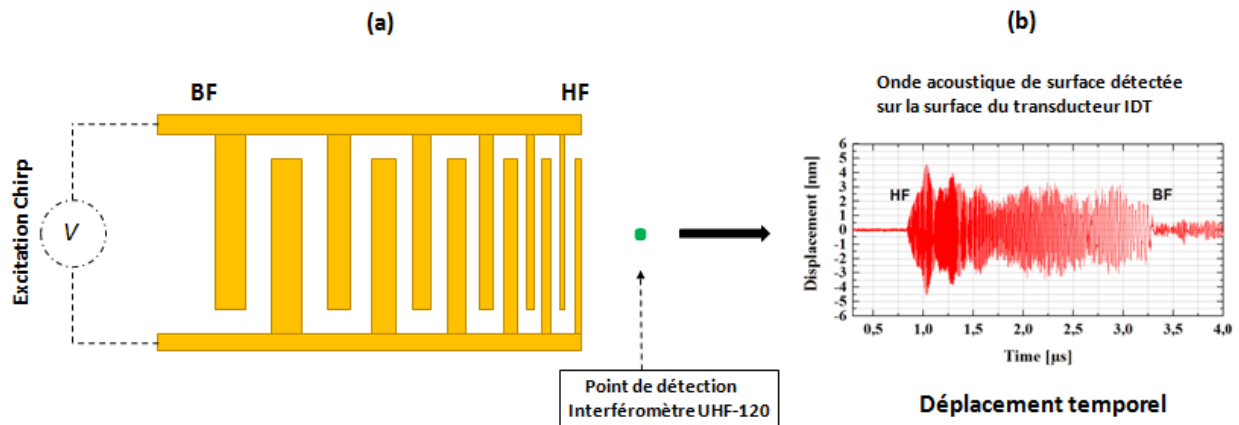


Figure 4.19 : (a) Distribution spatiale des doigts interdigités sur la surface du substrat piézoélectrique YX-128° LiNbO_3 , (b) Déplacement temporel des différentes composantes fréquentielles de l'onde acoustique de surface large bande.

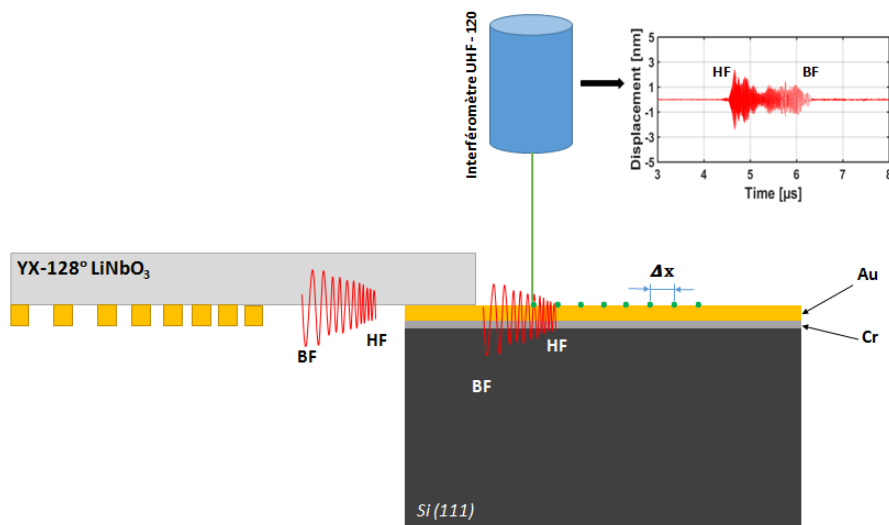


Figure 4.20 : Illustration du transfert de l'onde acoustique sur l'échantillon à caractériser.

4.6.2 Modélisation par éléments finis de la transmission de l'onde acoustique de surface (COMSOL MULTIPHYSICS ®)

Nous avons modélisé la transmission d'énergie acoustique sur l'échantillon à caractériser. A titre d'exemple, L'échantillon est composé d'une couche d'Aluminium sur un substrat de verre. Bien évidemment, pour limiter le maillage et le temps de calcul les dimensions de la lame piézoélectrique et de l'échantillon de verre sont limitées. D'autre part, afin de réduire le temps de calcul, le maillage a été plus particulièrement affiné dans les zones où l'onde de surface se propage, c'est-à-dire sur une profondeur correspondant à deux longueurs d'onde de l'onde de surface. Nous avons vérifié que cela ne perturbait pas la propagation de l'onde (fig 4.21).

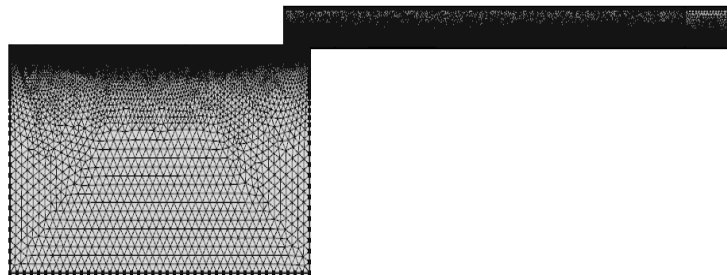


Figure 4.21 : Représentation du maillage utilisé pour notre simulation.

Pour éviter les réflexions aux bords du substrat piézoélectrique qui peuvent perturber la propagation des SAW, on place des absorbeurs aux extrémités du transducteur interdigité (fig 4.22).

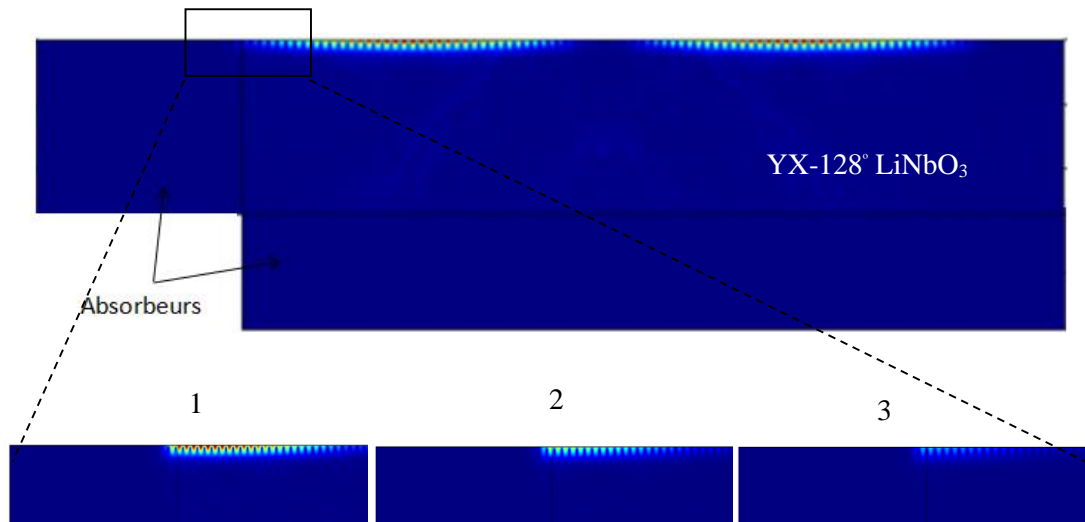


Figure 4.22 : Absorption de l'onde de surface lors de l'interaction avec l'absorbeur.

L'onde de surface qui se propage devant les électrodes (fig 4.23) se divise principalement en deux parties distinctes au contact de l'échantillon. Une partie de l'énergie est convertie en onde de volume qui se propage dans le substrat de Verre avec un angle d'environ 40° par rapport à la surface de l'échantillon, le reste de l'énergie est convertie en une onde de surface. Bien évidemment, compte-tenu des fréquences des ondes ici 33.33 MHz, la longueur d'onde de l'onde de surface est de l'ordre de $120 \mu m$ et nous pouvons clairement constater que les déplacements engendrés par l'onde de surface sont à la fois

présents dans la couche d'Aluminium d'un micromètre d'épaisseur et dans le verre à proximité de la surface (fig 4.24).

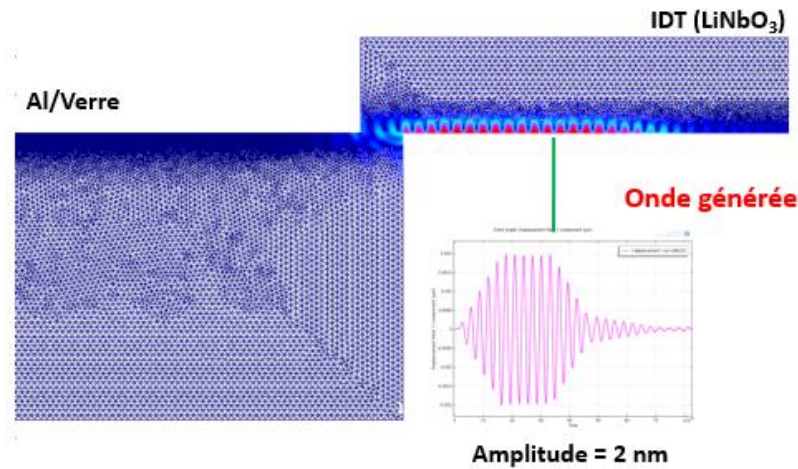


Figure 4.23 : Amplitudes des ondes de surface générées sur la surface du transducteur.

L'allure générale des déplacements sur l'échantillon (couche-substrat) est très proche de celle observée sur la lame piézoélectrique. D'autre part, le contenu fréquentiel de l'onde de surface imposée par les électrodes de l'IDT est conservé au passage de la lame vers le substrat. Par contre, l'amplitude des déplacements de l'onde se propageant sur la structure est moins importante et la perte est de l'ordre de 50% (fig 4.24), mais l'amplitude des déplacements sur la structure Al/Silice reste donc tout à fait suffisante et compatible avec la détection interférométrique.

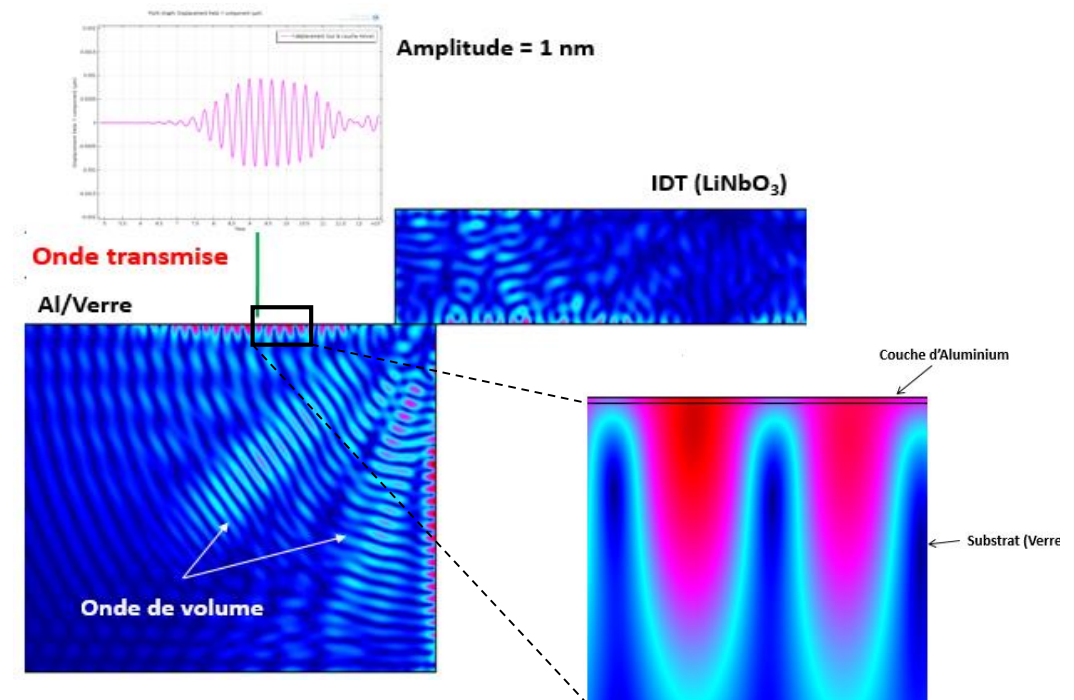


Figure 4.24 : Modélisation de la transmission de l'énergie acoustique sur un échantillon constitué d'une couche d'Aluminium ($1\mu\text{m}$) sur un substrat de silice.

4.7 Transformée de Slant-Stack

Dans le cas d'un transducteur interdigités mono-fréquentiel qui permet l'excitation d'une onde de surface quasi-monochromatique, le phénomène d'étalement de l'onde au cours de sa propagation liée au phénomène de dispersion n'apparaît pas et le signal conserve une forme identique quel que soit le point de détection (hors le phénomène d'atténuation). Il est dans ce cas possible d'estimer très simplement les vitesses de phase en considérant par exemple l'intercorrélation des signaux temporels des déplacements normaux détectés en plusieurs points [Deboucq, 2012].

Lorsque l'on envisage d'exploiter des transducteurs interdigités large bande et que l'on est confronté au phénomène de dispersion du premier mode Rayleigh, il est préférable d'adapter une autre technique pour la détermination de la vitesse de phase. Il est possible par exemple d'exploiter une transformée en ondelettes appliquée sur des signaux correspondant à différentes distances de propagation [Fourez, 2013]. Les vitesses de phase peuvent également être obtenues en passant par la transformée de Fourier rapide à deux dimensions appliquée sur les signaux temporels enregistrés à des distances uniformément espacées [Lefebvre, 2010]. Dans notre cas, nous avons choisi d'exploiter une méthode alternative rapide et efficace afin d'estimer les vitesses avec une grande précision. Bien connue des géophysiciens, la transformée de Slant Stack permet de déterminer la vitesse d'ondes se propageant dans un milieu dit «dispersif», [Yilmaz, 1987] [Piwakowski, 2004].

Cette méthode permet d'obtenir d'aussi bons résultats en termes de précision que les autres méthodes (2DFFT, ondelette) [Ambrozinski, 2014] tout en apportant en plus la possibilité d'observer directement les courbes de dispersion.

La méthode Slant Stack (méthode de mesure de la vitesse) permet de déterminer avec précision la caractéristique de la dispersion. Elle est connue sous le nom de transformation $p-\omega$ appelée également sommation oblique. Le traitement des signaux permet de déterminer la vitesse de phase en fonction de la fréquence en utilisant cette transformée, la méthode est détaillée notamment pour le cas des ondes de Rayleigh [Roohollah, 2012], [Piwakowski, 2012].

En définitive, la procédure de mesure de la vitesse des SAW en fonction de la fréquence consiste à calculer, à la sortie d'un corrélateur qui mesure et compense les retards entre les signaux détectés à l'aide de l'interféromètre, sur les positions 1, 2 ...N, le maximum de la fonction $A(V)$. En d'autres termes, nous définissons une bande de vitesse telle que $V_{\min} < V_{SAW} < V_{\max}$ puis nous déterminons $A(V)$. Comme $A(V)$ est fonction de la vitesse des SAW, la valeur de vitesse pour laquelle la fonction est maximale correspond à la vitesse des ondes mesurée pour une fréquence f_0 considérée. La fonction $A(V)$ est définie par [Piwakowski, 2004]:

$$A(V)_{<V,f_0>} = S(f_0)N \left| \frac{\sin[N\Delta x\pi f_0 \left(\frac{1}{V} - \frac{1}{V_{SAW}}\right)]}{N \sin[\Delta x\pi f_0 \left(\frac{1}{V} - \frac{1}{V_{SAW}}\right)]} \right| \quad \text{Eq (4.8)}$$

Avec :

- Δx : Distance entre les points de mesure ;
- f_0 : fréquence d'onde ;
- V_{SAW} : vitesse d'onde mesuré ;
- N : nombre de points de mesure ;
- V : vitesse d'onde (considérée variable);
- S : constante résultant de l'intercorrélation des tous des signaux reçus.

$A(V)$ est une fonction de type sinc dont allure est illustrée sur la figure 4.25.

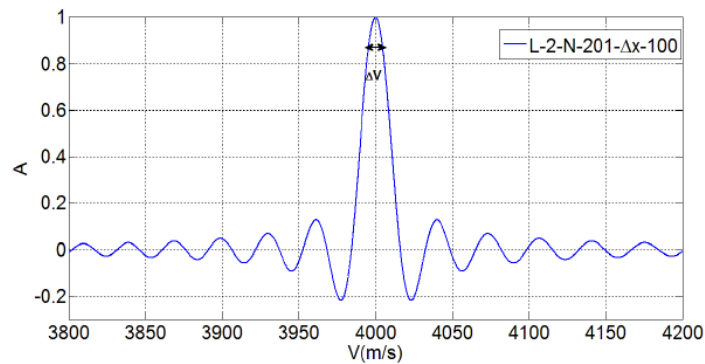


Figure 4.25 : Exemple de tracé de $A(V)$ pour $V_{SAW} = 4000$ m/s et $f_0 = 40$ MHz (L égale à 2 cm, Δx égale à 100 μ m et N à 201).

En exploitant les propriétés de la fonction $A(V)$ nous pouvons estimer l'incertitude sur les valeurs de vitesse en fonction des paramètres de mesure [Piwakowski, 2004] :

$$\delta V_{(90\%)} \approx 0.5 \frac{V_{SAW}}{\frac{L}{\lambda_0} + 1} \approx 0.5 V_{SAW} \frac{\lambda_0}{L} \approx 0.5 \frac{V_{SAW}^2}{L f_0} \quad \text{pour } L \gg \lambda_0 \text{ et } \Delta x < \lambda_0/2 \quad \text{Eq (4.9)}$$

Avec :

- $L = (N - 1) \Delta x$: longueur de mesure sur l'échantillon;
- $\lambda_0 = V_{SAW}/f_0$: longueur d'onde mesurée.

La précision sur la vitesse dépend donc du rapport entre longueur L et longueur d'onde λ (L/λ_0) (fig 4.26 et 4.27).

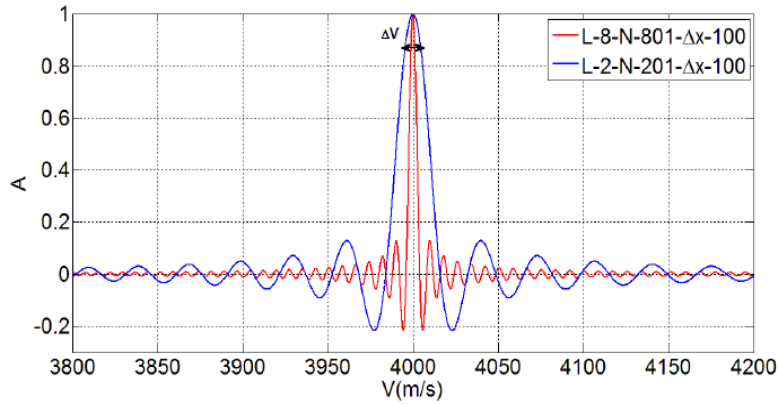


Figure 4.26 : Influence de L sur la fonction $A(V)$ pour $V_{SAW} = 4000$ m/s et $f_0 = 40$ MHz (L égale à 20 mm et 80 mm, Δx est constant).

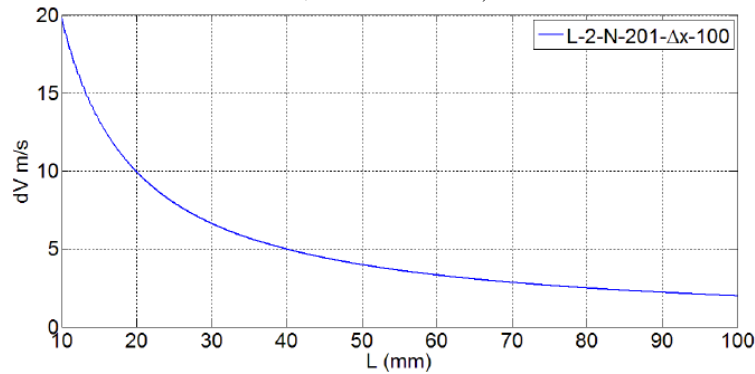
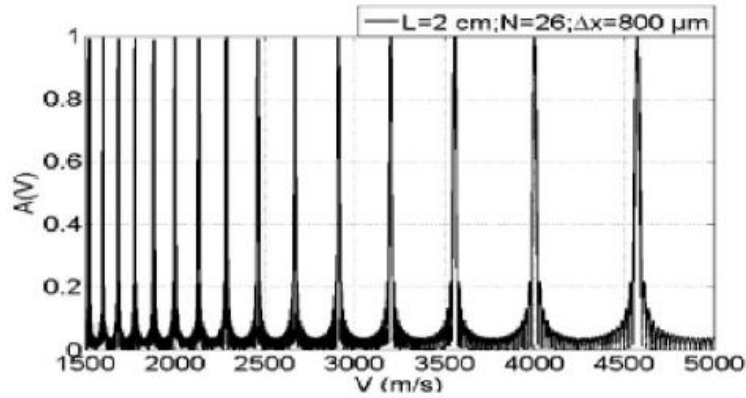


Figure 4.27 : Influence de L sur la fonction $A(V)$ pour $V_{SAW} = 4000$ m/s et $f_0 = 40$ MHz (L égale à 2 cm et Δx égale à 800 μ m).

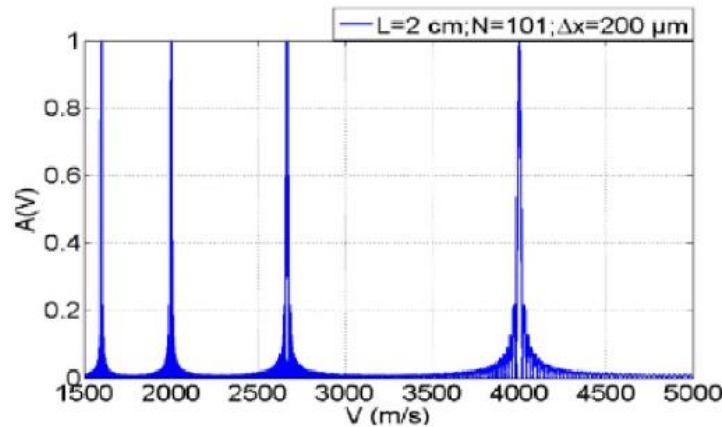
Nous observons bien que plus L est grand plus la précision de mesure de V_{SAW} augmente et plus l'incertitude (δV) diminue. La figure 4.27 montre par exemple, que pour une fréquence de 40 MHz et une vitesse $V_{SAW} = 4000$ m/s, pour obtenir une incertitude meilleure que 5 m/s il faudrait une longueur de mesure L supérieure à 40 mm.

Concernant l'échantillonnage spatial (Δx), il est préférable qu'il soit au moins inférieur à la moitié de la longueur d'onde : $\Delta x/\lambda_{\min} < 0.5$ (critère d'échantillonnage spatial équivalent à celui de Shannon). Ce critère est important pour éviter que la fonction $A(V)$ affiche plusieurs maxima (qui correspondent aux zéros successifs du dénominateur dans l'équation 4.8). Plus le ratio $\Delta x/\lambda_0$ est faible, plus le nombre de maxima est faible.

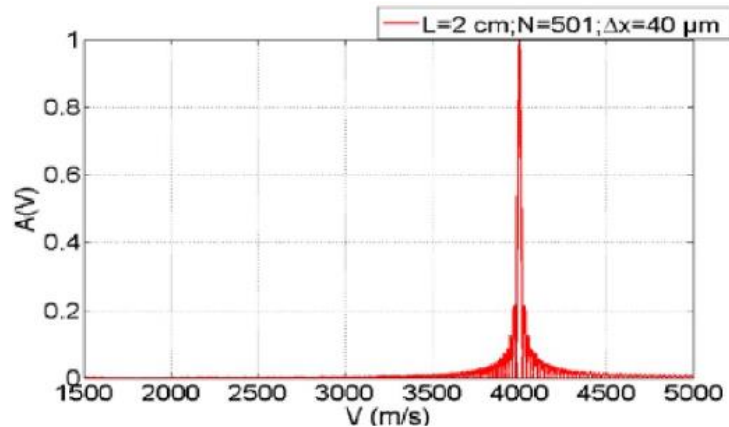
Les figures 4.28 (a)-(c) illustrent trois cas d'échantillonnage spatial. Dans les deux premiers cas, la fonction $A(V)$ est tracée avec des sous-échantillonnage ($\Delta x/\lambda_0 = 8$ et $\Delta x/\lambda_0 = 2$). Dans le troisième cas, le critère d'échantillonnage spatial optimal est rempli ($\Delta x/\lambda_0 = 0,4$).



(a) $\Delta x = 800$ μm , $\Delta x/\lambda_0 = 8$.



(b) $\Delta x = 200$ μm , $\Delta x/\lambda_0 = 2$.



(c) $\Delta x = 40$ μm , $\Delta x/\lambda_0 = 0.4$.

Figure 4.28 : influence du pas d'échantillonnage Δx .

Nous observons que lorsque le pas est important $\Delta x = 800$ μm ($\Delta x/\lambda_0 = 8$), la fonction $A(V)$ atteint plusieurs valeurs maximales (figure 4.28(a)) dans la bande de vitesse 1500 à 5000 m/s, or pour un pas Δx plus faible $\Delta x = 200$ μm ($\Delta x/\lambda_0 = 2$) (figure 4.28(b)), la fonction $A(V)$ atteint que quatre valeurs maximales dans la bande de vitesse 1500 à 5000 m/s. Enfin, lorsque le critère d'échantillonnage spatial optimal est rempli avec $\Delta x = 40$ μm ($\Delta x/\lambda_0 = 0,4$) (figure 4.28(c)), la fonction $A(V)$ atteint une valeur maximale unique dans la bande de vitesses entre 1500 m/s à 5000 m/s. Ainsi, plus Δx est petit, plus le nombre de fausses valeurs de vitesse diminue.

Toutefois si la vitesse est à priori connue, l'erreur d'interprétation n'est plus possible. On n'est donc pas toujours obligé de respecter rigoureusement le critère d'échantillonnage. En effet, pour une longueur de mesure L donnée, l'utilisation d'un pas Δx le plus grand possible permet de diminuer le nombre de points de mesure N , ce qui a pour but de réduire fortement la durée de mesure.

Par ailleurs, il faut toutefois noter que dans la procédure de calcul avec la transformée de Slant Stack, les signaux mesurés sur N positions sont sommés. Il est bien connue que la sommation de N signaux bruités provoque une diminution du bruit proportionnellement à \sqrt{N} . Finalement le rapport signal/bruit augmente proportionnellement à \sqrt{N} . Ceci signifie donc que le nombre N doit être aussi grand surtout si les signaux sont bruités, un compromis est donc à trouver. Comme nous venons de le voir le choix de ces paramètres est primordial pour l'étude de la dispersion. Le paragraphe suivant est donc consacré à cette étude. L'optimisation des paramètres du b-scan (L et Δx) pour le cas d'une couche de 50 nm d'or déposée sur un substrat de silicium (111) sera détaillée [Kadi, 2020].

4.7.1 Paramètres de mesure optimaux (50 nm Au / Si (111))

A partir de l'équation 4.9, nous avons déterminé les paramètres idéaux qui permettent d'obtenir les vitesses de phase avec une incertitude de 1 m/s (tab 4.11). Sachant que la longueur de mesure L est donnée par :

$$L \approx \frac{V_{SAW}^2}{2 \cdot \delta V \cdot f_0} \quad \text{Eq (4.10)}$$

4.7.2 Courbes de dispersion théorique pour les structures couche sur substrat (Au/ Si (111))

Les courbes de dispersion peuvent être calculées théoriquement car elles sont directement liées aux propriétés élastiques et aux densités des deux matériaux impliqués, ainsi qu'à l'épaisseur de la couche. Les paramètres utilisés pour la couche d'or et le substrat de silicium (111) dans la direction $[1\bar{1}0]$ sont regroupés dans le tableau.

Tableau 4.10 : Caractéristiques de la couche d'or et du substrat.

Paramètre	Au	Si (111) $[1\bar{1}0]$
ρ [kg/m ³]	19300	2330
V_L [m/s]	3212	8726
V_T [m/s]	1193	4969
V_R [m/s]	1127	4548

Compte tenu des caractéristiques mécaniques du silicium et de l'or, théoriquement, la variation de vitesse sur la gamme [20-125] MHz est d'environ 50 (m/s) pour 50 nm d'or, 200 (m/s) pour 180 nm, 300 (m/s) pour 300 nm, et plus que 450 (m/s) pour 400 nm (fig 4.29).

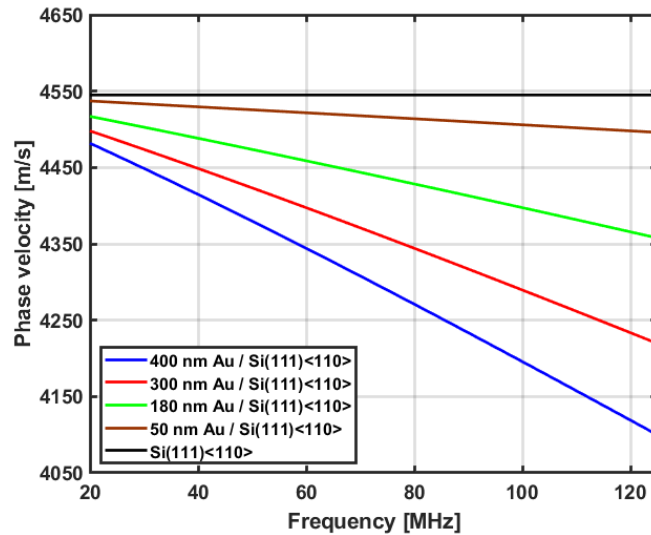


Figure 4.29 : Courbes de dispersion théoriques du premier mode de Rayleigh pour les couches d'or : 50 nm (marron), 180 nm (vert), 300 nm (rouge), et 400 nm (bleu), substrat non revêtu (noir).

Par exemple, en considérant la couche d'or de 400 nm d'épaisseur (fig 4.29, courbe bleue), pour f_0 égale à 20 MHz correspondant à une vitesse des SAW de 4482 (m/s), pour un $\delta V = 1$ m/s il faut une distance $L = 502$ mm. Pour f_0 égale à 125 MHz correspondant à une vitesse des SAW de 4103 (m/s), il faut une distance $L = 67$ mm.

Concernant le pas spatial d'échantillonnage, il faut respecter le critère $\Delta x < \lambda_{\min} / 2$, λ_{\min} correspond à la longueur d'onde minimale. D'après la courbe théorique (fig 4.29), elle est minimale à la fréquence maximale (125 MHz), ce qui donne $\lambda_{\min} = 4103/125 = 32.8 \mu\text{m}$. Ainsi le pas Δx optimal est égale à $32.8/2$, soit $16.4 \mu\text{m}$. Le tableau 4.11 résume les paramètres de mesure optimaux.

Tableau 4.11 : Paramètres de mesure idéaux pour obtenir une incertitude sur la vitesse de phase de 1 m/s.

Fréquence [MHz]	δV [m/s]	L [cm]	Δx [μm]	λ	$\Delta x/\lambda$
20	1	50.2	102.6	224	0.07
125	1	6.7	16.4	32.8	0.5

Au vu des dimensions des échantillons à tester (wafers de 3 et 4 pouces), il est impossible de respecter ces critères (L trop importante). Nous avons donc cherché à étudier l'influence des paramètres de mesure notamment le pas spatial Δx et la longueur L (fig 4.30) sur les vitesses de phase tout en réduisant le nombre de points de mesure N au maximum. Par conséquent, l'influence des paramètres de mesure, notamment le pas spatial Δx et la longueur L sur la précision de mesure des vitesses sont étudiées ci-dessous.

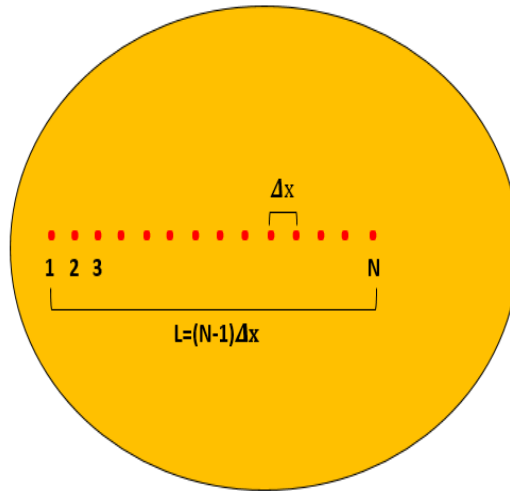


Figure 4.30 : Paramètres du B-scan pour la détermination des courbes de dispersion.

4.7.3 Influence du pas Δx avec L fixée

Nous avons fixé la longueur L maximale à 20 mm afin de faire des mesures qu'au centre de l'échantillon. D'après le tableau 4.11, le pas spatial Δx optimum doit être inférieur ou égal à $16.4 \mu\text{m}$ afin de respecter le critère d'échantillonnage ($\Delta x \leq \lambda_{\text{min}}/2$). Bien que nous disposions d'une table de déplacement capable de faire un pas minimum de 300 nm avec une erreur relative très faible ± 10 nm, le respect du critère d'échantillonnage est peu envisageable. En effet, un pas de $16.4 \mu\text{m}$ sur une longueur de mesure L de 20 mm correspond à un nombre de points de mesure N égale à 1220. Compte tenu des paramètres d'acquisition du logiciel fourni par Polytec où une moyenne des signaux est nécessaire, il faudrait 27 heures de mesure pour obtenir les déplacements normaux sur 1220 points. Or ce temps est trop long pour s'assurer des conditions de mesures idéales (température, couplant,...). Nous avons donc testé différentes valeurs de Δx afin de vérifier jusqu'à quelle valeur de Δx il était possible de réaliser les mesures sans dégradation significative sur les courbes de dispersion. Le tableau 4.12 donne les paramètres de mesure utilisés. Les mesures ont été réalisées sur un échantillon composé d'une couche de 50 nm d'or déposée sur un substrat de silicium (111).

Tableau 4.12 : Paramètres de mesure.

teste	L [cm]	Δx [μm]	N	$\Delta x/\lambda_{\text{min}}$
1	2	50	401	1.4
2	2	100	201	2.8
3	2	200	101	5.5
4	2	400	51	11.1
5	2	800	26	22.2

Grâce au bon rapport signal sur bruit (le bruit est quasi invisible) nous pouvons nous permettre de diminuer le nombre de points de mesure N . À titre d'exemple, la figure 4.31 montre le spectre moyen des signaux de déplacement obtenus pour le test 3 ($N = 101$, $\Delta x = 200 \mu\text{m}$, et $L = 20$ mm).

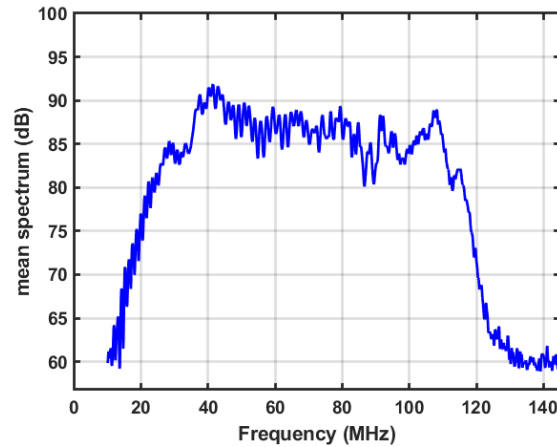


Figure 4.31 : spectre moyen correspondant au test 3.

A partir des signaux temporels obtenus nous avons déterminé les vitesses de phase dans la bande [20 – 125] MHz, pour $L = 20$ mm et différents pas spatial Δx (en μm) à l'aide de la transformée de Slant Stack (fig 4.32). Dans un premier temps nous considérons deux pas Δx très différents (100 et 800 μm) pour mettre en évidence l'apparition de maxima de part et d'autre des valeurs de vitesse de phase attendus. Nous avons défini une bande de vitesse variant entre 3400 m/s et 5400 m/s.

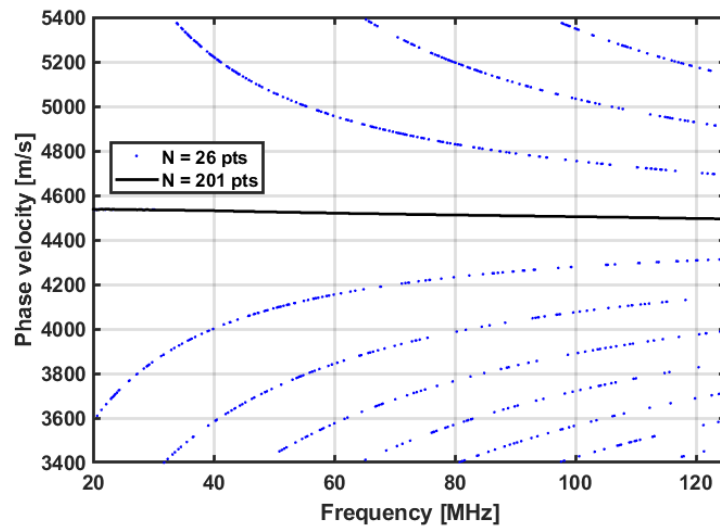


Figure 4.32 : Comparaison des vitesses de phase obtenues pour la couche de 50 nm d'or/Si(111)[$1\bar{1}0$] pour un pas Δx de 100 μm (en noir) et 800 μm (en bleu).

Comme prévu, si l'échantillonnage spatial est très grand devant la longueur d'onde minimale, la fonction $A(V)$ affiche plusieurs maxima dans l'intervalle de vitesses définies. Elle passe d'un maximum à l'autre dans la recherche des solutions. Si nous considérons la bande de fonctionnement du transducteur [20 – 125] MHz et la bande de vitesse définie (3400 à 5400 m/s), nous notons que pour un pas Δx de 800 μm , les faux points apparaissent à partir de 20 MHz sachant qu'à cette fréquence la vitesse de phase mesurée est 4548 m/s (ce qui correspond à une longueur d'onde $\lambda = 4548/20 = 227.4$ μm) (soit à partir de $\Delta x/\lambda = 800/227 = 3.52$). Pour un pas Δx de 100 μm ($\Delta x/\lambda = 0.44$), pas d'apparition de ces faux points dans la bande définie.

Dans un deuxième temps, nous proposons de garder la même longueur $L = 20$ mm et de tester les quatre pas Δx allant de 100 à 800 μm afin de mettre en évidence l'apparition des maxima en fonction du rapport $\Delta x/\lambda$ et leur écart vis-à-vis des valeurs réelles des vitesses. La figure 4.33 présente les vitesses de phase obtenues pour différentes pas Δx .

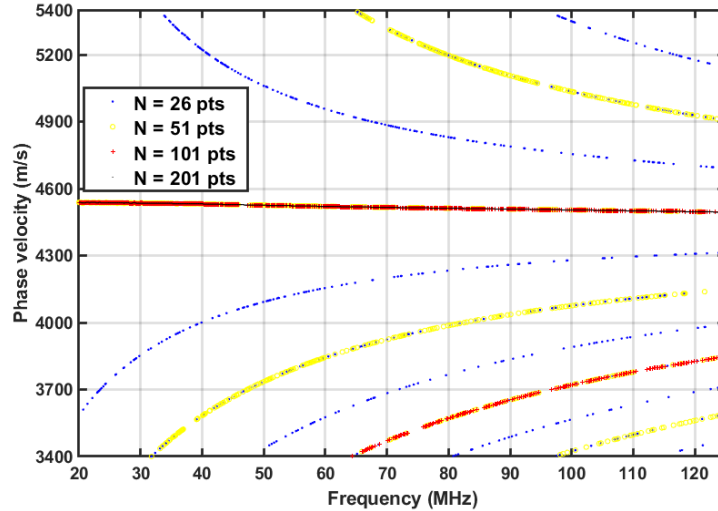


Figure 4.33 : Comparaison des vitesses de phase obtenues pour la Couche de 50 nm d'or/Si(111) $[1\bar{1}0]$ de 50 nm avec un IDT optimisé en amont (20 MHz-125 MHz) pour $\Delta x = 800 \mu\text{m}$ (bleu), $\Delta x = 400 \mu\text{m}$ (jaune), $\Delta x = 200 \mu\text{m}$ (rouge), et $\Delta x = 100 \mu\text{m}$ (noir).

Ces résultats permettent de mettre en évidence que plus le pas Δx est petit par rapport à la longueur d'onde, plus le nombre de valeurs de vitesses erronées est faible, il est donc possible en diminuant la bande de vitesse définie pour le calcul et de ne pas prendre en compte des fausses valeurs de vitesse.

Nous observons d'autre part que plus le pas Δx est petit par rapport à la longueur d'onde, plus l'apparition de valeurs de vitesses erronées diminue. Dans la bande de fonctionnement du transducteur [20 – 125] MHz, lorsque le pas Δx est égal à 800 μm , l'apparition de valeurs de vitesses erronées débute à 20 MHz (comme nous l'avons signalé précédemment), sachant qu'à cette fréquence la vitesse de phase mesurée est 4548 m/s (ce qui correspond à une longueur d'onde $\lambda = 4548/20 = 227 \mu\text{m}$) (soit à partir de $\Delta x/\lambda = 800/227 = 3.5$). Pour un pas de 400 μm elles commencent à apparaître à 35 MHz, sachant qu'à cette fréquence la vitesse de phase mesurée est 4518 m/s (ce qui correspond à une longueur d'onde $\lambda = 4518/35 = 129.08 \mu\text{m}$) (soit à partir de $\Delta x/\lambda = 400/129 = 3.1$). Pour un pas de 200 μm c'est à 65 MHz qu'elles commencent à apparaître, sachant qu'à cette fréquence la vitesse de phase mesurée est 4508 m/s (ce qui correspond à une longueur d'onde $\lambda = 4508/95 = 47.4 \mu\text{m}$) (soit à partir de $\Delta x/\lambda = 4.2$). Pour faire les mesures et éviter l'apparition des vitesses erronées, nous avons choisi un pas de 100 μm .

4.7.4 Influence de la longueur L avec Δx fixé

La longueur maximale L a été fixée à 20 mm pour les raisons mentionnées ci-dessus (taille de l'échantillon). Toutefois, pour démontrer l'influence de la longueur L sur les vitesses de phase obtenues avec la transformée de Slant-Stack, des tests complémentaires utilisant deux autres valeurs de L ont été

réalisées. Les paramètres de mesure utilisés sont indiqués dans le tableau 4.13. Le pas Δx était de 100 μm .

Tableau 4.13 : Paramètres de mesure pour les essais effectués, $L = 5 \text{ mm}$, $L = 10 \text{ mm}$ et $L = 20 \text{ mm}$.

teste	L [mm]	Δx [μm]	N
1	5	100	51
2	10	100	101
3	20	100	201

Dans un premier temps nous prenons deux longueurs L très différentes (5 et 20 mm) (fig 4.34) pour mettre en évidence l'incertitude sur les valeurs de vitesse de phase. Nous avons défini une bande de vitesse pour le calcul variant entre 3400 m/s et 5400 m/s. Ensuite nous avons diminué l'écart entre les deux longueurs L utilisées ($L = 10 \text{ mm}$) (fig 4.35).

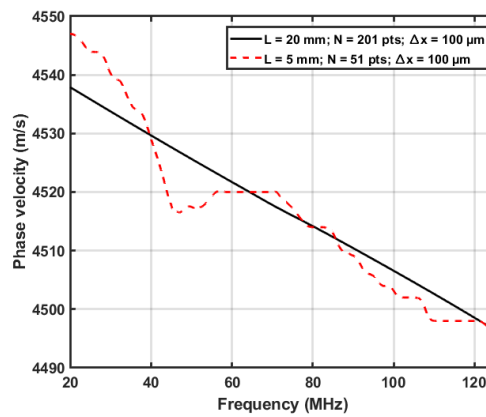


Figure 4.34 : Comparaison des vitesses de phase obtenues pour la couche de 50nm d'or/silicium pour $L = 5 \text{ mm}$ (rouge) et $L = 20 \text{ mm}$ (noir).

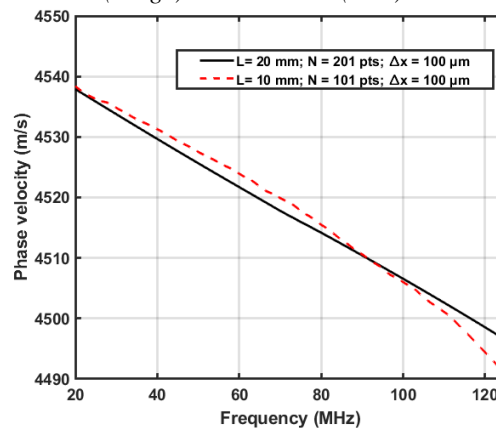


Figure 4.35 : Comparaison des vitesses de phase obtenues pour la couche de 50nm d'or/silicium pour $L = 10 \text{ mm}$ (rouge) et $L = 20 \text{ mm}$ (noir).

Nous observons que la précision sur la vitesse dépend fortement de la longueur L , pour $L = 5 \text{ mm}$ l'incertitude étant plus importante, les vitesses erronées sont présentes dans toute la bande 20 – 125 MHz (fig 4.34), elles commencent à apparaître dès 20 MHz. Pour $L = 20 \text{ mm}$, c'est en dessous de 100 MHz que nous observons des erreurs de vitesses importantes. Ainsi, les paramètres de mesure

optimaux sont $L = 20$ mm, $N = 201$, et $\Delta x = 100$ μm . Les incertitudes obtenues pour ces paramètres de mesure sont présentées par le tableau 4.14.

Tableau 4.14 : Incertitude sur la vitesse de phase en fonction des paramètres de mesure retenus dans la bande (20 - 125 MHz) pour une couche de 50 nm d'or déposée sur un substrat de silicium (111) $[\bar{1}\bar{1}0]$.

Fréquence [MHz]	L [mm]	Δx [μm]	δV [m/s]
20	20	100	25.7
125	20	100	4.04

L'intérêt d'avoir des transducteurs larges bandes est d'obtenir une multitude de valeurs de vitesses dans la bande (20-125 MHz) avec une incertitude qui décroît avec l'augmentation de la fréquence. Pour réduire encore plus cette incertitude, il est très important de travailler à des fréquences encore plus élevées. Dans notre cas, on fera des caractérisations avec la bande [20-125] MHz et [90-260] MHz.

4.8 Gamme de fréquences utilisées lors des essais ultrasonores

Pour déterminer l'épaisseur et le module d'Young des couches minces d'Or déposées sur un substrat de Si (111), il est nécessaire de générer des ondes dans une large gamme de fréquences pour obtenir une variation de vitesse importante sur les courbes de dispersion. Dans cette étude deux bandes de fréquences ont été utilisées, [20 – 125] MHz et [90 – 260] MHz ce qui correspond à des longueurs d'ondes variant entre [227 – 36] μm et [50 – 17] μm respectivement. La capacité à générer une large bande de fréquences via un seul transducteur permet de limiter le nombre de manipulations lors des essais expérimentaux et un gain de temps considérable. Pour faire cette étude, dans un premier temps on place l'échantillon à analyser sur la table de déplacement micrométrique de sorte que le méplat de l'échantillon soit parallèle aux doigts des deux transducteurs interdigités lors du contact transducteur-échantillon. Dans cette configuration, l'onde acoustique de surface large bande générée par les transducteurs est transmise sur l'échantillon et elle se propage dans la direction cristallographique $[\bar{1}\bar{1}0]$ du silicium (111) (fig 4.36). Pour faire propager l'onde dans la direction $[11\bar{2}]$, on fait tourner l'échantillon de 90° par rapport à la direction perpendiculaire au méplat.

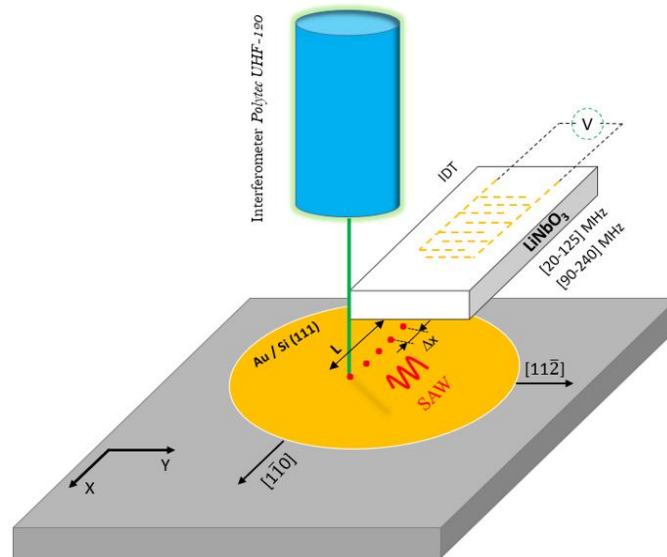
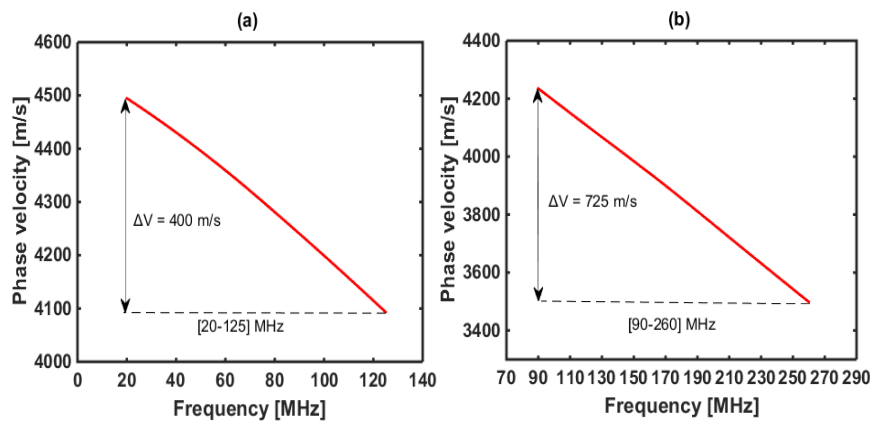


Figure 4.36 : Schéma du protocole de mesure.

4.8.1 Gamme de fréquences et dispersion du premier mode de Rayleigh (choix de la gamme de fréquences)

Pour voir l'effet de la fréquence, on mesure la courbe de dispersion pour l'échantillon (A). La première mesure de dispersion est réalisée avec une bande de fréquence allant de 20 MHz à 125 MHz, la seconde mesure est réalisée avec une bande de fréquence allant de 90 MHz à 260 MHz.. La figure 4.37 montre les courbes de dispersion expérimentales obtenues à l'aide de la transformée Slant-Stack pour les deux mesures. Il convient de mentionner que l'épaisseur de la couche d'accroche en Chrome (Cr) dans tous les échantillons examinés est beaucoup plus petite que l'épaisseur des couches d'or, son influence sur la dispersion des SAW est négligeable.



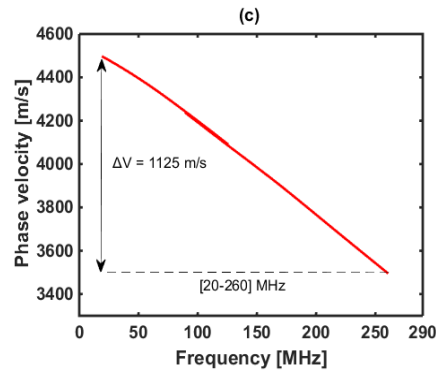


Figure 4.37 : Influence de la bande de fréquences sur la dispersion. (a) Dispersion sur la bande [20 – 125] MHz, (b) Dispersion sur la bande [90 – 260] MHz, (c) dispersion sur la bande [20 – 260] MHz.

Les courbes de dispersion expérimentales obtenus montrent que la variation de la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh est plus conséquente sur une plus large gamme de fréquences (fig 4.37 (a, b)). C'est en exploitant cette dispersion importante, c'est-à-dire la variation de la vitesse de phase des SAW en fonction de la fréquence que des précisions importantes sur les propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces d'or seront obtenues à l'aide la procédure d'inversion.

4.8.2 Influence de l'épaisseur du film mince

Pour mettre en évidence l'influence de l'épaisseur du film mince sur la dispersion du premier mode de Rayleigh, on mesure les courbes de dispersion pour deux échantillons (B et D). La première mesure de dispersion est réalisée sur les deux échantillons avec une bande de fréquence allant de 20 MHz à 125 MHz, la seconde mesure est réalisée avec une bande de fréquence allant de 90 MHz à 260 MHz. La figure 4.38 montre les courbes de dispersion expérimentales obtenues à l'aide de la transformée Slant-Stack pour les deux mesures.

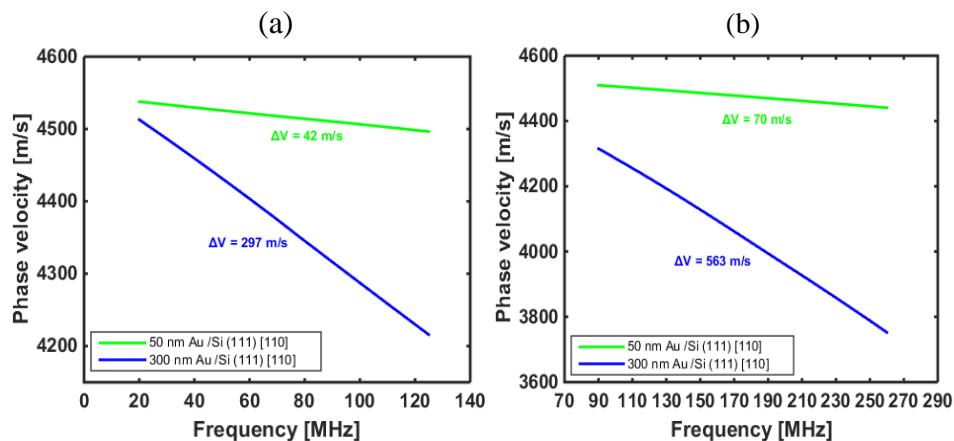


Figure 4.38 : Influence de l'épaisseur du film mince sur la quantité de dispersion. (a) Dispersion sur la bande [20 – 125] MHz, (b) Dispersion sur la bande [90 – 260] MHz.

La figure 4.38, montre l'effet de l'épaisseur de la couche mince sur la dispersion des SAW. Il est possible de constater qu'avec une fréquence élevée l'effet de la couche mince sur la dispersion est plus apparent, car avec une longueur d'onde plus courte les SAW voient plus l'influence de la couche mince. Si on considère par exemple la dispersion obtenue avec une bande de fréquences [90 – 260] MHz pour les

couches minces de 50 nm et 300 nm d'or, la dispersion est beaucoup plus importante pour la couche de 300 nm d'or par rapport à la couche de 50 nm (fig 4.38(b)).

4.9 Propagation des SAW le long de la direction $[1\bar{1}0]$ du plan (111) de Silicium - direction perpendiculaire au méplat

4.9.1 Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20-125] MHz

Dans cette partie, les échantillons (A, B, C, D) décrits précédemment seront analysés avec une bande de fréquences allant de 20 MHz à 125 MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$ du Silicium (111). Afin d'obtenir les courbes de dispersion, un B-scan (201 points ($L = 2\text{mm}$), avec un pas $\Delta x = 100\ \mu\text{m}$) le long de la direction X (fig 4.36) a été réalisé pour les différents échantillons (A, B, C, D). La détection de l'onde en chaque point se fait par le biais d'un vibromètre laser Polytec UHF – 120. Les courbes de dispersion expérimentales ont été calculées en utilisant la transformée de Slant-stack sur l'ensemble des signaux acquis lors du B-scan.

La figure 4.39 montre quelques signaux temporels mesurés après différentes distances de propagation sur l'échantillon A (400 nm Au / 40 nm Cr / Si(111) $[1\bar{1}0]$), la propagation se fait sur une distance totale de 32 mm. Le premier mode de Rayleigh est clairement observé. La dispersion de celui-ci, provoquant la compression temporelle des signaux, est aussi mise en évidence. Remarquons également que les composantes basses fréquences se propagent plus vite que les composantes hautes fréquences, ce qui correspond effectivement aux courbes de dispersion du cas « loading », la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat ($V_{R\text{Si}[1\bar{1}0]} = 4545\ \text{(m/s)}$) est plus élevée par rapport à la vitesse dans la couche mince d'or ($V_{R\text{Au}} = 1127\ \text{(m/s)}$).

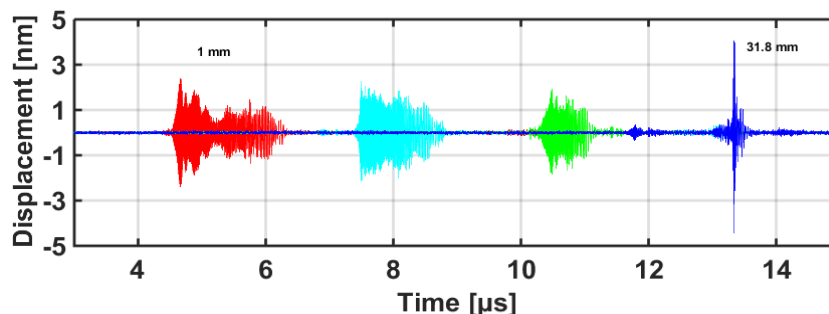


Figure 4.39 : Dispersion du premier mode de Rayleigh détecté à la surface d'une structure couche d'or/substrat de silicium pour différentes distances de propagation. Les mesures ont été effectuées dans la direction $[1\bar{1}0]$.

La figure 4.40 montre les signaux mesurés après différentes distances de propagation sur l'échantillon B (300 nm Au / 20 nm Cr / Si (111) $[1\bar{1}0]$), la propagation se fait sur une distance de 32 mm. Le caractère dispersif des signaux est aussi observé dans cette configuration, cependant la dispersion est plus modérée que la dispersion des signaux dans la figure 4.39. En d'autres termes, le paquet d'ondes

se comprime moins pour une même distance de propagation par rapport à l'échantillon (A). En effet l'épaisseur de la couche d'or dans l'échantillon (B) est plus petite, ce qui limite la dispersion des SAW.

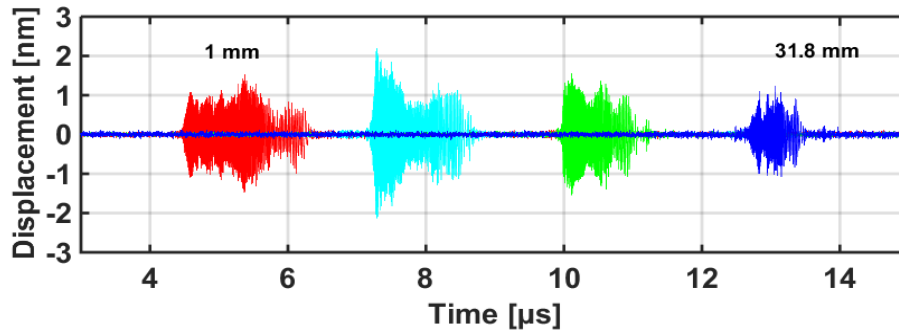


Figure 4.40 : Dispersion du premier mode de Rayleigh détecté à la surface d'une structure couche d'or/substrat de silicium pour différentes distances de propagation. Les mesures ont été effectuées dans la direction $[1\bar{1}0]$.

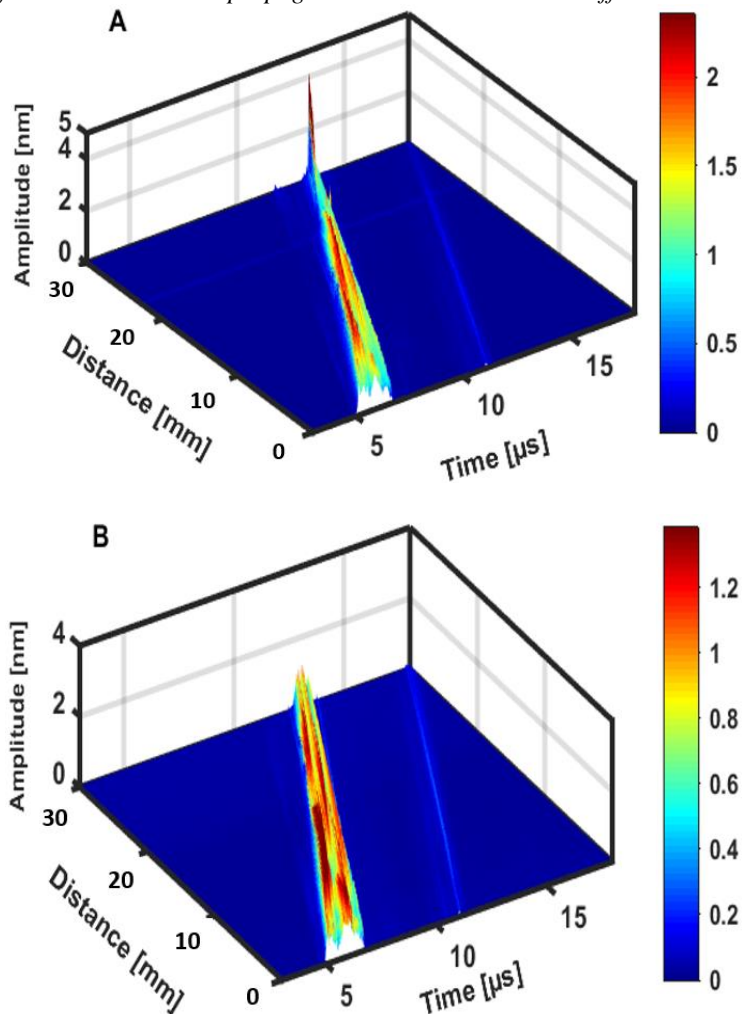


Figure 4.41 : Représentation 3D des déplacements acquis. A) (400nm Au/40nm Cr/Si (111)) ; B) (180nm Au/20nm Cr/Si (111)).

De la figure 4.41, on constate la dispersion des SAW, [20 – 125] MHz, lors de la propagation. Pour l'échantillon A, la dispersion est plus marquée, on voit clairement la compression totale de l'onde lorsqu'elle parcourt une distance de 30 mm. Pour la même distance de propagation dans l'échantillon B, l'onde de surface présente aussi un comportement dispersif, mais l'effet est moins visible par rapport à l'échantillon A, car il y a une différence d'épaisseur des couches minces.

4.9.1.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20-125] MHz

Sur la figure 4.42, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées pour les 4 échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20 – 125] MHz sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion augmente à mesure que l'épaisseur de la couche mince d'or augmente. De plus à mesure que la fréquence se rapproche de zéro ($f = 0$ MHz), toutes les courbes de dispersion s'approchent de la vitesse du premier mode de Rayleigh dans substrat de Silicium (111) suivant la direction $[1\bar{1}0]$.

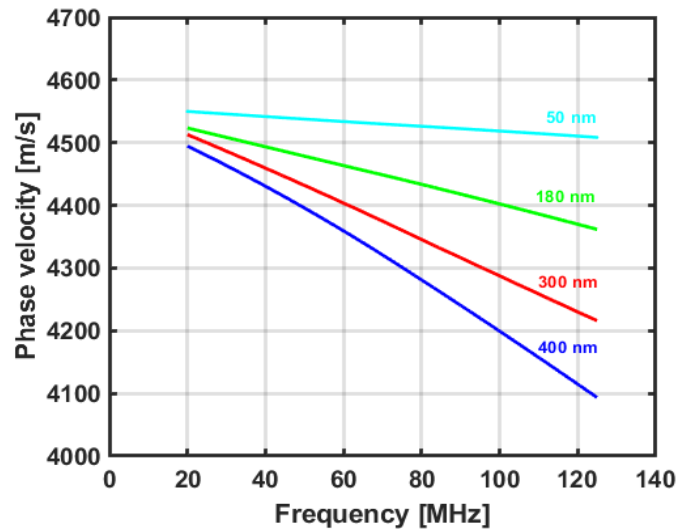


Figure 4.42 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [20 – 125] MHz.

4.9.2 Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 – 260] MHz

Dans cette deuxième série de mesures, les échantillons (A, B, C, D) décrits précédemment seront analysés avec une bande de fréquences allant de 90 MHz à 260 MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$ du Silicium (111). Les paramètres du B-scan ($L, \Delta x$) diffèrent d'un échantillon à l'autre, car l'influence des films minces d'or sur la dispersion des SAW en hautes fréquences est plus importante, ce qui provoque lors de la propagation un recouvrement des composantes fréquentielles, dans un premier temps le paquet d'onde se comprime puis les hautes fréquences passent devant les basses fréquences (dilatation) à cause de l'influence de la couche mince d'or (fig 4.43). Pour faciliter la mesure de la courbe de dispersion, il est préférable de réaliser le B-scan dans la zone où les SAW se compriment ou se dilatent exclusivement et éviter la zone de recouvrement entre les deux effets.

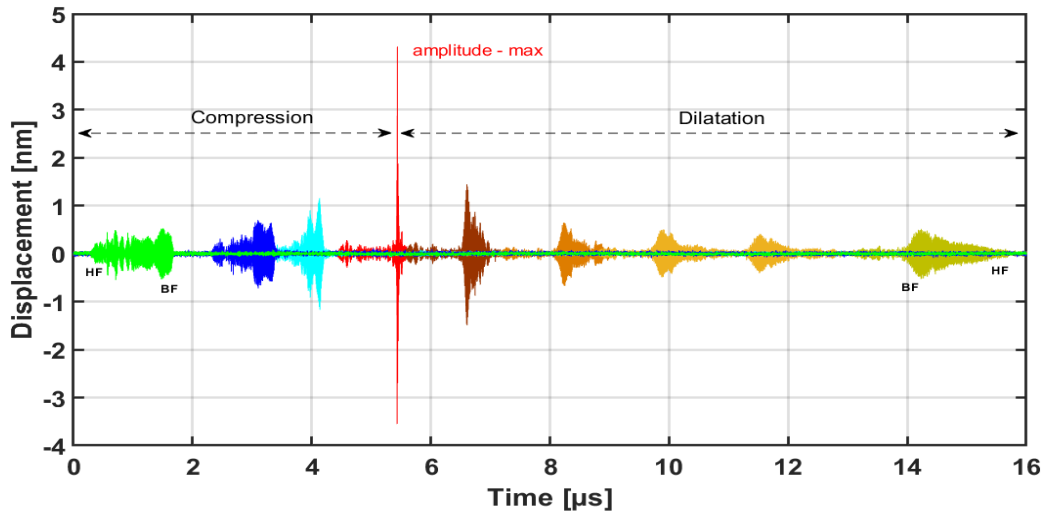


Figure 4.43 : Dispersion des SAW [90-260] MHz. Effet de compression et de dilatation du paquet d'ondes, mesure réalisée sur l'échantillon B (300 nm Au / 20nm Cr / Si (111)[110]).

4.9.2.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) - [90-260] MHz

Sur la figure 4.44, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz pour les 4 échantillons (A, B, C, D) sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion augmente à mesure que la fréquence utilisée augmente.

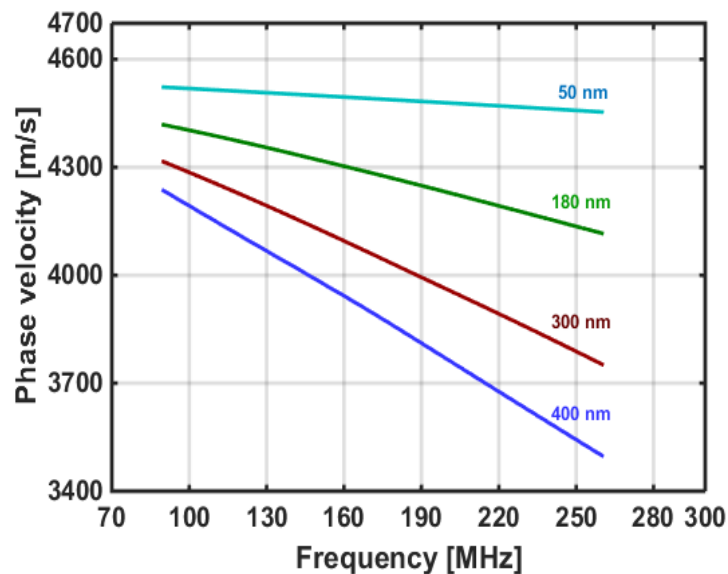


Figure 4.44 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz.

4.9.3 Superposition des courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20 – 125] MHz et [90 – 260] MHz

En superposant l'ensemble des courbes de dispersion mesurées le long de la direction [110], on obtient des courbes de dispersion expérimentales allant de 20 MHz à 260 MHz (fig 4.45). Une variation

importante de la vitesse des SAW est constatée dans l'intervalle [20 – 260] MHz, par exemple pour la couche de 400 nm d'or la variation de vitesse est de, $\Delta V = 1000$ (m/s).

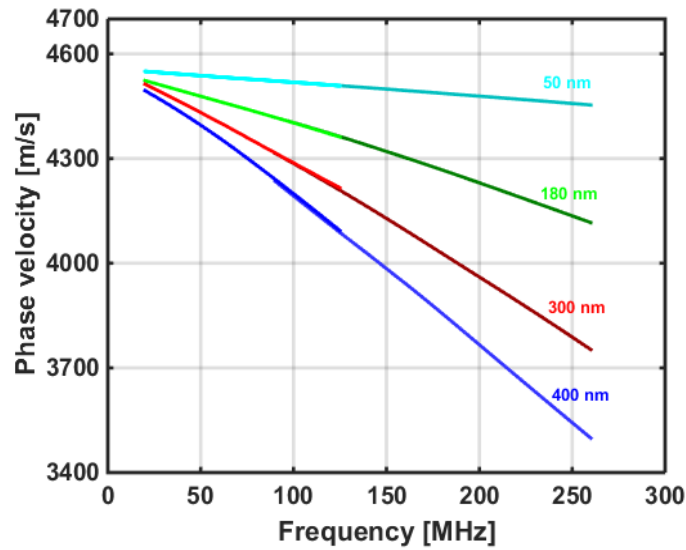


Figure 4.45 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [20 – 260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$ du plan (111) du silicium.

Le tableau 4.15 regroupe les valeurs de variation de vitesse de phase (ΔV) des SAW enregistrées pour les 4 échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [20 – 260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$.

Tableau 4.15 : variation de la vitesse de phase sur la bande [20 – 260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$ du silicium (111).

Echantillon	Epaisseur-Au [nm]	ΔV [m/s] – [20-260] MHz
A	400	1000
B	300	761
C	180	407
D	50	97

4.10 Propagation des SAW le long de la direction $[11\bar{2}]$ du plan (111) de Silicium - direction parallèle au méplat

Pour faire propager les SAW dans la direction $[11\bar{2}]$ du silicium(111), on fait tourner de 90° le wafer revêtu d'une couche mince d'or (fig 4.36).

4.10.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20-125] MHz

Sur la figure 4.46, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées pour les 4 échantillons (A, B, C, D) sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion augmente à mesure que l'épaisseur du film mince d'or augmente. De plus à mesure que la fréquence se rapproche de zéro ($f = 0$ MHz), toutes les courbes de dispersion s'approchent de la vitesse de Rayleigh du substrat de Silicium (111) dans la direction $[11\bar{2}]$.

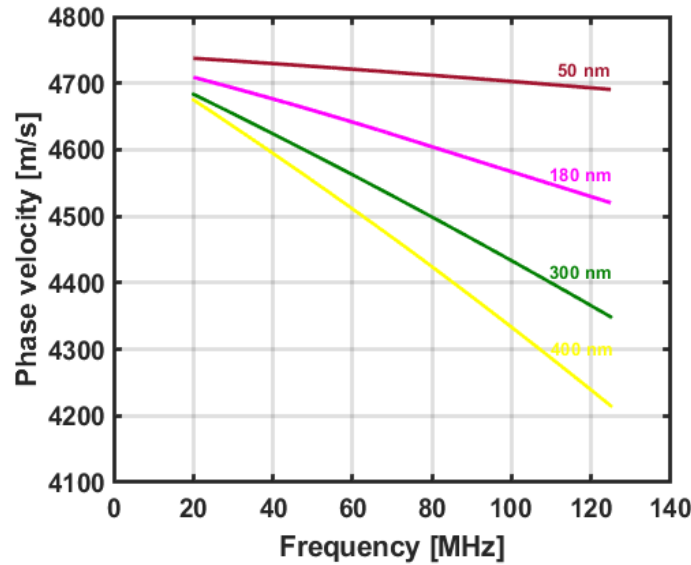


Figure 4.46 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [20 – 125] MHz.

4.10.2 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz

Sur la figure 4.47, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz pour les 4 échantillons (A, B, C, D) sont représentées. Afin d'obtenir une continuité de la courbe de dispersion sur toute la bande [20 – 260] MHz, il est nécessaire de faire la mesure dans la même direction, c'est-à-dire dans la direction $[11\bar{2}]$ du plan (111) du silicium, plusieurs essais ont été réalisés pour satisfaire cette condition.

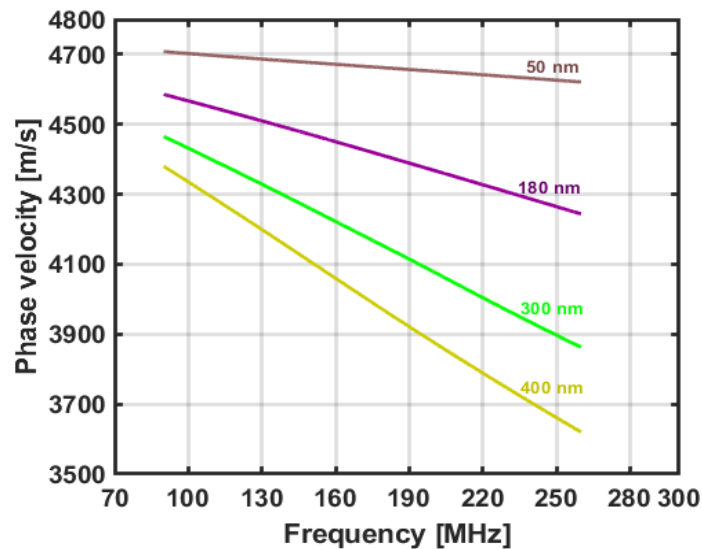


Figure 4.47 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz.

4.10.3 Courbes de dispersion obtenues avec les bandes de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz

En superposant l'ensemble des courbes de dispersion mesurées le long de la direction $[11\bar{2}]$, on obtient des courbes de dispersion expérimentales allant de 20 MHz à 260 MHz (figure 4.48). Une variation importante de la vitesse de phase de l'onde de Rayleigh est constatée dans l'intervalle $[20 - 260]$ MHz, par exemple pour la couche de 400 nm d'or la variation de vitesse est de, $\Delta V = 1055$ (m/s).

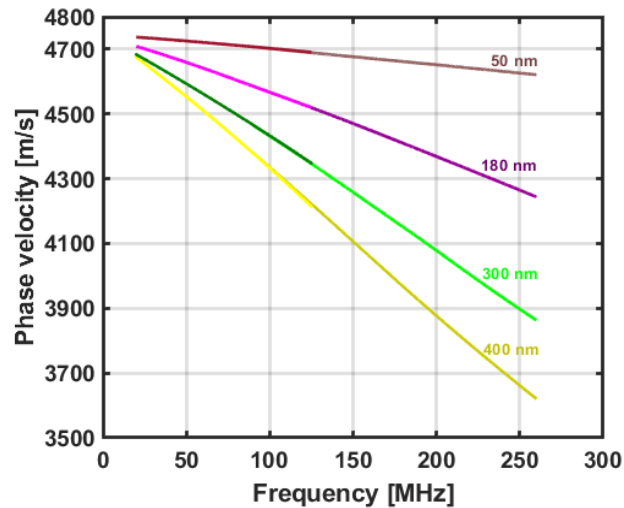


Figure 4.48 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (A, B, C, D) sur la bande de fréquences $[20 - 260]$ MHz.

Le tableau 4.16 regroupe les valeurs de variation de vitesse (ΔV) des SAW enregistrées pour les 4 échantillons sur la bande de fréquences $[20 - 260]$ MHz dans la direction $[11\bar{2}]$. Les variations de vitesse sont plus importantes dans la direction $[11\bar{2}]$, car les propriétés mécaniques du substrat de Silicium (111) dans cette direction sont différentes de celles dans la direction $[1\bar{1}0]$.

Tableau 4.16 : variation de la vitesse de phase sur la bande $[20 - 260]$ MHz dans la direction $[11\bar{2}]$ du silicium (111).

Echantillon	Épaisseur-Au [nm]	ΔV [m/s]
A	400	1055
B	300	821
C	180	465
D	50	117

4.11 Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés élastiques des films minces d'or

Comme nous l'avons vu précédemment, dans le cas de structure de type couche sur substrat, les vitesses de phase des SAW sont directement liées aux paramètres élastiques et à la densité des deux matériaux (couche et substrat) ainsi qu'à l'épaisseur de la couche. L'estimation des propriétés élastiques ainsi que l'épaisseur de la couche à partir des courbes de dispersion expérimentales consiste en la résolution du problème inverse. La méthode d'inversion est utilisée afin de rechercher la combinaison de coefficients

élastiques (couche et substrat) et d'épaisseur de la couche qui permet d'ajuster les courbes de dispersion théoriques avec celles obtenues expérimentalement. Cette méthode d'optimisation sélectionne la meilleure combinaison (coefficients élastiques et épaisseur) qui nous permet de tracer les courbes de dispersion théoriques les plus proches de celles mesurées. En premier lieu, le calcul théorique à partir des valeurs des coefficients élastiques tirés de la littérature, nous apporte une première approximation des vitesses de phase. Ces valeurs de vitesses de phases théoriques ont été calculées dans la bande (20 – 260 MHz). Ensuite, une routine de minimisation au sens des moindres carrés a été effectuée pour déterminer l'ensemble des paramètres recherchés de manière à ce que les courbes de dispersion théoriques soient les plus proches possibles des vitesses mesurées. L'algorithme de minimisation utilisé cherche à maximiser le coefficient de régression R^2 défini par :

$$R^2 = 1 - \frac{SS_{err}}{SS_{tot}} \quad \text{Eq (4.11)}$$

Où SS_{tot} est la somme totale des carrés des écarts qui est proportionnelle à la variance de l'échantillon ($SS_{tot} = \sum_i (V_{exp} - \overline{V_{exp}})^2$), $\overline{V_{exp}}$ représente la valeur moyenne des vitesses mesurées. SS_{err} est la somme des carrés des résidus appelée somme résiduelle des carrés ($SS_{err} = \sum_i (V_{exp} - V_{th})^2$). V_{exp} correspond aux vitesses mesurées et V_{th} aux vitesses théoriques. Le processus de minimisation est basé sur la dichotomie. De manière itérative, plusieurs épaisseurs et paires de coefficients élastiques ont été testées avec une boucle de minimisation développée sous MATLAB®. A partir d'un intervalle initial borné, le balayage par incrémentation de l'intervalle par différents petits pas constants permet de réduire progressivement la largeur de l'intervalle borné jusqu'à ce que le seuil de convergence souhaité soit atteint ; c'est-à-dire que la largeur de l'intervalle soit suffisamment petit avec une faible tolérance [Deboucq, 2012].

4.11.1 Etapes de la procédure d'inversion

A titre d'exemple, Les différentes figures qui illustrent les étapes d'optimisation des différents paramètres de l'échantillon D (50 nm Au / 10 nm Cr / Si(111)) sont représentées sur la figure 4.49. La direction de propagation des ondes de Rayleigh est dans la direction $[1\bar{1}0]$. La méthode de minimisation est basée sur la dichotomie et consiste en une procédure itérative afin de maximiser le coefficient de régression R^2 comme suit :

1. Calcul de la courbe de dispersion théorique en utilisant des valeurs trouvées dans la bibliographie.
2. Faire varier l'épaisseur (e_p) dans un intervalle contenant la valeur réelle de l'épaisseur (R_1^2).
3. Inversion sur le module d'Young du substrat (E_s), (R_2^2).
4. Inversion sur le coefficient de Poisson du substrat (ν_s), (R_3^2).
5. Inversion sur le module d'Young de la couche mince d'or (E_c), (R_4^2).

6. Inversion sur le coefficient de Poisson de la couche mince d'or (v_c), (R_5^2).

En chaque étape i , $i > 1$, la variation du paramètre recherché dans un intervalle choisi est effectuée, la valeur qui permet d'avoir un R_2^2 maximum est retenue. A chaque étape, si $R_1^2 > R_{i-1}^2$, on refait la procédure d'optimisation depuis la première étape jusqu'à la maximisation de tous les coefficients R_i^2, R_{i-1}^2 .

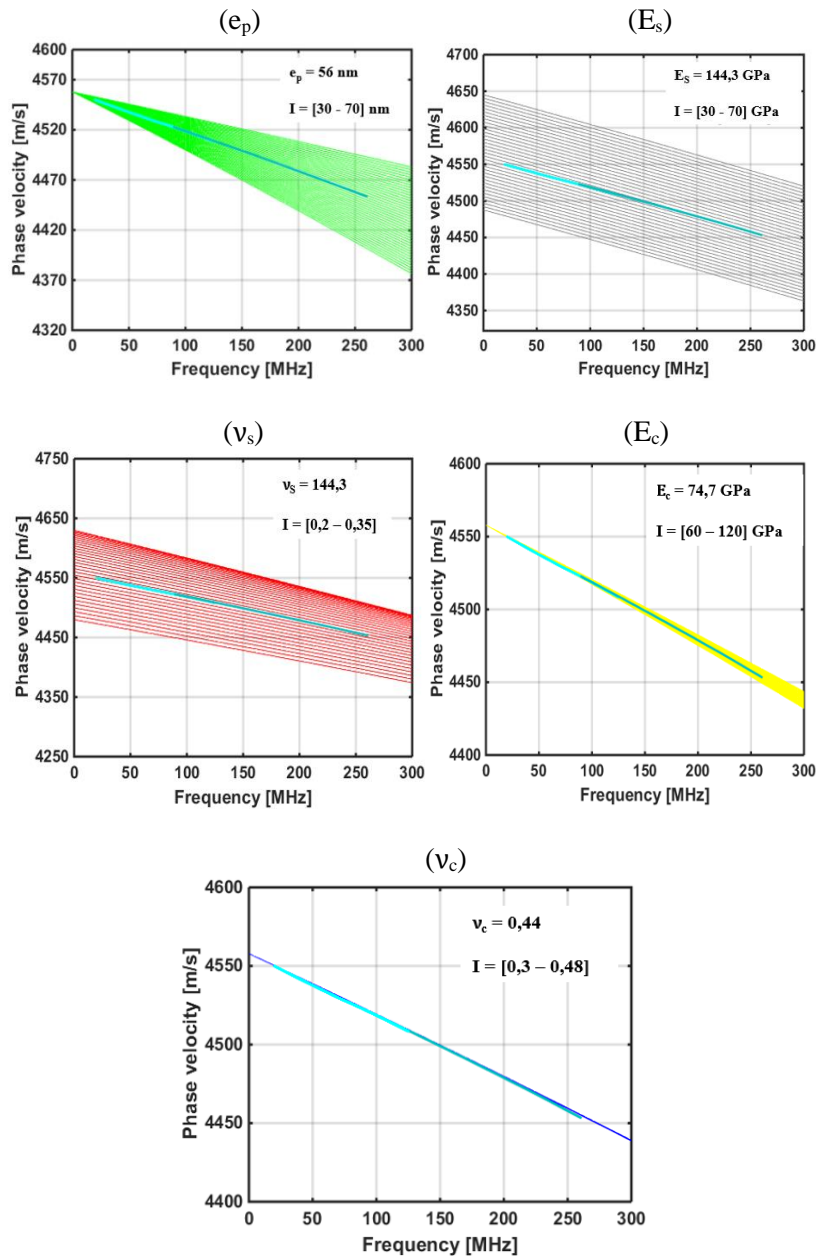


Figure 4.49 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche et du substrat.

L'ensemble des paramètres estimés par inversion pour l'échantillon (D) sont regroupés dans le tableau 4.17.

Tableau 4.17 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles estimées par inversion pour l'échantillon (D).

Echantillon (D)	Valeurs initiales	Intervalle	Valeur estimée
e_p	-	[30 - 70] nm	56 nm
E_s	144.03	[140 – 150] GPa	144.3 GPa
ν_s	0.26	[0.2 – 0.35]	0.265
E_c	78	[60 – 120] GPa	74.7 GPa
ν_c	0.42	[0.3 – 0.48]	0.44

La combinaison des paramètres estimés pour le substrat dans la direction $[1\bar{1}0]$ et la couche mince d'or permet d'obtenir la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement, le résultat est représenté sur la figure 4.50, la courbe théorique est en pointillés et la courbe expérimentale en ligne continue.

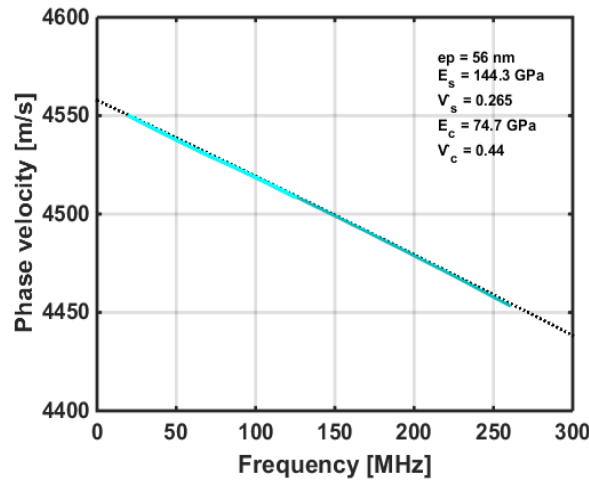


Figure 4.50 : Courbe de dispersion expérimentale (ligne continue), courbes de dispersion théorique (ligne pointillée).

4.11.2 Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques pour l'ensemble des films minces d'or/Si(111) $[1\bar{1}0]$

L'ensemble des courbes de dispersion théoriques contenant les paramètres élastiques et dimensionnels (épaisseurs) pour les échantillons (A, B, C, D) sont représentées sur la figure 4.51. Les courbes de dispersion théoriques dans la bande de fréquences $[0 - 300]$ MHz sont représentées par des lignes pointillées, l'ajustement entre les courbes théoriques et expérimentales est bon avec la majorité des points sur la bande $[20 - 260]$ MHz. Les propriétés élastiques du substrat de silicium (111) dans la direction $[1\bar{1}0]$ déterminées avec la procédure d'inversion sont regroupées dans le tableau 4.18.

Tableau 4.18 : Propriétés mécaniques du substrat de Si(111) dans la direction $[1\bar{1}0]$.

Substrat	ρ [kg/m ³]	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si(111) $[1\bar{1}0]$	2330	144.3	0.265	4561

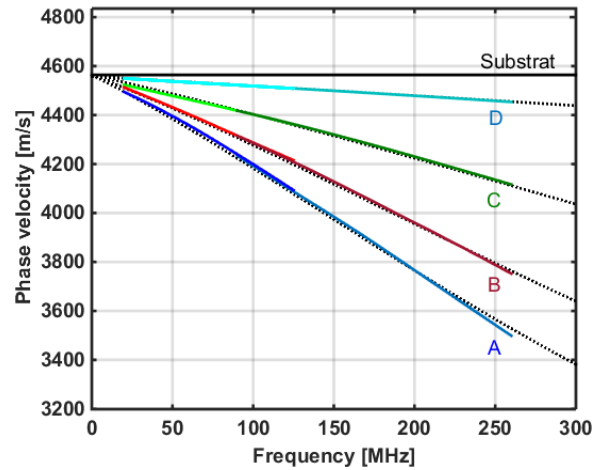


Figure 4.51 : Détermination des épaisseurs et des propriétés mécaniques pour les échantillons (A, B, C, D) par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

Les propriétés élastiques et dimensionnelles des couches minces d'or correspondant aux échantillons (A, B, C, D) sont présentées dans le tableau 4.19.

Tableau 4.19 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces d'or correspondant aux échantillons (A, B, C, D).

Echantillon	e_p [nm]	E [GPa]	ν
A	407	80.1	0.43
B	298	79.6	0.43
C	176	76.3	0.44
D	56	74.7	0.44

Les épaisseurs estimées par inversion sont 407 nm, 298 nm, 176 nm et 56 nm pour les quatre échantillons A, B, C, D. Ces résultats sont satisfaisants sachant qu'il y a toujours une différence entre l'épaisseur imposée lors du dépôt par évaporation et les épaisseurs réelles déposées. Afin de conforter ces résultats, l'épaisseur de la couche d'or pour chaque échantillon a été mesurée au moyen d'un profilomètre de haute précision, les résultats sont représentés sur la figure 4.52. La mesure profilométrique repose sur une mesure locale de l'épaisseur (effectuée sur les bords du dépôt), tandis que la méthode ultrasonore (dispersion des SAW) correspond à des mesures effectuées sur toute une partie de l'échantillon (ici localisée au centre du dépôt). Les résultats obtenus en termes d'épaisseur avec la méthode ultrasonore (inversion sur les courbes de dispersion expérimentales) et par la profilométrie sont regroupés dans le tableau 4.20.

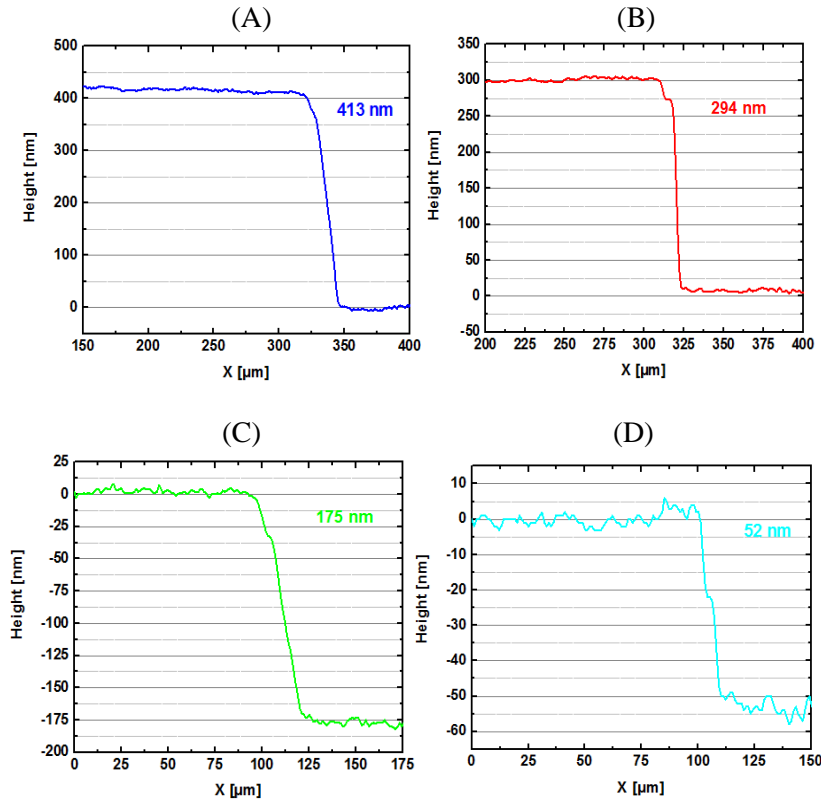


Figure 4.52: Evaluation profilométrique de l'épaisseur de la couche d'or pour les échantillons (A, B, C, D).

Tableau 4.20 : Epaisseurs des films minces d'or estimées par la méthode d'inversion et par la profilométrie.

Echantillon	Ultrasons (SAW) [nm]	Profilométrie [nm]
A	407	413
B	298	294
C	176	175
D	56	52

La figure 4.53 présente les résultats obtenus en termes d'épaisseur avec les deux méthodes, IDT-HFSAW et profilométrie, l'une par rapport à l'autre. La ligne pointillée correspond à une ligne droite dont la pente est proche de l'unité.

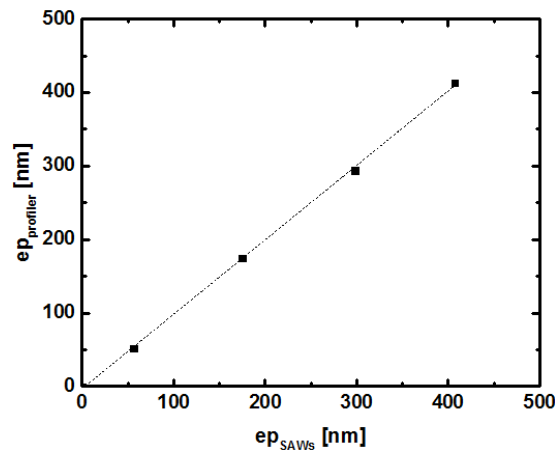


Figure 4.53 : Épaisseurs des films d'or obtenues par la méthode IDT-HFSAW par rapport à celles mesurées à l'aide du profilomètre.

Les valeurs des épaisseurs obtenues par profilométrie montrent une bonne corrélation avec celles estimées avec la méthode IDT-HFSW. Il est important de préciser que les mesures d'épaisseur à l'aide d'un profilomètre sont effectuées d'une manière localisée sur une marche (hauteur de marche entre le substrat non revêtu et le substrat revêtu du film mince d'or).

Concernant les valeurs du module d'Young des films minces d'or estimées avec la méthode IDT-HFSAW (tab 4.19) pour les échantillons A, B, C, D sont respectivement 80.1, 78.6, 76.3 et 74.7 GPa. Ces valeurs sont différentes de la valeur du module d'Young de l'or massif qui est 78 GPa. Plusieurs recherches montrent qu'il est courant d'avoir un module d'Young différent entre le film mince et le matériau massif [Neugebauer, 1960], [Varguez, 2008], [Cao, 2006], [Xu et Rowcliffe, 2002], [Espinosa et Prorok, 2003], [Kalkman, 2001]. Cette différence de module d'Young pour les couches minces d'or composant les échantillons A, B, C et D pourraient s'expliquer par l'orientation cristallographique des grains (cristallites) qui composent les films minces d'or, ainsi que l'évolution de la taille des grains à mesure que l'épaisseur de la couche mince augmente, [Faurie, 2006]. Pour une couche mince d'or, la taille des grains évolue avec l'épaisseur de la couche. Une couche mince de 100 nm est constituée de grains d'une taille de 40 nm, 60 nm pour une couche de 300 nm d'épaisseur et 80 nm pour une épaisseur de 500 nm [Birleanu et Pustan, 2016].

4.12 Résultats d'inversion – direction de propagation $[11\bar{2}]$

4.12.1 Estimation des épaisseurs et des paramètres élastiques des films minces d'or/Si(111) $[11\bar{2}]$

La même procédure est appliquée pour déterminer les propriétés mécaniques et les épaisseurs des films minces d'or correspondants aux échantillons A, B, C et D dans la direction $[11\bar{2}]$ du silicium (111). Après inversion, Les propriétés mécaniques du substrat de silicium (111) dans la direction $[11\bar{2}]$ sont regroupées dans le tableau 4.21. Le module d'Young du substrat est plus élevé dans la direction $[11\bar{2}]$ par rapport à la direction $[1\bar{1}0]$, cette différence se traduit par une vitesse de l'onde de Rayleigh plus élevée dans la direction $[11\bar{2}]$.

Tableau 4.21 : Propriétés mécaniques du substrat de Si(111) dans la direction $[11\bar{2}]$.

Substrat	ρ [kg/m ³]	E [GPa]	ν	V_R [m/s]
Si(111) $[11\bar{2}]$	2330	157	0.27	4751

L'ensemble des courbes de dispersion théoriques contenant les paramètres élastiques et dimensionnels (épaisseur) pour les échantillons (A, B, C, D) sont représentées sur la figure 4.55. Les courbes de dispersion théoriques dans la bande de fréquences $[0 - 300]$ MHz sont représentées par des lignes pointillées, l'ajustement entre les courbes théoriques et expérimentales est bon avec la majorité des points sur la bande $[20 - 260]$ MHz.

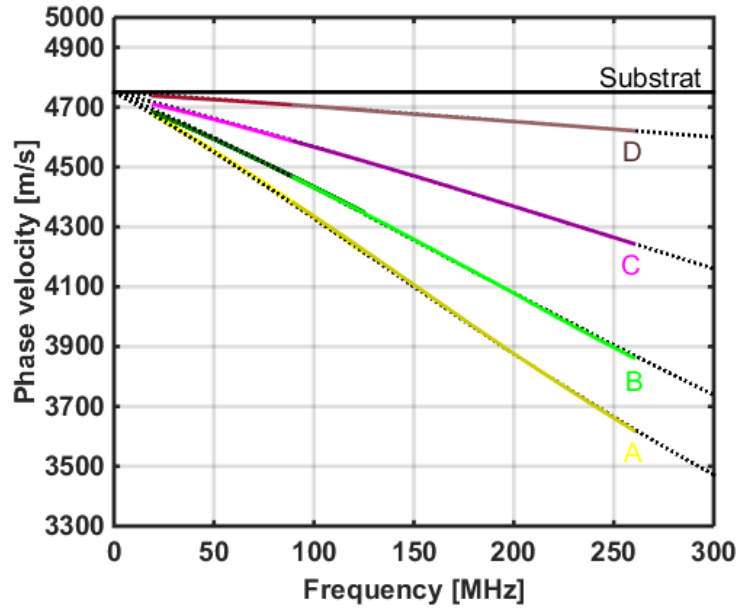


Figure 4.55 : Détermination des épaisseurs et des propriétés mécaniques pour les échantillons (A, B, C, D) par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

Les propriétés des couches minces d'or correspondant aux échantillons (A, B, C, D) sont présentées dans le tableau 4.22.

Tableau 4.22 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces d'or correspondant aux échantillons (A, B, C, D).

Echantillon	E_p [nm]	E [GPa]	ν
A	398	80.1	0.43
B	301	79.3	0.43
C	182	76.5	0.44
D	52	74.3	0.44

En comparant les résultats obtenus pour les mesures le long de la direction $[11\bar{2}]$ avec ceux obtenus le long de la direction $[1\bar{1}0]$ (tab 4.19), on constate une très bonne corrélation entre les épaisseurs et les modules d'Young pour les quatre échantillons. Cette concordance montre que la méthode d'inversion est sensible aux propriétés mécaniques du substrat en plus des propriétés des couches minces d'or [Kadi, 2020]. La petite différence en terme d'épaisseurs estimées le long de la direction $[11\bar{2}]$ et le long de $[1\bar{1}0]$ peut-être expliqué par la non uniformité de l'épaisseur de la couche mince sur toute la surface du wafer 3 pouces, la direction $[1\bar{1}0]$ est perpendiculaire au méplat primaire du wafer Si (111) et la direction $[11\bar{2}]$ est parallèle au méplat primaire du même wafer.

4.13 Résultats de nanoindentation

Pour confronter les résultats obtenus avec la méthode IDT-HFSAW en termes de module d'Young avec les résultats obtenus avec d'autres techniques de mesure, les échantillons (A, B, C) ont été soumis à des mesures de nanoindentation, cette technique permet d'estimer les modules d'Young des couches d'or. Les mesures de nanoindentation ont été réalisées au laboratoire Mechanics, Surface and Materials

Processing (MSMP) à l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM). L'effet du substrat lorsque la profondeur de pénétration de l'indenteur dépasse 10 % de l'épaisseur de la couche d'or devient plus apparent et il a une influence considérable sur les résultats. En règle générale, cette profondeur est considérée comme la limite de la fiabilité pour les essais d'indentation. Les essais d'indentation ont été effectués en plusieurs points différents à la surface d'un même échantillon, pour éviter de se fier à une seule mesure, qui aurait pu être effectuée dans un endroit présentant un défaut local ou une inhomogénéité. Les mesures de nanoindentation effectuées sont basées sur le concept de la mesure continue de la rigidité [Li et Bhushan, 2002]. Dans cette méthode, la charge appliquée au pénétrateur se développe de manière modulée, de sorte que l'amplitude de la modulation du déplacement est d'environ 1 nm. Le module d'Young est mesuré en permanence lorsque le pénétrateur pénètre dans la couche mince. Dans le présent travail, la fréquence de modulation était de 45 Hz, et la profondeur de l'indentation était de 1800 nm. Les résultats montrent que la valeur du module d'Young mesurée augmente progressivement jusqu'à la stabilisation (plateau), après environ 500 nm pour l'échantillon A, 300 nm pour l'échantillon B et 200 nm pour l'échantillon C. Sur la figure 4.56 les résultats sont présentés pour les échantillons A, B et C. Dans le tableau 4.23, les résultats des mesures continues de la rigidité pour les échantillons A, B et C sont présentés.

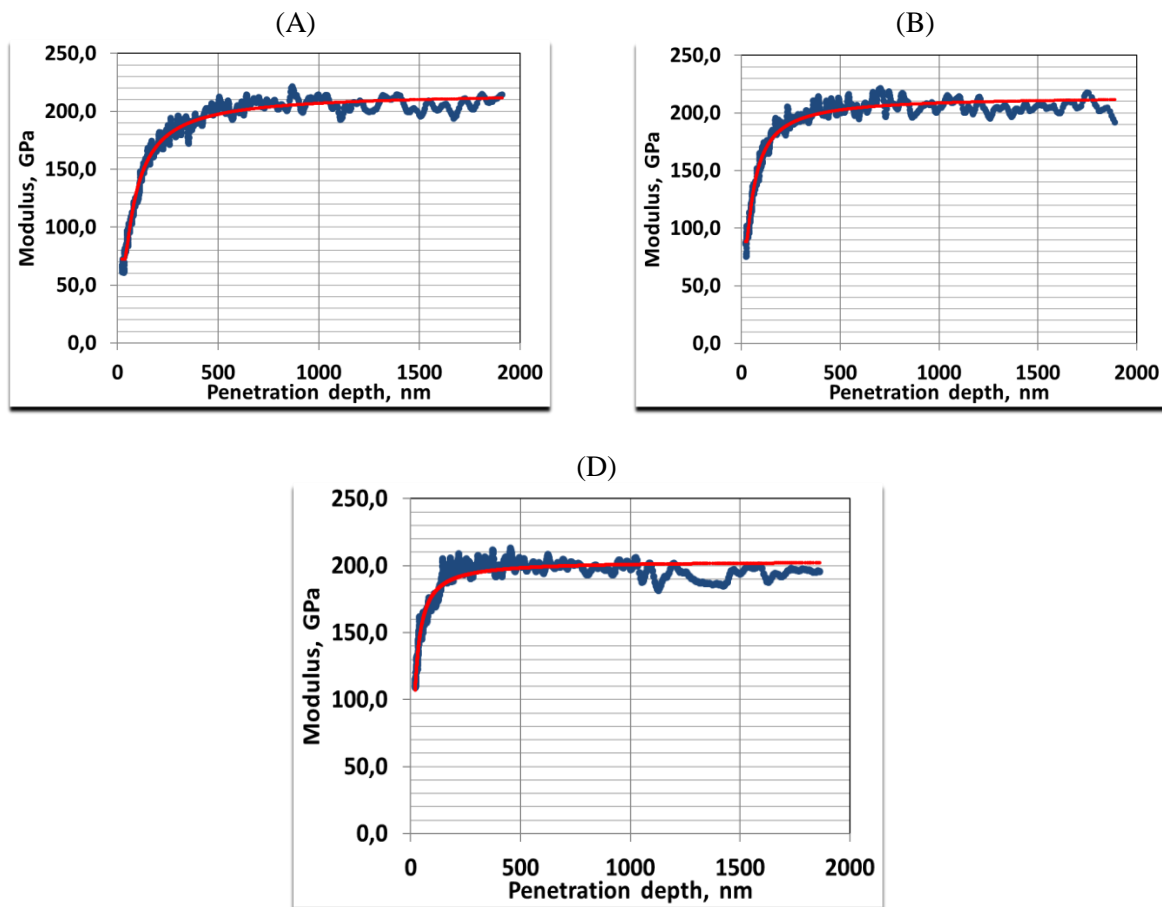


Figure 5.56 : Evolution du module d'Young en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans les couches d'or pour les échantillons A, B, D.

Tableau 4.23 : Résultats d'indentation pour les échantillons A, B et C.

Echantillon	Module d'Young (GPa)
A	78
B	87
C	85

Avec la technique de la nanoindentation, l'effet du substrat lorsque la profondeur de pénétration de l'indenteur dépasse 10 % de l'épaisseur de la couche d'or devient plus apparent et il a une influence considérable sur les résultats (fig 5.56), ce qui explique la surestimation des modules d'Young par rapport à la méthode IDT-HFSAW. Il est difficile de voir l'effet d'échelle (épaisseur) des couches minces d'or sur la valeur du module d'Young. La méthode IDT-HFSAW a démontrée sa capacité à estimer l'évolution du module d'Young des couches d'or avec l'épaisseur et aucune déformation plastique est nécessaire.

4.14 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons effectué la caractérisation de couches métalliques avec la méthode IDT-HFSAW et à l'aide de la méthode d'inversion. Nous avons, au préalable, décrit la méthode utilisée pour obtenir les vitesses de phase des SAW dans les structures de type couche sur substrat ainsi que l'influence des paramètres des matériaux impliqués sur les courbes de dispersion. Par ailleurs afin d'obtenir les vitesses avec plus de précision, nous avons déterminé les paramètres de mesures optimaux avec la méthode Slant-Stack. Ces études nous ont permis d'obtenir des courbes de dispersions expérimentales des SAW avec précision. L'inversion effectuée sur ces courbes a permis de déterminer les paramètres élastiques des échantillons composés d'une couche d'or déposée sur substrat de silicium mais aussi l'épaisseur des couches. Des couches d'or d'épaisseurs allant de 50 à 400 nm ont été étudiées. Les épaisseurs obtenues ont été comparées à celles obtenues par profilométrie. Il a été montré que les SAW devaient être générés sur une gamme de fréquences suffisamment élevée pour que les ondes soient sensibles aux dépôts minces, entre 20 MHz et 260 MHz où l'atténuation est raisonnable et où des mesures peuvent donc être effectuées sur 20 mm de longueur de propagation des SAW. De plus, grâce au phénomène de dispersion, on obtient des variations importantes de la vitesse de phase, ce qui permet de mener à bien l'inversion. Les épaisseurs, ainsi que les paramètres élastiques des couches d'or et du substrat de silicium, ont pu être estimés.

5 **Chapitre 5 : Caractérisation des couches métalliques ultraminces uniformes et déposées sous forme d'îlots.**

Table des matières

5.1	Introduction.....	142
5.2	Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques (Au, Ti, Cr) de 20 nm et 50 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW	143
5.3	Caractéristiques des échantillons.....	143
5.4	Optimisation des paramètres de balayage (L, Δx) pour l'obtention des courbes de dispersion dans la direction [110] pour les échantillons avec des couches de 20 nm et 50 nm de Chrome.....	145
5.4.1	Effet de la longueur du B-scan sur les courbes de dispersion	145
5.4.2	Effet du pas d'échantillonnage Δx sur une même distance de balayage L sur les courbes de dispersion	147
5.4.3	Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction [110] sur la bande de fréquences [90-260] MHz.....	148
5.4.4	Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction [112] sur la bande de fréquences [90-260] MHz	149
5.4.4.1	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces en Chrome dans les deux directions de propagation [110] et [112].....	150
5.4.5	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces de Titane dans les deux directions de propagation [110] et [112].....	154
5.4.6	Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques en Or de 20 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW	157
5.4.6.1	Résultats d'inversion – direction de propagation [110]	157
5.4.6.2	Résultats d'inversion – direction de propagation [112]	159
5.5	Les couches ultraminces discontinues déposées sous forme d'îlots sur la surface d'un substrat	161
5.6	Caractérisation ultrasonore par ondes acoustiques de surface de nanostructures déposées sous forme d'îlots sur un substrat	162
5.7	Travail expérimental.....	163
5.7.1	Méthode de dépôt d'îlots d'Or sur le substrat de silicium (100).....	163
5.7.1.1	Microscopie électronique à balayage (MEB)	165
5.8	Estimation de la densité effective et le module d'Young effectif des îlots d'Or avec la méthode IDT-HFSAW	166
5.8.1	Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6) ...	166

5.8.1.1	Estimation de la densité effective et du module d'Young effectif des îlots d'Or d'épaisseur 10 nm (E1)	167
5.8.1.1.1	Estimation du taux de porosité	170
5.8.1.2	Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6)	170
5.9	Traitement des images MEB avec le logiciel ImageJ	173
5.10	Conclusion	174

5.1 Introduction

Les couches ultraminces nanométriques sont également largement utilisées en nanoscience. L'utilisation de films minces de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur nécessite une connaissance approfondie de leurs propriétés élastiques. L'évaluation des propriétés élastiques et dimensionnelles des couches minces de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur reste un défi pour les méthodes traditionnelles utilisant des essais mécaniques. La capacité de la méthode IDT-HFSAW à estimer le module d'Young et l'épaisseur des couches très fines (Au, Cr, Ti) ayant une épaisseur d'environ 20 nm est démontré dans ce chapitre. Le module d'Young et l'épaisseur de ces couches ultraminces sont des propriétés importantes car ils sont appliqués pour la protection des matériaux de la corrosion, l'oxydation et l'usure, ou pour obtenir des propriétés tribologiques particulières comme la réduction du coefficient de frottement.

Les propriétés mécaniques des couches minces étant fortement affectées par leur épaisseur, des techniques sont développées pour leur caractérisation [Whitehouse, 2003]. En particulier pour les films d'épaisseur nanométriques, les propriétés du film peuvent devenir significativement différentes du même matériau massif. Tout comme la dureté des matériaux massifs peut varier en fonction de la taille des grains, les films minces peuvent présenter un comportement différent à des épaisseurs décroissantes.

Potentiellement, les ondes acoustiques de surface (SAW) permettent d'étudier les propriétés mécaniques des films très minces, car la concentration de leur énergie dans la zone proche de la surface dépend de la fréquence. Avec l'augmentation de la fréquence des SAW, l'énergie est concentrée plus près de la surface. Par conséquent, l'influence des propriétés élastiques et l'épaisseur du film sur la vitesse des SAW augmente également [Farnell et Adler, 1972], [Hurley, 2001], [Chilla, 2001], [Njeh, 2002]. Par ailleurs, nous avons déjà montré que la longueur d'onde des SAW pouvait être bien supérieur vis-à-vis de l'épaisseur des couches à caractériser et avoir malgré tout un effet significatif en termes de dispersion des SAW.

Dans ce chapitre, des couches ultraminces discontinues (îlots) déposées sur des substrats de silicium (100) sont étudiées. Pour les matériaux dont au moins une des dimensions est réduite à l'échelle nanométrique, leurs propriétés physiques sont modifiées par rapport à celles du matériau massif. Il peut alors apparaître de nouveaux effets du point de vue électronique, optique, optoélectronique ou magnétique. Ces nouveaux matériaux sont extrêmement intéressants tant pour la recherche fondamentale que pour les applications technologiques potentielles. Il est donc important de maîtriser la réalisation de ces nanostructures à la fois pour étudier leurs propriétés et pour les utiliser dans de futures applications. A titre d'exemple, dans le domaine du magnétisme, l'augmentation des densités de stockage de l'information nécessite l'élaboration de nanostructures de plus en plus denses, ce qui représente un défi tant du point de vue de l'élaboration des matériaux que de la maîtrise de leurs propriétés magnétiques. Dans ce chapitre, des couches ultraminces d'or déposées sous forme d'îlots sur

un substrat de silicium (100) ont été étudiées. Les densités effectives et les modules d'Young effectifs ainsi que le taux de porosité ont été estimés avec la méthode IDT-HFSAW pour deux séries d'échantillons, la première est constituée de 3 échantillons avec des épaisseurs de 10 nm d'îlots d'or, et la deuxième est constituée de 3 échantillons avec des épaisseurs de 5 nm d'îlots. Les résultats obtenus ont montré l'influence des conditions expérimentales (tension de l'anode, angle d'inclinaison,...) sur les propriétés mécaniques (densité, module d'Young, porosité) de la couche sous forme des îlots d'or déposée sur un substrat de silicium (100). La capacité et la fiabilité de la méthode IDT-HFSAW à caractériser des couches ultraminces discontinues a été démontrée. Pour corréler les résultats estimés avec la méthode IDT-HFSAW, les clichés MEB correspondant à chaque échantillon ont été traités avec le logiciel ImageJ pour estimer la fraction surfacique occupée par les îlots d'or sur la surface des wafers de silicium (100).

5.2 Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques (Au, Ti, Cr) de 20 nm et 50 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW

Les ondes de surface de type Rayleigh sont très sensibles aux couches minces, ce qui a déjà été démontré pour les couches minces d'Or d'épaisseur allant de 50 nm à 400 nm. Dans cette partie, des films ultraminces (Cr, Ti, Au) avec une épaisseur de 20 nm et 50 nm ont été déposés sur un substrat de silicium (111). L'exigence de précision des instruments de mesures et les conditions de mesures, telles que la bande de fréquence utilisée, les paramètres du B-scan (longueur (L) et pas (Δx)) sont discutés en vue des essais de caractérisation des couches très fines. Pour corroborer ces observations et les résultats d'inversion, deux directions ($[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$) de propagation ont été envisagées pour lesquelles, compte tenu de l'anisotropie du substrat de silicium (111), les vitesses de propagation des SAW sont de 4543 (m/s) et 4738 (m/s) respectivement.

Le vibromètre *Polytec UHF – 120*, utilisé avec le protocole expérimental décrit au chapitre 3, permet la détection des ondes ultrasonores de surface jusqu'à une fréquence de 1.2 GHz, ce qui permet de pouvoir mesurer les propriétés des couches très minces. Pour des épaisseurs ultrafines (de l'ordre de 20 nm), l'effet de dispersion n'est visible clairement qu'à partir de 200 MHz. Pour la réalisation de cette étude, cinq échantillons (E, F, G, H, I) sont élaborés. Les caractéristiques de ces échantillons seront détaillées dans la section suivante.

5.3 Caractéristiques des échantillons

Les échantillons fabriqués ont les caractéristiques suivantes (voir figure 5.1) et tableau 5.1 :

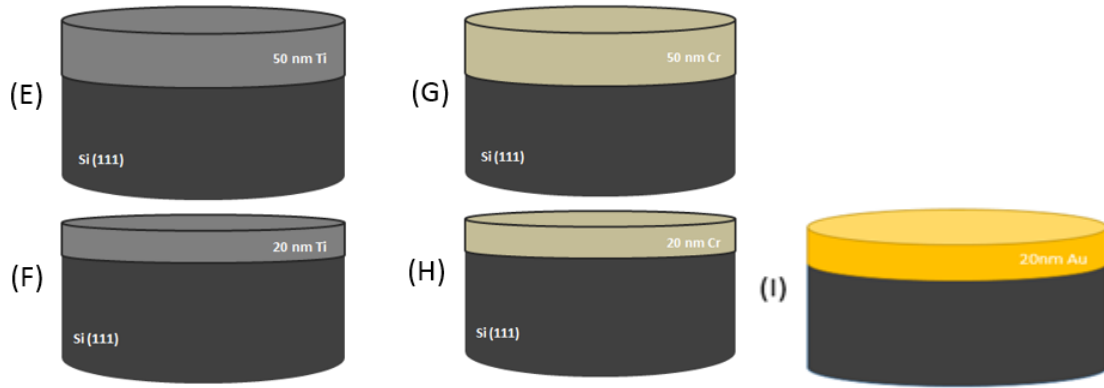


Figure 5.1 : Echantillons E, F, G, H et I réalisés par évaporation dans la salle blanche du LCI-IEMN.

Tableau 5.1 : Caractéristiques des échantillons élaborés.

Echantillon	Substrat	Épaisseur-couche mince
E	Si (111)	50 nm Ti
F	Si (111)	20 nm Ti
G	Si (111)	50 nm Cr
H	Si (111)	20 nm Cr
I	Si (111)	20 nm Au

Comme vu dans le deuxième chapitre, les différents échantillons réalisés au cours de nos travaux respectent les conditions de « Loading », voir figure 2.15 (chapitre 2) et tableau 5.2 et 5.3. Les pentes des courbes de dispersion obtenues seront donc négatives.

Tableau 5.2 : Vitesses longitudinales et transversales des différents matériaux.

Matériau	V_t [m/s]	V_l [m/s]	ρ [m/s]	E (GPa)	ν
Silicium (111) [11$\bar{2}$]	5139	9100	2330	155.79	0.266
Silicium (111) [1$\bar{1}0$]	4933	8650.5	2330	142.77	0.26
Chrome	4004	6609	7190	278.9	0.21
Titane	3123	6069	4506	116	0.32
Or	3212	1193	19300	78	0.42

Tableau 5.3 : Rapport des vitesses transversales couche (V'_t)/substrat(V_t).

Echantillon	Cr/Si (111) [1 $\bar{1}0$]	Cr/Si (111) [11 $\bar{2}$]	Ti/Si (111)[1 $\bar{1}0$]	Ti/Si (111) [11 $\bar{2}$]
$\frac{V'_T}{V_T}$	0.81	0.78	0.63	0.6
$\frac{\rho'}{\rho}$	3.08	3.08	1.93	1.93

Pour faire cette étude on place l'échantillon à caractériser sur la table de déplacement micrométrique, dans un premier temps de sorte que le méplat primaire de l'échantillon soit parallèle aux doigts du

transducteur lors du contact transducteur-échantillon. Dans cette configuration, l'onde acoustique de surface générée par le transducteur [90-260] MHz est transmise sur l'échantillon et elle se propage dans la direction $[1\bar{1}0]$ (fig 5.2), puis on tourne l'échantillon de 90° degrés pour faire propager l'onde acoustique de surface dans la direction $[11\bar{2}]$.

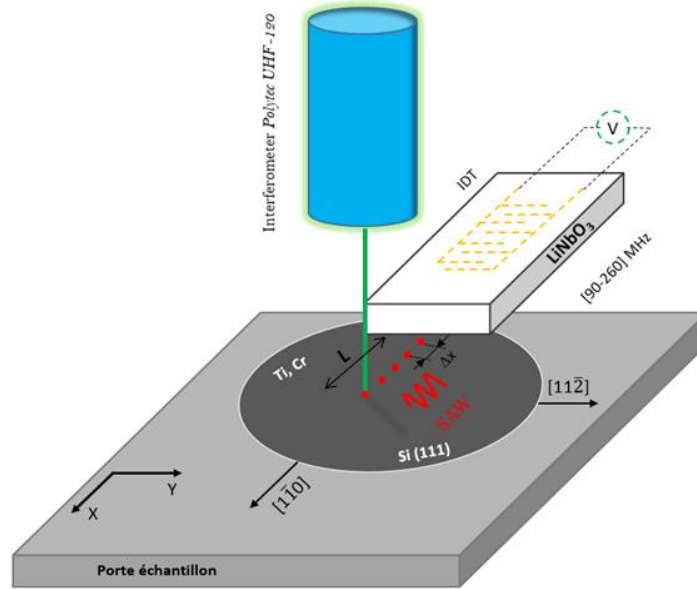


Figure 5.2 : Schéma du protocole de mesure.

5.4 Optimisation des paramètres de balayage (L , Δx) pour l'obtention des courbes de dispersion dans la direction $[1\bar{1}0]$ pour les échantillons avec des couches de 20 nm et 50 nm de Chrome

Pour évaluer avec une grande précision l'effet des couches minces de Chrome (échantillons G et H) sur la dispersion des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh dans la gamme de fréquences [90- 260] MHz, l'augmentation de la distance de propagation des SAW à 33 mm et le nombre de points de scan (échantillonnage) est nécessaire. De plus il est important d'améliorer le rapport signal/bruit en appliquant une moyenne des signaux supérieure à 70 fois, ceci permet de réduire l'incertitude de la mesure. Enfin, les courbes de dispersion expérimentales ont été calculées à l'aide de la transformée de Slant-Stack avec un nombre de points de scan $N > 900$ pour la couche de 20 nm de Chrome et Titane.

5.4.1 Effet de la longueur du B-scan sur les courbes de dispersion

Pour montrer l'importance de la longueur du B-scan et son effet sur les courbes de dispersion expérimentales mesurées (fig 5.3), plusieurs essais ont été réalisés. Le pas Δx des points du B- scan est le même lors des essais sur l'échantillon concerné, par contre on change la distance totale de balayage L . Les différentes caractéristiques du B-scan spécifique à chaque échantillon sont présentées sur le tableau 5.4.

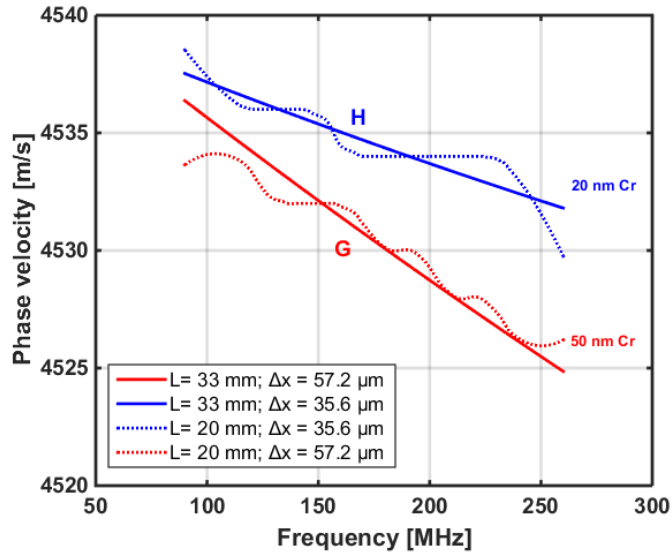


Figure 5.3 : Effet de la longueur du B-scan sur l'incertitude (la précision) de la courbe de dispersion mesurée pour les films de 20 et 50 nm de Chrome déposés sur Si (111).

Tableau 5.4 : Paramètres du B-scan, influence la longueur du B-scan.

Echantillon	L [mm]	Δx [μm]	Nombre de points
G (50 nm Cr)	33	57.2	577
	20	57.2	349
H (20 nm Cr)	33	35.6	927
	20	35.6	561

La figure 5.3, montre clairement l'importance d'augmenter la distance de propagation du premier mode de Rayleigh dans la gamme de fréquence [90-260] MHz sur les couches minces de Chrome 20 nm et 50 nm. L'augmentation de la longueur de mesure (distance de propagation des SAW) permet d'obtenir une courbe de dispersion avec plus de précision et de voir clairement l'effet de la couche mince sur la pente des courbes de dispersion. La figure 5.4 donne un exemple de quelques signaux de déplacements acquis sur l'échantillon 50 nm Cr / Si (111), ainsi que le spectre moyen correspondant. Les caractéristiques du B-scan sont : longueur $L = 33$ mm le long de la direction $[1\bar{1}0]$ avec un pas d'échantillonnage $\Delta x = 57.2$ μm .

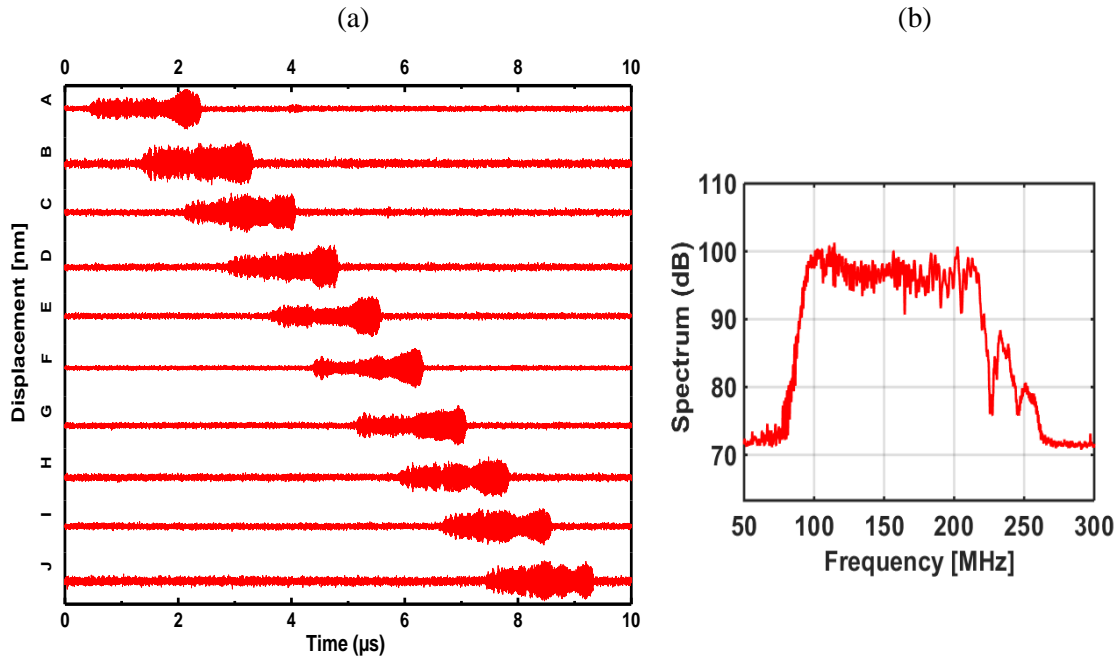


Figure 5.4 : (a) Quelques signaux de déplacements de l'onde de Rayleigh [90 – 260] MHz correspondants à différentes distances de propagation sur la couche mince 50 nm de Chrome (le signal A est détecté à $X = 0$, le signal J à $X = 33$ mm). (b) Spectre fréquentiel moyen pour l'ensemble des 577 points de mesure.

5.4.2 Effet du pas d'échantillonnage Δx sur une même distance de balayage L sur les courbes de dispersion

Pour montrer l'importance du nombre de points du B-scan et son effet sur les courbes de dispersion expérimentales mesurées (fig 5.5), plusieurs essais ont été réalisés. La longueur L du B-scan est la même lors des essais sur l'échantillon concerné, par contre on change le nombre de points, donc Δx . Les différentes caractéristiques du B-scan spécifique à chaque échantillon sont présentées sur le tableau 5.5.

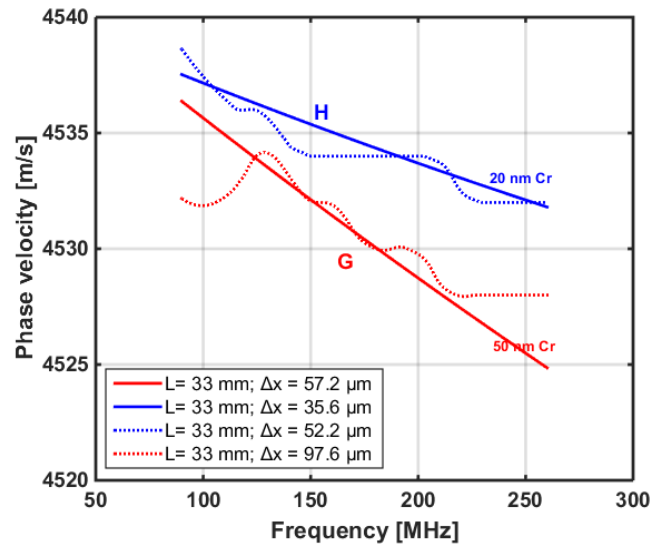


Figure 5.5 : Effet du nombre de points (pas Δx) du B-scan sur l'incertitude (la précision) de la courbe de dispersion mesurée pour les couches de 20 et 50 nm de Chrome déposés sur Si (111).

Tableau 5.5 : Paramètres du B-scan, influence du nombre de points (Δx) du B-scan.

ep	L [mm]	Δx [μm]	Nombre de points
50 nm Cr	33	57.2	577
	33	97.6	338
20 nm Cr	33	35.6	927
	33	52.2	634

De la figure 5.5, on constate que le nombre de points N du B-scan a un effet presque similaire à celui de la longueur L (distance de propagation des SAW) sur les courbes de dispersion expérimentales. Pour la suite, les différentes mesures seront réalisées dans les deux directions cristallographiques $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ du silicium (111). Les caractéristiques du B-scan utilisées pour mesurer les différentes courbes de dispersion sont résumées dans le tableau 5.6.

Tableau 5.6 : Paramètres choisis du B-scan.

ep	L [mm]	Δx [μm]	Nombre de points
50 nm	33	57.2	577
20 nm	33	35.6	927

5.4.3 Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction $[1\bar{1}0]$ sur la bande de fréquences [90-260] MHz

Sur la figure 5.6, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées dans la gamme de fréquences [90- 260] MHz pour les 4 échantillons (E, F, G, H) dans la direction $[1\bar{1}0]$ sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion du premier mode de Rayleigh augmente à mesure que l'épaisseur du film augmente.

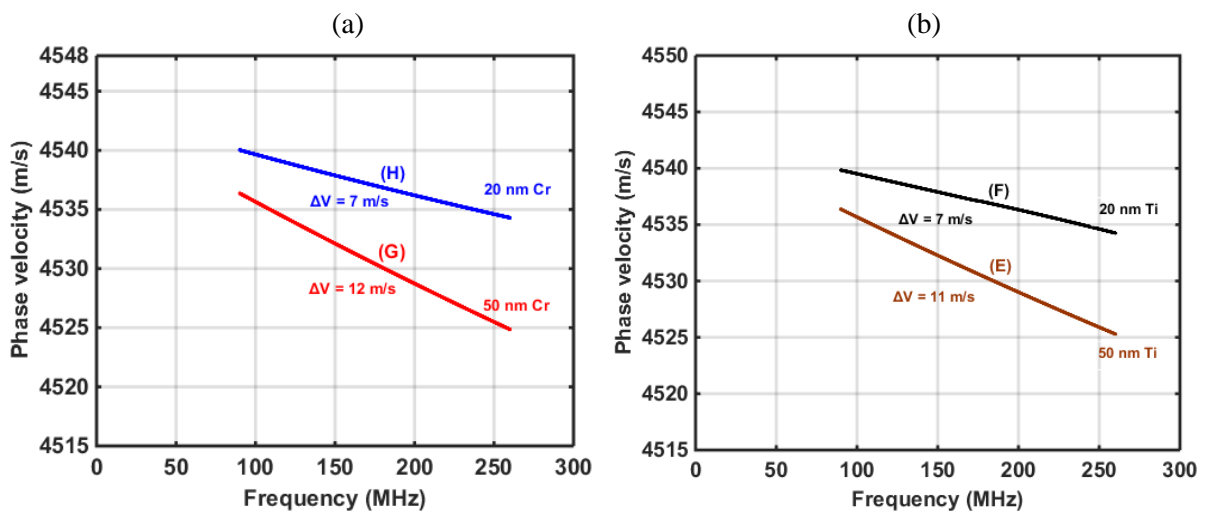


Figure 5.6 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E, F, G, H) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$. (a) pour les couches minces 20 et 50 nm de Chrome (b) pour les couches minces 20 et 50 nm de Titane.

Tableau 5.7 : variation de la vitesse de phase sur la bande [20-260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$ du silicium (111).

Echantillon	Épaisseur du film [nm]	ΔV [m/s]
G	50 nm Cr	12
H	20 nm Cr	7
E	50 nm Ti	11
F	20 nm Ti	7

La figure 5.6 et le tableau 5.7 montrent que la dispersion des SAW dans la gamme de fréquence [90- 260] MHz dépend de l'épaisseur et des propriétés du film mince de Chrome et Titane. Plus le film est épais, plus la variation de la vitesse de phase des SAW est importante dans la gamme de fréquences [90- 260] MHz.

5.4.4 Courbes de dispersion expérimentales obtenues pour les échantillons (E, F, G, H) dans la direction $[11\bar{2}]$ sur la bande de fréquences [90-260] MHz

Sur la figure 5.7, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées dans la gamme de fréquences [90- 260] MHz pour les 4 échantillons (E, F, G, H) dans la direction $[11\bar{2}]$ sont représentées.

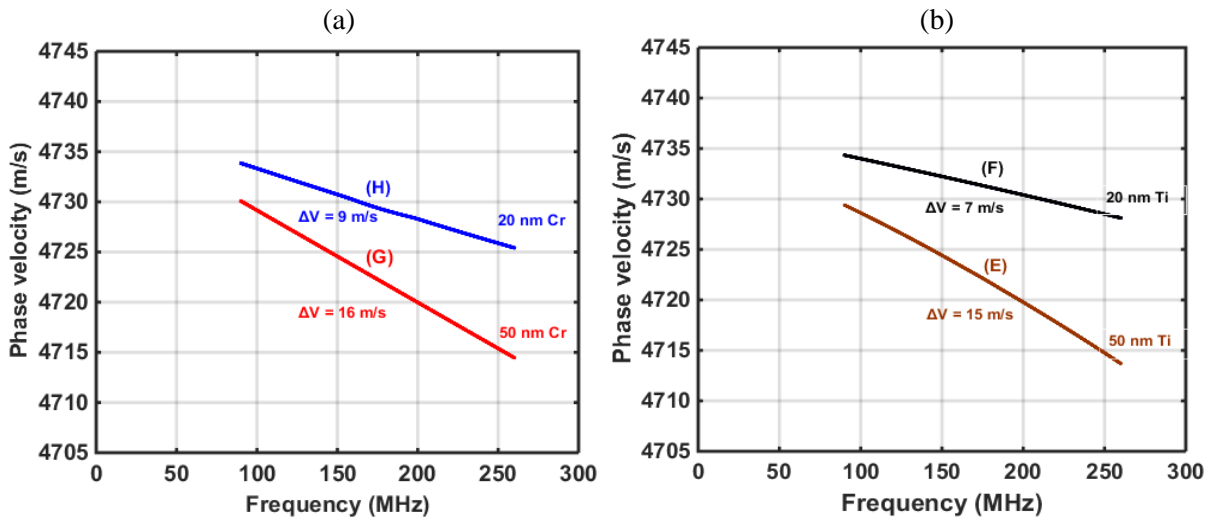


Figure 5.7 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E, F, G, H) sur la bande de fréquences [90-260] MHz dans la direction $[1\bar{1}0]$. (a) pour les couches minces 20 et 50 nm de Chrome (b) pour les couches minces 20 et 50 nm de Titane.

Tableau 5.8 : variation de la vitesse de phase sur la bande [20-260] MHz dans la direction $[11\bar{2}]$ du silicium (111).

Echantillon	Épaisseur du film [nm]	ΔV [m/s]
G	50 nm Cr	16
H	20 nm Cr	9
E	50 nm Ti	15
F	20 nm Ti	7

La figure 5.7 et le tableau 5.8 montrent que la dispersion des SAW dans la gamme de fréquence [90- 260] MHz dépend de l'épaisseur et des propriétés du film mince de Chrome et Titane. Plus le film est épais, plus la variation de la vitesse de phase des SAW est importante dans la gamme de fréquences [90- 260] MHz. La dispersion est plus importante dans la direction $[11\bar{2}]$ par rapport à la direction $[1\bar{1}0]$, car les propriétés du substrat de silicium dépendent de la direction à cause de son anisotropie.

5.4.4.1 Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces en Chrome dans les deux directions de propagation $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$

Sur les figures 5.8 et 5.9, sont présentées les courbes de dispersion expérimentale (lignes continues) pour les échantillons (G et H) ayant des épaisseurs supposées de 20 et 50 nm de chrome pour une propagation des ondes dans la direction $[1\bar{1}0]$ (figure 5.8 (a) et 5.9 (a)) et dans la direction $[11\bar{2}]$ (figure 5.8 (b) et 5.9 (b)) avec la possibilité de caractériser les épaisseurs et les modules d'Young des couches de chrome.

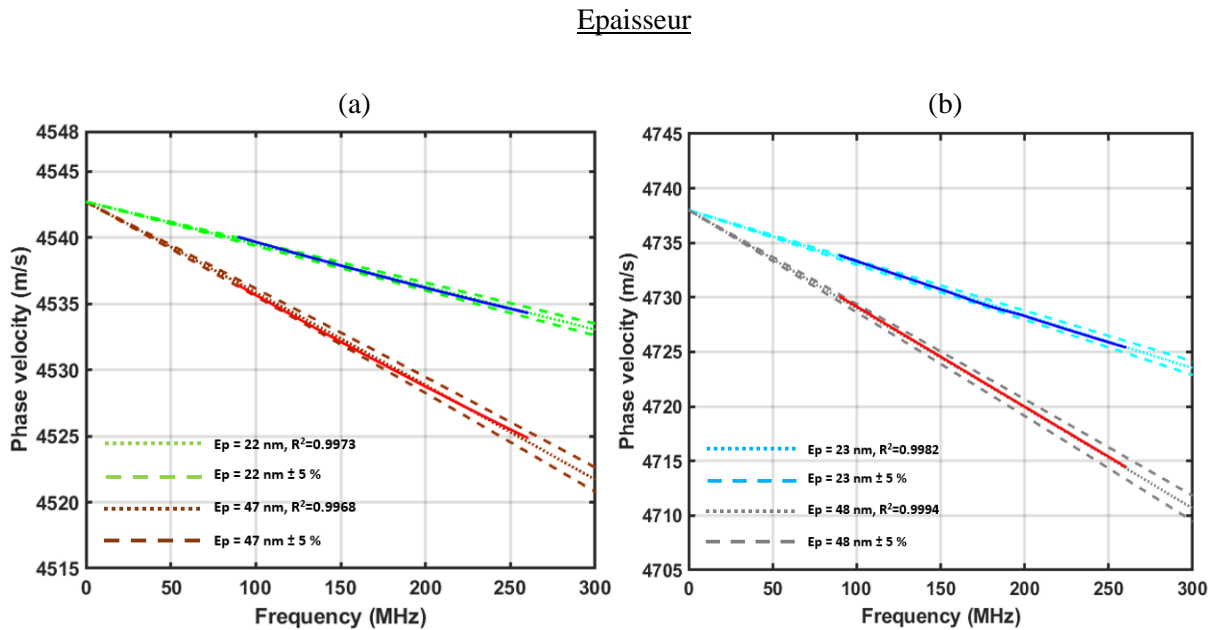


Figure 4.8 : Détermination des épaisseurs par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée). La zone délimitée par les courbes (tirets) montre une erreur de $\pm 5\%$ sur l'épaisseur. Résultats d'inversion sur l'épaisseur (a) dans la direction $[1\bar{1}0]$, (b) dans la direction $[11\bar{2}]$.

Module d'Young

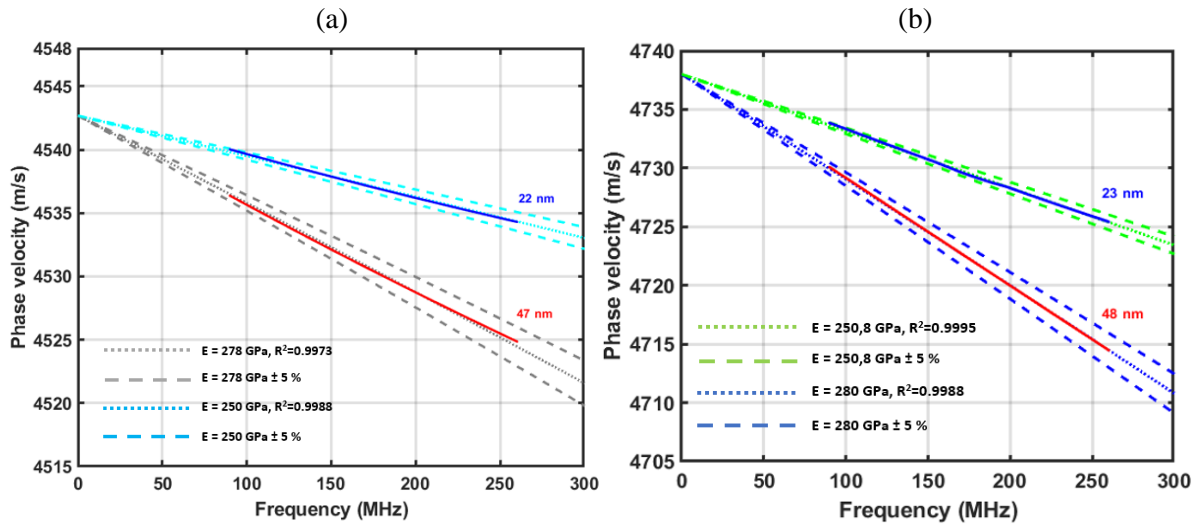


Figure 5.9 : Détermination des modules d'Young par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée). La zone délimitée par les courbes (tirets) montre une erreur de $\pm 5\%$ sur le module d'Young. Résultats d'inversion sur le module d'Young(a) dans la direction $[1\bar{1}0]$, (b) dans la direction $[11\bar{2}]$.

A partir des courbes de dispersion expérimentales obtenues entre 90 et 260 MHz, par inversion, il a été recherché les caractéristiques en termes d'épaisseur de couches. Cette recherche est réalisée pour des épaisseurs comprises entre [10-30] nm et [40-60] nm avec un pas de 1 nm. Les résultats d'inversion ont fournis des épaisseurs de 22 nm et 23 nm pour la couche de 20 nm et de 47 nm et 48 nm pour la couche de 50 nm dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ respectivement. Enfin, afin de mettre en lumière l'intérêt de la haute fréquence, il a été tracé (lignes en tirets) les courbes de dispersion théoriques entre $\pm 5\%$ en épaisseur. Cela montre que pour une épaisseur de 50 nm et pour des fréquences inférieures à 150 MHz, il est assez difficile de distinguer une épaisseur à 5% près. Pour une épaisseur de 20 nm, il est nécessaire de dépasser les 200 MHz pour réussir à faire cette distinction. Ensuite Par inversion, il a été recherché les caractéristiques en termes de module d'Young. Cette recherche est réalisée pour des modules d'Young compris entre 240 et 320 GPa avec un pas de 0.1 GPa. Les résultats d'inversion ont fournis un module d'Young de 250 GPa et 250.8 GPa pour la couche de 20 nm et de 278 GPa et 280 GPa pour la couche de 50 nm dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ respectivement. Enfin, afin de mettre en lumière l'intérêt de la haute fréquence, il a été tracé (pointillés par traits) les courbes de dispersion théoriques entre $\pm 5\%$ en terme de module d'Young. Cela montre que pour une épaisseur d'environ 50 nm et pour des fréquences inférieures à 150 MHz, il est assez difficile de distinguer un module d'Young à 5% près. Pour une épaisseur de 20 nm, il est nécessaire de dépasser les 200 MHz pour réussir à faire cette distinction.

Le tableau 5.9 ci-dessous regroupe l'ensemble des propriétés du substrat de silicium (111) dans la direction $[1\bar{1}0]$ et dans la direction $[11\bar{2}]$, ainsi que les épaisseurs et les propriétés mécaniques des 2 échantillons composés de couches minces de chrome, échantillons G et H.

Tableau 5.9 : Caractéristiques dimensionnelles (épaisseur) et mécaniques (E , ν) des différentes couches minces de Chrome.

Couche - substrat	ρ [kg/m ³]	e_p	E [GPa]	ν
Si (111) [$1\bar{1}0$]	2330	3 mm	142.7	0.26
Si (111) [$11\bar{2}$]	2330	3 mm	155.7	0.27
G-50 nm Cr/si (111)[$1\bar{1}0$]	7190	47 nm	278	0.16
G-50 nm Cr/si (111) [$11\bar{2}$]	7190	48 nm	280	0.16
H-20 nm Cr/si (111)[$1\bar{1}0$]	7190	22 nm	250	0.19
H-20 nm Cr/si (111)[$11\bar{2}$]	7190	23 nm	250.8	0.19

Les résultats obtenus en termes d'épaisseur après inversion pour les échantillons (G et H) sont quasiment similaires dans les deux directions de propagation des SAW sur la surface des wafers de silicium (111), dans les directions [$1\bar{1}0$] et [$11\bar{2}$]. A titre d'exemple pour l'échantillon H, l'épaisseur estimée dans la direction [$1\bar{1}0$] est de 22 nm et celle estimée dans la direction [$11\bar{2}$] est de 23 nm, ce qui nous renseigne sur la bonne reproductibilité et la robustesse de la méthode IDT-HFSAW ainsi que sa bonne sensibilité aux propriétés dimensionnelles (épaisseur) des couches. En plus de l'épaisseur de la couche, la méthode montre aussi qu'elle est sensible aux propriétés mécaniques du substrat de silicium (111) en tenant compte de sa structure anisotrope. Les valeurs des modules d'Young et des coefficients de Poisson du substrat sont (142.7 GPa, 0.26) et (155.7 GPa, 0.27), respectivement dans les directions de propagation [$1\bar{1}0$] et [$11\bar{2}$].

Concernant les résultats en termes de module d'Young et coefficient de Poisson des couches ultraminces de Chrome, les valeurs obtenues sur un même échantillon dans les deux directions [$1\bar{1}0$] et [$11\bar{2}$] montrent une très faible différence du module d'Young et un coefficient de Poisson identique. Pour l'échantillon G (50 nm Cr), les valeurs du module d'Young et coefficient de Poisson estimés sont (278 GPa, 0.16) et (280 GPa, 0.16) dans les directions [$1\bar{1}0$] et [$11\bar{2}$], respectivement. Pour l'échantillon H (20 nm Cr), valeurs du module d'Young et coefficient de Poisson estimés sont (250 GPa, 0.19) et (250.8 GPa, 0.19) dans les directions [$1\bar{1}0$] et [$11\bar{2}$], respectivement. Ces résultats montrent ainsi la sensibilité de la méthode IDT-HFSAW aux propriétés élastiques des couches.

La différence enregistrée pour le module d'Young (E) (environ 10 %) entre les deux couches ultraminces de Chrome correspondant aux échantillons (G et H), 278 GPa pour la couche de 50 nm et 250 GPa pour la couche de 20 nm, peut être expliqué par l'effet d'échelle sur les propriétés des couches minces de chrome submicrométriques. Pour étudier la microstructure des couches minces de Chrome, la morphologie de la surface a été imagée à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM). Les images AFM de morphologies de surface et de rugosité de surface pour les échantillons (H - 20 nm Cr et G - 50 nm Cr) sont présentées à la figure 5.10.

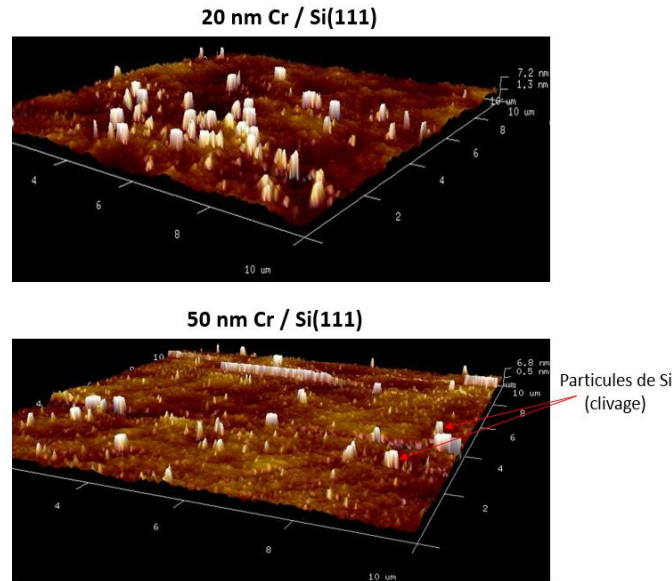


Figure 5.10 : Images 3D de microscopie à force atomique des couches minces de Chrome déposées sur un substrat de silicium (111).

Les deux images AFM présentées dans la figure 5.10 révèlent que la rugosité de surface (R_a) est 0.7 nm pour la couche de Chrome 20 nm, et $R_a = 2.1$ nm pour la couche de 50 nm de Chrome (voir tableau 5.10).

Tableau 5.10 : Valeurs expérimentales pour le paramètre de rugosité R_a des couches minces de Chrome testées.

Echantillon	Rugosité - R_a [nm]
H-20 nm Cr / Si(111)	0.7
G-50 nm Cr / Si(111)	2.1

En ce qui concerne la rugosité de la surface de l'échantillon (H – 20 nm Cr/Si(111)), $R_a = 0.7$, nous renseigne que la surface est lisse et uniforme, ce qui nous amène à dire que les structures granulométriques ne changent pas beaucoup et leur distribution est assez homogène. Pour la rugosité de l'échantillon (G – 50 nm Cr / Si (111)), $R_a = 2.1$ nm, la taille des grains est probablement plus grande que celle dans l'échantillon (H - 20 nm Cr/Si(111)), conduisant à la formation de gros cristaux à la surface d'où une rugosité plus élevée. La taille des grains dans les couches minces devient plus importante lorsque l'épaisseur de la couche mince augmente. La cristallisation augmente lorsque l'épaisseur de la couche mince augmente. Pour une série de mesures sur plusieurs matériaux, l'augmentation de la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille du grain, les autres quantités suivent une relation similaire. Cette relation, connue sous le nom de la relation Hall-Petch est bien établie expérimentalement à partir de la taille de grain millimétrique jusqu'à l'échelle submicronique [SCHIØTZ et JACOBSEN, 2003].

5.4.5 Détermination des épaisseurs et des modules d'Young pour les couches minces de Titane dans les deux directions de propagation $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$

Sur la figure 5.11, sont présentées les courbes de dispersion expérimentale (lignes continues) pour les échantillons (F et E) ayant des épaisseurs supposées de 50 et 20 nm de Titane pour une propagation des ondes dans la direction $[1\bar{1}0]$ (figure 5.11(a) 5.12(a)) et dans la direction $[11\bar{2}]$ (fig 5.11(b) et 5.11(b)) avec la possibilité de caractériser les épaisseurs et les modules d'Young des couche de chrome.

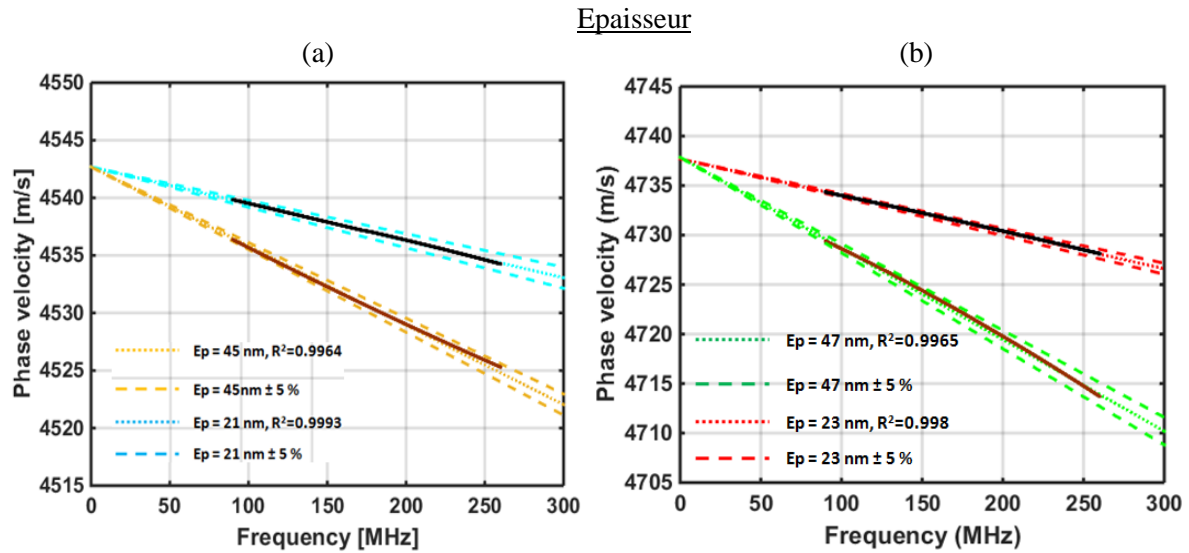


Figure 5.11 : Détermination des épaisseurs par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée). La zone délimitée par les courbes (tirets) montre une erreur de $\pm 5\%$ sur l'épaisseur. Résultats d'inversion sur l'épaisseur (a) dans la direction $[1\bar{1}0]$, (b) dans la direction $[11\bar{2}]$.

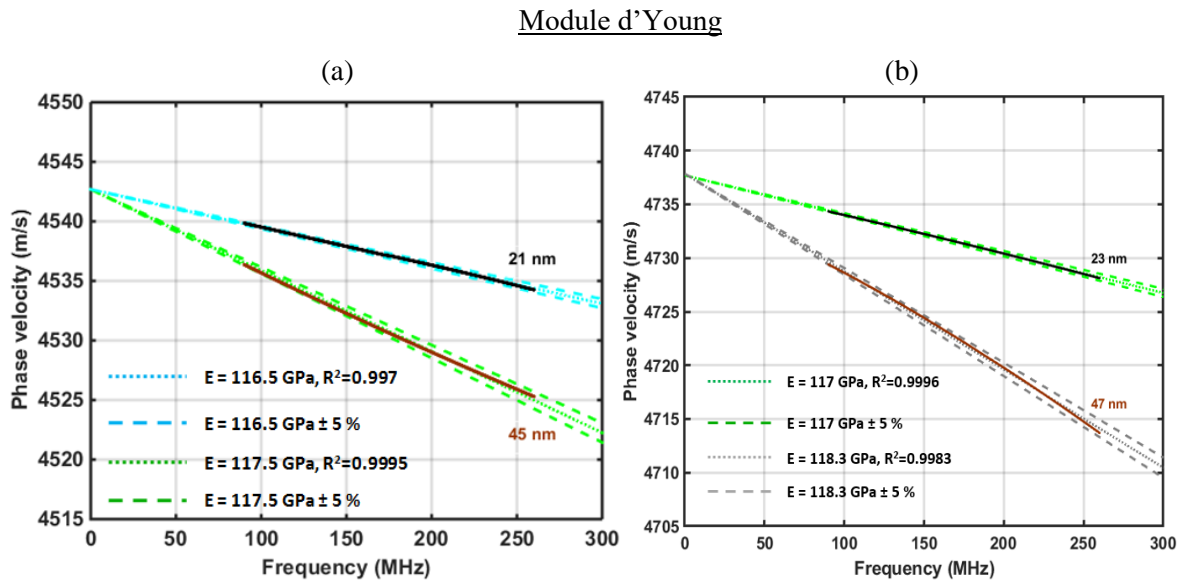


Figure 5.12 : Détermination des modules d'Young par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée). La zone délimitée par les courbes (tirets) montre une erreur de $\pm 5\%$ sur le module d'Young. Résultats d'inversion sur le module d'Young (a) dans la direction $[1\bar{1}0]$, (b) dans la direction $[11\bar{2}]$.

Le tableau 5.11 ci-dessous regroupe l'ensemble des propriétés du substrat de silicium (111) dans la direction $[1\bar{1}0]$ et dans la direction $[11\bar{2}]$, ainsi que les épaisseurs et les propriétés mécaniques des 2 échantillons composés de couches minces de Titane (Ti), échantillons E et F.

Tableau 5.11 : Caractéristiques dimensionnelles (épaisseur) et mécaniques (E , ν) des différentes couches minces de Titane.

Couche - substrat	ρ [kg/m ³]	e_p	E [GPa]	ν
Si (111) $[1\bar{1}0]$	2330	3 mm	142.7	0.26
Si (111) $[11\bar{2}]$	2330	3 mm	155.7	0.27
E-50 nm Ti/si (111) $[1\bar{1}0]$	4510	45 nm	117.5	0.25
E-50 nm Ti/si (111) $[11\bar{2}]$	4510	47 nm	118.3	0.25
F-20 nm Ti/si (111) $[1\bar{1}0]$	4510	21 nm	116.5	0.25
F-20 nm Ti/si (111) $[11\bar{2}]$	4510	23 nm	117	0.25

Les résultats obtenus en termes d'épaisseur après inversion pour les échantillons (E et F) sont quasiment similaires dans les deux directions de propagation des SAW sur la surface des wafers de silicium (111), dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$. A titre d'exemple pour l'échantillon E, l'épaisseur estimée dans la direction $[1\bar{1}0]$ est de 45 nm et celle estimée dans la direction $[11\bar{2}]$ est de 47 nm, ce qui nous renseigne sur la bonne reproductibilité et la robustesse de la méthode IDT-HFSAW ainsi que sa bonne sensibilité aux propriétés dimensionnelles (épaisseur) des couches et la petite différence de 2 nm peut être expliquée par la non uniformité de l'épaisseur sur l'intégralité de la surface du wafer 3 pouces. En plus de l'épaisseur de la couche, la méthode montre aussi qu'elle est sensible aux propriétés mécaniques du substrat de silicium (111) en tenant compte de sa structure anisotrope. Les valeurs des modules d'Young et des coefficients de Poisson du substrat sont (142.7 GPa, 0.26) et (155.7 GPa, 0.27), respectivement dans les directions de propagation $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$.

Concernant les résultats en termes de module d'Young et coefficient de Poisson des couches ultraminces de Titane, les valeurs obtenues sur un même échantillon dans les deux directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ montrent une très faible différence du module d'Young et un coefficient de Poisson identique. Pour l'échantillon E (50 nm Ti), les valeurs du module d'Young et coefficient de Poisson estimés sont (117.5 GPa, 0.25) et (118.3 GPa, 0.25) dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$, respectivement. Pour l'échantillon F (20 nm Cr), valeurs du module d'Young et coefficient de Poisson estimés sont (116.5 GPa, 0.25) et (117 GPa, 0.25) dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$, respectivement. Ces résultats montrent ainsi la sensibilité de la méthode IDT-HFSAW aux propriétés élastiques des couches ultraminces de Titane.

Contrairement aux couches ultraminces de Chrome (échantillons G et H), dans le cas du Titane on ne constate pas une grande différence en termes de module d'Young entre l'échantillon E et F malgré la différence d'épaisseur.

Pour étudier la microstructure des couches minces de Titane, la morphologie de la surface a été imagée à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM). Les images AFM de morphologies de surface et de rugosité de surface pour les échantillons (F - 20 nm Ti et E - 50 nm Ti) sont présentées à la figure 5.13

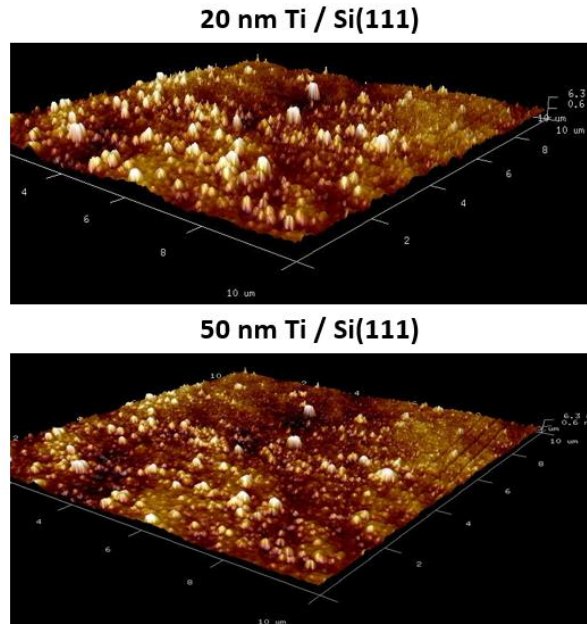


Figure 5.13 : Images 3D de microscopie à force atomique des couches minces de Chrome déposées sur un substrat de silicium (111).

Les deux images AFM présentées dans la figure 5.13 révèlent que la rugosité de surface (R_a) est 0.8 nm pour la couche de Chrome 20 nm, et $R_a = 0.9$ nm pour la couche de 50 nm de Chrome (voir tableau 5.12).

Tableau 5.12 : Valeurs expérimentales pour le paramètre de rugosité R_a des couches minces de Titane testées.

Echantillon	Rugosité - R_a [nm]
F-20 nm Ti/ Si(111)	0.8
E-50 nm Ti / Si(111)	0.9

En ce qui concerne la rugosité des deux surfaces des échantillons E (50 nm Ti / Si), F (20 nm Ti / Si), $R_a = 0.8$ pour la couche de 20 nm et $R_a = 0.9$ pour la couche de 50 nm, nous renseigne que la surface est lisse et uniforme pour les deux échantillons, ce qui nous amène à dire que les structures granulométriques ne changent pas beaucoup et leur distribution est assez homogène pour les deux épaisseurs 20 nm et 50 nm de titane. Contrairement aux couches minces de chrome, les propriétés mécaniques (module d'Young) sont quasi similaires pour les deux épaisseurs de Titane, 20 nm et 50 nm.

5.4.6 Caractérisation mécanique et dimensionnelle de film minces métalliques en Or de 20 nm d'épaisseur avec la méthode IDT-HFSAW

Dans cette partie, l'échantillon (I) décrits précédemment (20 nm Au / Si(111)) est caractérisé avec une bande de fréquences allant de 90 MHz à 260 MHz dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ du Silicium (111). L'épaisseur supposée (estimées à partir du temps de dépôt par évaporation) de la couche minces d'Or est de 20 nm. Afin d'obtenir les courbes de dispersion, un B-scan (445 points, $L = 30$ mm), avec un pas $\Delta x = 67.4 \mu\text{m}$) le long des directions X et Y (voir figure 5.2) a été réalisé. La détection de l'onde en chaque point se fait par le biais d'un vibromètre laser Polytec UHF-120. Les courbes de dispersion expérimentales ont été calculées en utilisant la transformée de Slant-Stack sur l'ensemble des signaux acquis lors du B-scan. La figure 5.14 montre quelques signaux temporels mesurés après différentes distances de propagation sur l'échantillon I (20 nm Au / Si(111) $[1\bar{1}0]$), la propagation se fait sur une distance de 30 mm. Le premier mode de Rayleigh est clairement observé sur la figure 5.14.

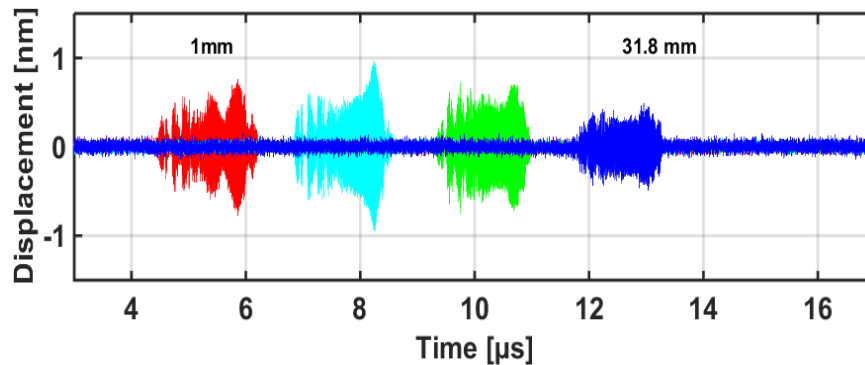


Figure 5.14 : Dispersion du premier mode de Rayleigh détecté à la surface de l'échantillon I (20 nm Au/substrat de silicium pour différentes distances de propagation). La mesure a été effectuée dans la direction $[1\bar{1}0]$.

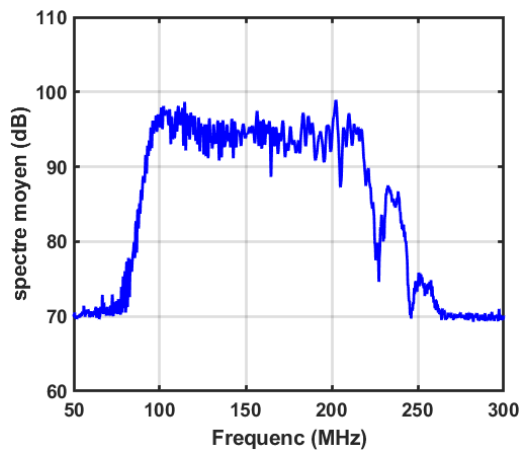


Figure 5.15 : Spectre fréquentiel moyen pour l'ensemble des points de mesure.

5.4.6.1 Résultats d'inversion – direction de propagation $[1\bar{1}0]$

Pour évaluer les propriétés de la couche mince et du substrat, une routine d'inversion doit être respectée (décrite précédemment). L'ensemble des figures ci-dessous (voir figure 5.16) illustrent les étapes

d'optimisation de la routine d'inversion pour l'exemple 20 nm d'Or déposé sur un substrat de silicium (111) - échantillon (I), et la propagation des SAW se fait selon la direction $[1\bar{1}0]$.

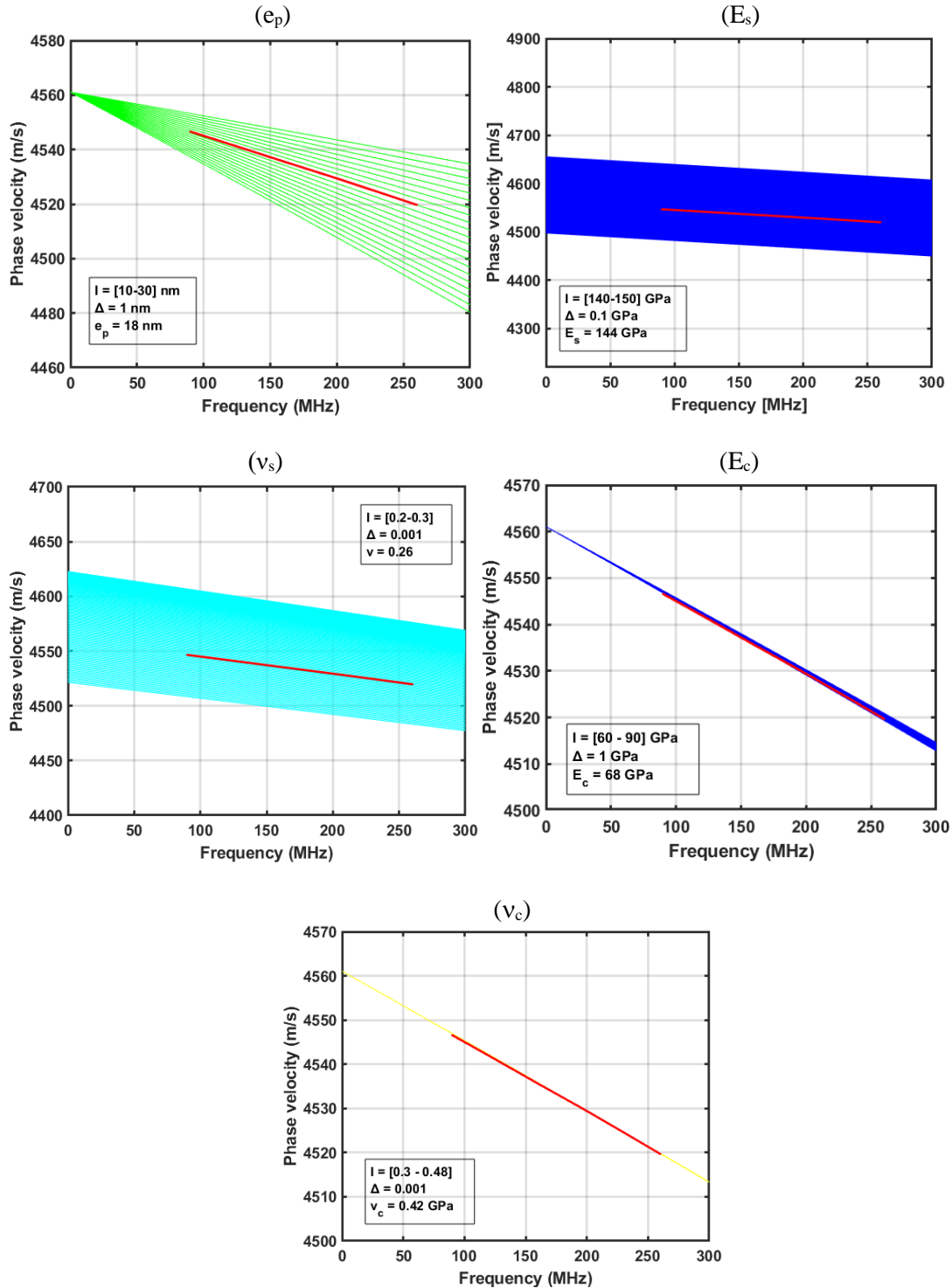


Figure 5.16 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche mince d'Or et du substrat dans la direction $[1\bar{1}0]$.

Le tableau 5.13 regroupe l'ensemble des propriétés estimées pour le substrat et la couche d'or dans la direction $[1\bar{1}0]$.

Tableau 5.13 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles estimées par inversion pour l'échantillon (I).

Echantillon (I)	Intervalle	Valeur estimée
e_p [nm]	[10 - 30]	18
E_s [GPa]	[140 - 150]	144
v_s	[0.2 - 0.3]	0.26
E_c [GPa]	[60 - 90]	68
v_c	[0.3 - 0.48]	0.42

La combinaison des paramètres estimés pour le substrat et la couche mince d'Or permet d'obtenir la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement, le résultat est représenté sur la figure 5.17, la courbe théorique est en pointillés et la courbe expérimentale en ligne continue.

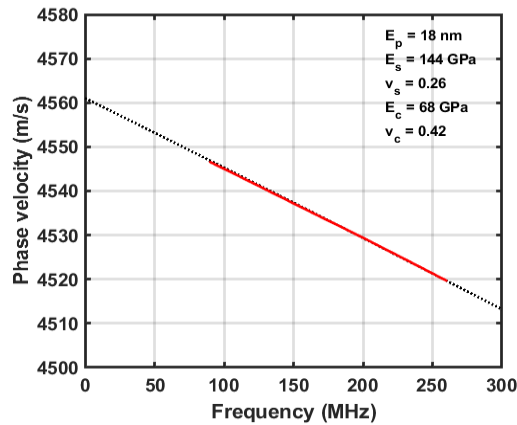
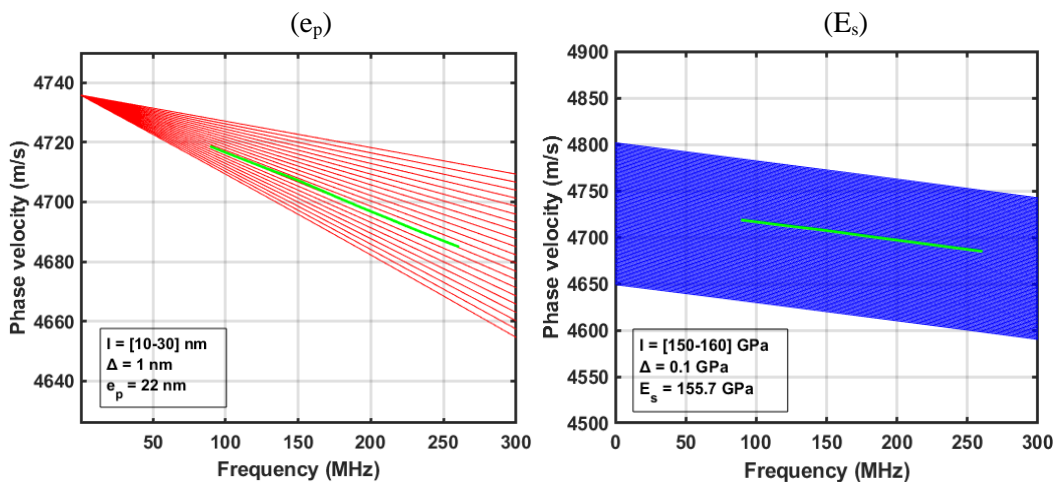


Figure 5.17 : Courbe de dispersion expérimentale (ligne continue), courbes de dispersion théorique (ligne pointillée).

5.4.6.2 Résultats d'inversion – direction de propagation $[1\bar{1}2]$

L'ensemble des figures ci-dessous (voir figure 5.18) illustrent les étapes d'optimisation de la routine d'inversion pour l'exemple 20 nm d'Or déposé sur un substrat de silicium (111) - échantillon (I), et la propagation des SAW se fait selon la direction $[1\bar{1}2]$.



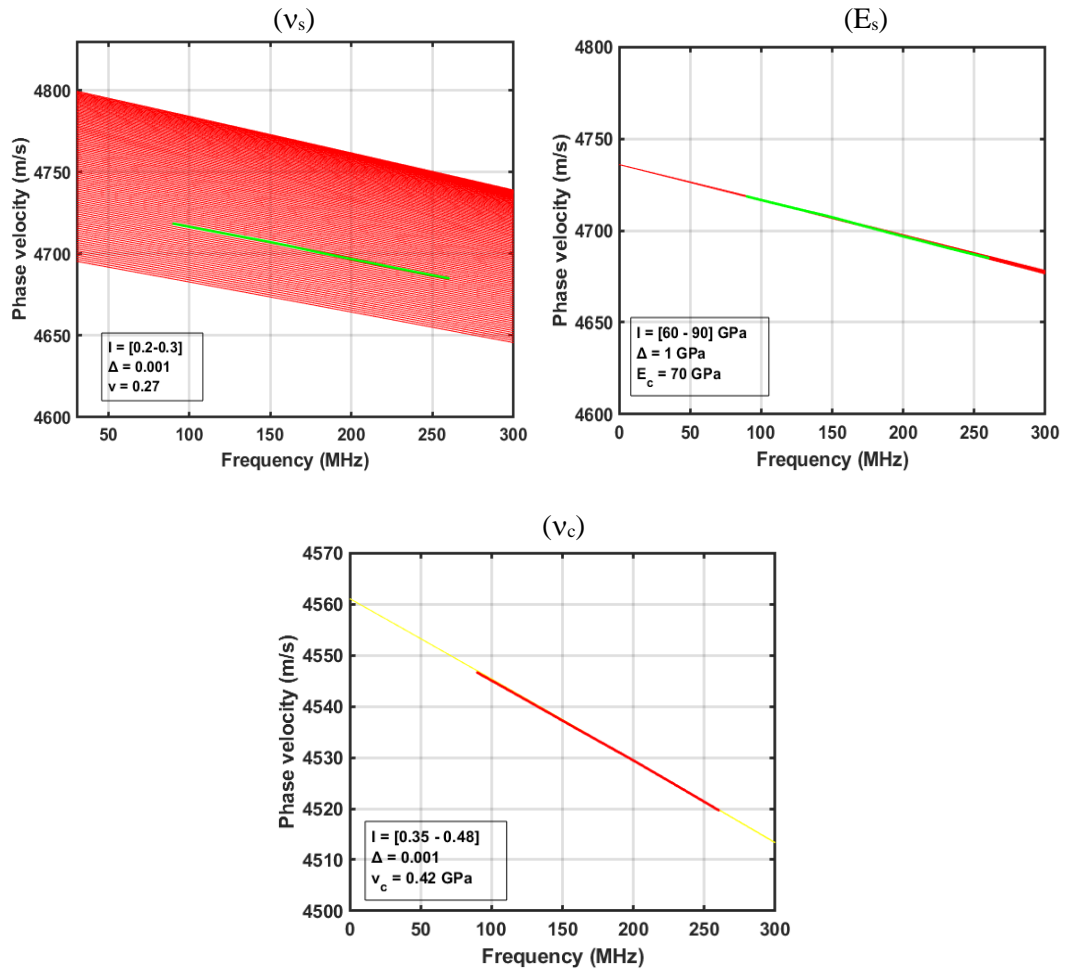


Figure 5.18 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche mince d'Or et du substrat dans la direction $[11\bar{2}]$.

Le tableau 5.14 regroupe l'ensemble des propriétés estimées pour le substrat et la couche d'or dans la direction $[11\bar{2}]$.

Tableau 5.14 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles estimées par inversion pour l'échantillon (I).

Echantillon (I)	Intervalle	Valeur estimée
e_p [nm]	[10 - 30]	22
E_s [GPa]	[150 - 160]	155.7
v_s	[0.2 - 0.3]	0.27
E_c [GPa]	[60 - 90]	70
v_c	[0.35 - 0.48]	0.42

En comparant les résultats obtenus pour l'échantillon I (20 nm d'Or) avec les échantillons A, B, C, et D étudiés dans le chapitre 4, les résultats montrent que le module d'Young diminue lorsque l'épaisseur de la couche mince d'or diminue, cet effet d'échelle sur les propriétés mécaniques des films mince d'or est confirmé sur les deux directions de propagation $[1\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}]$ sur la surface des substrats de silicium.

(111) (fig 5.19). Cependant une étude complémentaire sur la texture devrait être faite pour confirmer les résultats comme la DRX et la mesure de la taille des grains avec un AFM.

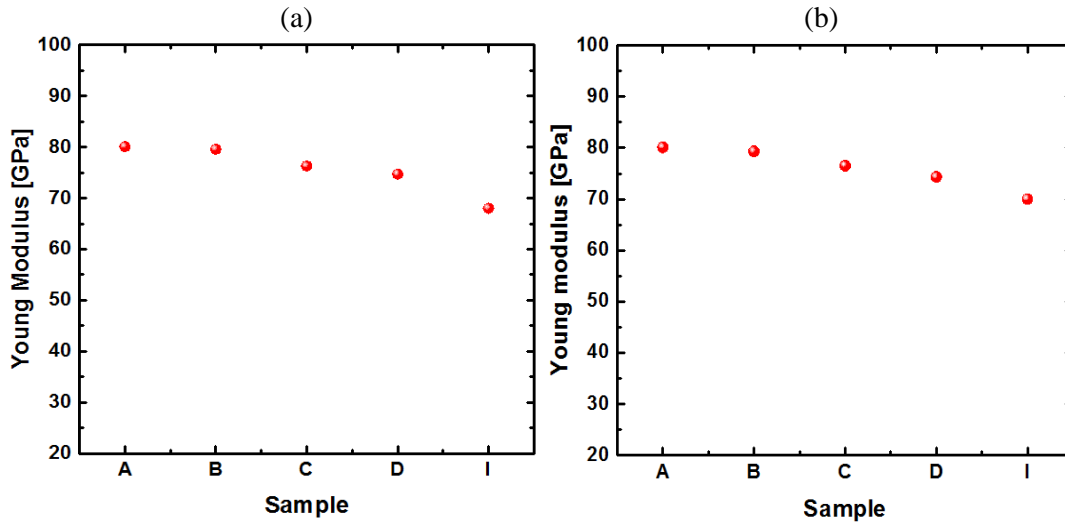


Figure 5.19 : Evolution du module d'Young des couches minces d'Or en fonction de l'épaisseur. (a) modules d'Young obtenus selon la direction $[1\bar{1}0]$ du silicium (111) et (b) modules d'Young obtenus selon la direction $[1\bar{1}\bar{2}]$ du silicium (111).

5.5 Les couches ultraminces discontinues déposées sous forme d'îlots sur la surface d'un substrat

Les couches minces métalliques ultrafines déposées sous forme d'îlots sur un substrat diélectrique suscite un grand intérêt dans le domaine de la recherche et des applications industrielles en raison de leurs propriétés multiples. L'une des propriétés est la montée du comportement collectif des électrons libres confinés dans les îlots métalliques sous l'influence d'un champ électromagnétique. Ce phénomène est appelé plasmon-polarisation de surface (SPP). La plasmonique est un nouveau domaine de recherche fondamentale basé sur l'étude des phénomènes de résonance et de propagation des plasmons de surface. En fait, ces derniers apparaissent comme des solutions particulières des équations de Maxwell, se formant à l'interface entre un milieu métallique et un milieu diélectrique. Ils peuvent être excités par le champ électrique associé à une onde lumineuse et se manifestent alors par une oscillation collective des électrons libres à la surface du métal. Ces oscillations sont généralement classées en deux catégories.

(i) Les plasmons de surface étendus, aussi appelés plasmons polaritons, se propagent à l'interface entre un métal et un diélectrique (figure 5.20(a)). Ils sont associés à une onde de surface dont le champ électrique possède des composantes longitudinales et transversales par rapport à la direction de propagation [Raether, 1988], [Maier, 2007]. Leur extension dans les milieux diélectriques et métalliques dépend de la nature des matériaux et du mode d'éclairement. Il a été constaté que la largeur du pic de résonance SPP et sa position sont en fonction de la taille, de la forme et de l'environnement des particules [Link, 1999], [Kelly, 2003], [Lee et El-Sayed, 2006].

(ii) La deuxième catégorie décrit les plasmons localisés. Ces derniers sont excités au voisinage de particules de métal (fig 5.20 (b)). Il est bien connu que les propriétés physiques d'un matériau en volume diffèrent de celles des atomes qui le composent. Par conséquent, dès que l'on effectue une réduction en taille, des changements de comportement sont attendus. Dans le cas de métaux nobles, les réponses optiques sont contrôlées par les propriétés des électrons libres confinés à l'intérieur de la particule de métal. La réduction en taille entraîne un confinement spatial des électrons de conduction. De nouveaux modes, localisés à la surface de la particule, apparaissent et occultent les modes de volumes. L'or et l'argent sont les matériaux les plus efficaces pour engendrer ce type de résonance [Barnes, 2003]. Toutefois, il est important de souligner que les plasmons de surface localisés sont théoriquement possibles pour tous les matériaux pour lesquels la partie réelle de la constante diélectrique peut prendre des valeurs négatives.

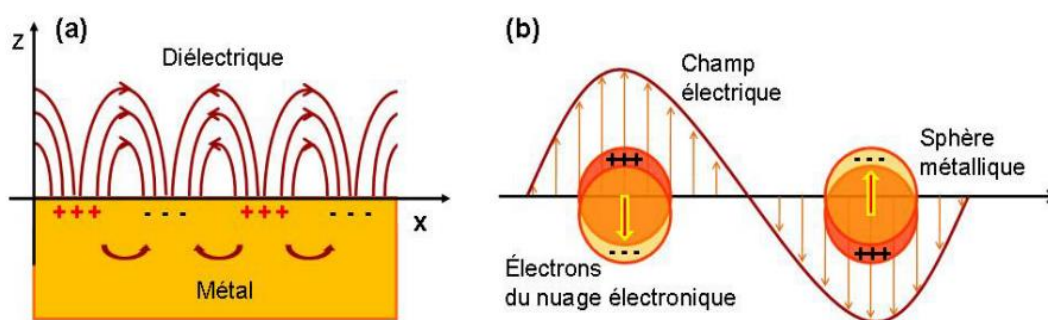


Figure 5.20 : Schéma illustrant deux types de plasmons de surface (a) les plasmons polaritons capables de se propager sur des distances micrométriques et (b) les plasmons localisés à la surface de petites particules [Barnes, 2003].

Pour pouvoir étudier, réaliser et utiliser une assemblée de nanostructures dans des applications optiques, il est nécessaire de pouvoir contrôler lors de leur élaboration :

- leur disposition sur la surface : l'idéal est d'obtenir un ordonnancement en réseau sur une grande distance afin de pouvoir adresser chaque nanostructure. Les nanostructures ont ainsi le même environnement (couplage. . .).
- leur densité : pour les isoler ou au contraire augmenter leur nombre sur une surface donnée.
- leur qualité : distribution en taille étroite, forme identique, et faible rugosité de bord.

Ces caractéristiques influencent les propriétés de ces dernières. Plus les nanostructures sont morphologiquement proches, plus il y a de chance de se rapprocher de la situation où leurs propriétés sont similaires.

5.6 Caractérisation ultrasonore par ondes acoustiques de surface de nanostructures déposées sous forme d'îlots sur un substrat

La caractérisation des propriétés mécaniques effectives (E , ρ) des couches minces ultrafines sous forme d'îlots déposées sur un substrat de silicium pourraient apporter des informations précieuses, car les

performances fonctionnelles (électriques, optiques) sont intimement liées à ces propriétés mécaniques. Avant de pouvoir utiliser ces nano-objets dans des applications technologiques, il est important de les étudier afin de maîtriser leurs propriétés à partir de leur dimension, leur forme, leur interface, l'interaction avec leur environnement. L'objectif est donc de maîtriser de manière reproductible la qualité, les propriétés, la position et la densité de ces nano-objets afin de les étudier et les utiliser.

Dans cette étude, des couches minces d'or ultrafines avec une épaisseur de 5 nm et 10 nm ont été étudiées par la méthode IDT-HFSAW, cette méthode permet d'apporter des solutions à certaines contraintes ou limites associés aux méthodes traditionnelles. L'objectif de cette étude est de mesurer la densité effective et le module d'Young effectif des couches ultrafines (5-10 nm) d'or déposées sous forme d'îlots sur un wafer de silicium (100).

5.7 Travail expérimental

5.7.1 Méthode de dépôt d'îlots d'or sur le substrat de silicium (100)

Les techniques existantes de dépôt de couches minces sont essentiellement basées sur des dépôts physiques en phase vapeur (PVD). Parmi ces techniques, les plus populaires sont la pulvérisation cathodique et l'évaporation thermique, mais la technique d'ablation par laser pulsé gagne également du terrain. Quelque soit la technique utilisée, en raison de la présence des impuretés et de contaminant, le dépôt de couches minces par PVD repose sur des systèmes à ultra basse pression, c'est-à-dire des niveaux de vide $< 10^{-7}$ Torr [Ghosh, 2012]. De plus, la nature des films déposés est régie par une grande variété de paramètres qui caractérisent le processus de dépôt, tels que la vitesse de dépôt, la pression et la composition de la chambre de dépôt, le niveau de propreté de la chambre à vide, la température du substrat, le matériau du substrat, la distance cible-substrat, et l'angle que fait le substrat par rapport à la cible métallique [Ghosh, 2012].

La méthode utilisée pour réaliser les échantillons objets de cette étude est la pulvérisation cathodique maîtrisée au sein du Centre de Nanoscience et de Nanotechnologies (C2N). Les substrats choisis sont des wafer 4 pouces le silicium (100) dopé N, et la cible métallique est composé d'or. Le processus de la pulvérisation cathodique implique un gaz, dans notre cas, l'argon (Ar), qui est introduit à l'intérieur de la chambre à vide (ultra-basse pression). Un champ électrique est appliqué entre la cible et le substrat, ce qui conduit à la création d'un plasma avec les ions positifs Ar^+ accélérés vers la cathode (cible) situé au fond de la chambre. Les particules d'or sont détachées de la cible en raison du transfert de l'énergie cinétique des ions d' Ar^+ lors de la collision avec la cible métallique en or contenue dans un plasma, ce qui entraîne le dépôt des îlots d'or sur le substrat de silicium (100) situé juste au-dessus de la cathode. Cette méthode de dépôt permet d'obtenir les épaisseurs désirées avec une très grande précision, de plus pour garantir l'uniformité du dépôt sur la totalité de la surface du wafer, une rotation est appliquée au substrat au moment du processus de dépôt.

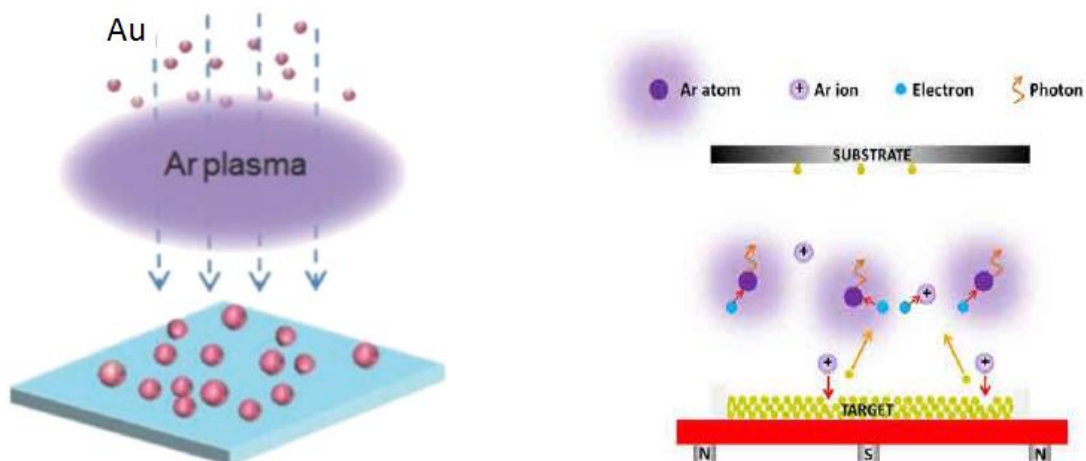


Figure 5.21 : Répartition spatiale des particules à l'intérieur de la chambre de pulvérisation cathodique sous vide poussé.

Les substrats de silicium (100) utilisés sont caractérisés par leur très faible rugosité de surface. Afin d'éliminer toute possibilité de contamination une technique de nettoyage standard avant le dépôt a été employé pour tous les wafers de Si (100). Dans un premier temps, chaque wafer est plongé dans un bain ultrasonique d'acétone (10 min) suivi d'un bain d'éthanol (10 min). Les wafers de Si (100) ont ensuite été séchés à l'aide un flux d'azote (N₂). Les substrats nettoyés ont ensuite été nettoyés à nouveau à l'intérieur de la chambre de pulvérisation pendant 15 minutes en utilisant un plasma d'Argon (8 Sccm, anode 70 V) et une décharge de courant de 160 mA. Chaque wafer a été placé symétriquement autour de l'axe de rotation afin de bien maîtriser l'épaisseur sur chaque échantillon d'une même série. La vitesse de dépôt a été maintenue constante à 0,2 nm/s avec une ultra basse pression 3.10⁻⁶ mbar. Chaque substrat de silicium a été placé sur le support rotatif à 350 mm au-dessus de la cible en or, avec un angle d'inclinaison de -55°. En tout 6 échantillons ont été réalisés, 3 avec une épaisseur d'îlots de 10 nm et 3 autres avec une épaisseur de 5 nm. L'objectif été d'obtenir différentes densités surfaciques des îlots d'or en modifiant la tension appliquée à l'anode. Le tableau 5.15 regroupe l'ensemble des conditions de fabrication des échantillons, notamment la variation de la tension de l'anode.

Tableau 5.15 : Conditions de fabrication des différents échantillons.

I = 160 mA, Tilt = -55°, (Ar, 8 Sccm)

Echantillon	IBE anode (V)	Epaisseur des îlots d'or (nm)
E1	0	10
E2	70	10
E3	150	10
E4	0	5
E5	70	5
E6	150	5

5.7.1.1 Microscopie électronique à balayage (MEB)

En raison de la grande énergie de surface libre, la croissance des îlots d'or commence par la nucléation de très petits îlots d'or, puis la coalescence des îlots peut être observée pour former des amas à la surface du substrat de silicium. La progression de la nucléation et de la coalescence dépend fortement de l'énergie de surface et d'interface avec le substrat affectant les propriétés des îlots, notamment leur densité sur la surface. Sur la figure 5.23, l'évolution de la géométrie et de la distribution des îlots d'or sur le substrat de silicium (100) en fonction du voltage appliqué à l'anode sont présentés pour une épaisseur de 10 nm (E1, E2, E3) et pour 5 nm (E4, E5, E6).

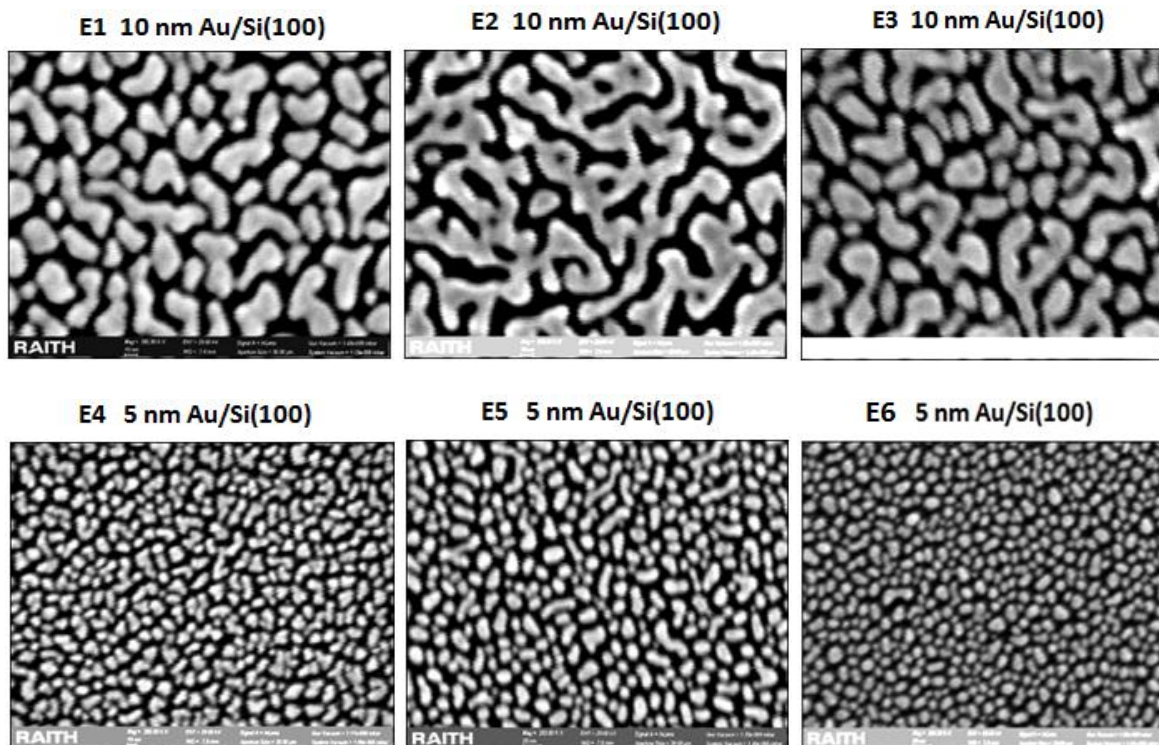


Figure 5.23 : Images MEB des îlots d'Or ultra minces déposés sur des substrats de silicium (100).

Au C2N des images MEB pour les six échantillons ont été réalisées et sont présentées sur la figure 5.4, cela permet de visualiser la distribution et la morphologie des îlots d'Or déposés sur la surface des wafers de silicium (100) avec MEB. Toutes les images présentées montrent la surface de chaque échantillon, avec un EHT de 20 kV, un grossissement de 183 kX et une distance entre 2 et 4 mm. Nous constatons que pour les échantillons (E4, E5, E6), les îlots d'or d'épaisseur 5nm ont de petites dimensions et chaque îlot est isoler de l'autre. De plus, en fonction de la tension appliquée à l'anode lors du dépôt leur géométrie et distribution à la surface du wafer Si (100) changent. Par contre pour les échantillons (E1, E2, E3), les îlots d'Or d'épaisseur 10nm ont de plus grande dimensions et forment des amas (coalescence de petits îlots) sur la surface des wafers de Si (100).

5.8 Estimation de la densité effective et le module d'Young effectif des îlots d'or avec la méthode IDT-HFSAW

Pour faire cette étude, dans un premier temps l'échantillon à analyser est placé sur la table de déplacement micrométrique de sorte que le méplat primaire du wafer Si (100) soit parallèle aux doigts du transducteur interdigités lors du contact transducteur-échantillon. Dans cette configuration, l'onde acoustique de surface large bande, [90-260] MHz, générée par le transducteur est transmise sur l'échantillon (îlots d'or/Si(100)) et elle se propage dans la direction cristallographique $[\bar{1}10]$ du silicium (100)(fig 5.24).

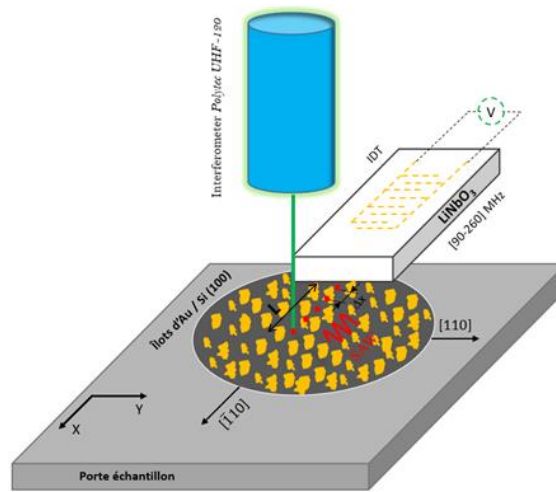


Figure 5.24 : Schéma du protocole de mesure.

Les paramètres du B-scan utilisés pour chaque échantillon sont regroupés dans le tableau 5.16.

Tableau 5.16 : Paramètres du b-scan (L , Δx) utilisés pour mesurer les courbes de dispersion expérimentales.

Echantillon	L (mm)	Δx (μm)
E1	30	66.6
E2	30	66.6
E3	30	66.6
E4	35	60.3
E5	35	60.3
E6	35	60.3

5.8.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6)

Sur les figures 5.25 et 5.26, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz pour les 6 échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6) sont représentées. Compte tenu des très faibles épaisseurs, la gamme de fréquences [90-260] MHz est la plus appropriée. Les courbes de dispersion expérimentales ont été calculées en utilisant la transformée de Slant-stack sur l'ensemble des signaux acquis lors du B-scan. Les paramètres du B-scan (L , Δx) utilisés sont regroupés dans le tableau

5.2. Les échantillons décrits précédemment sont analysés avec une bande de fréquences allant de 90 MHz à 260 MHz dans la direction $[\bar{1}10]$ du Silicium (100). A partir des deux figures 5.6 et 5.7, on constate à mesure que la fréquence se rapproche de zéro ($f = 0$ MHz), toutes les courbes de dispersion s'approchent de la vitesse de Rayleigh du substrat de Silicium (100) dans la direction $[\bar{1}10]$. Ce premier constat permet de s'assurer de la qualité et la fiabilité des résultats.

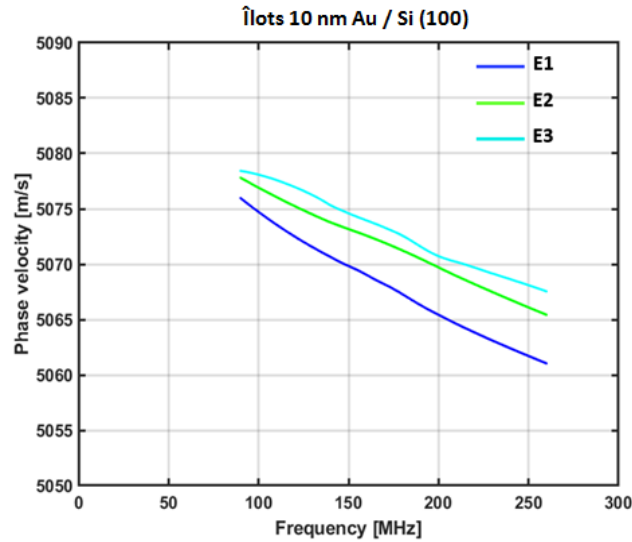


Figure 5.25 : Courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons E1, E2 et E3 (îlots d'or de 10 nm d'épaisseur) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz.

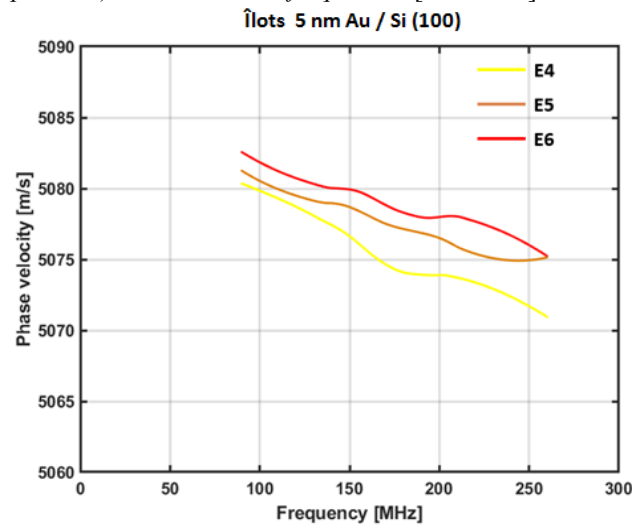


Figure 5.26 : Courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons E4, E5, E6 (îlots d'or de 5 nm d'épaisseur) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz.

5.8.1.1 Estimation de la densité effective et du module d'Young effectif des îlots d'or d'épaisseur 10 nm (E1)

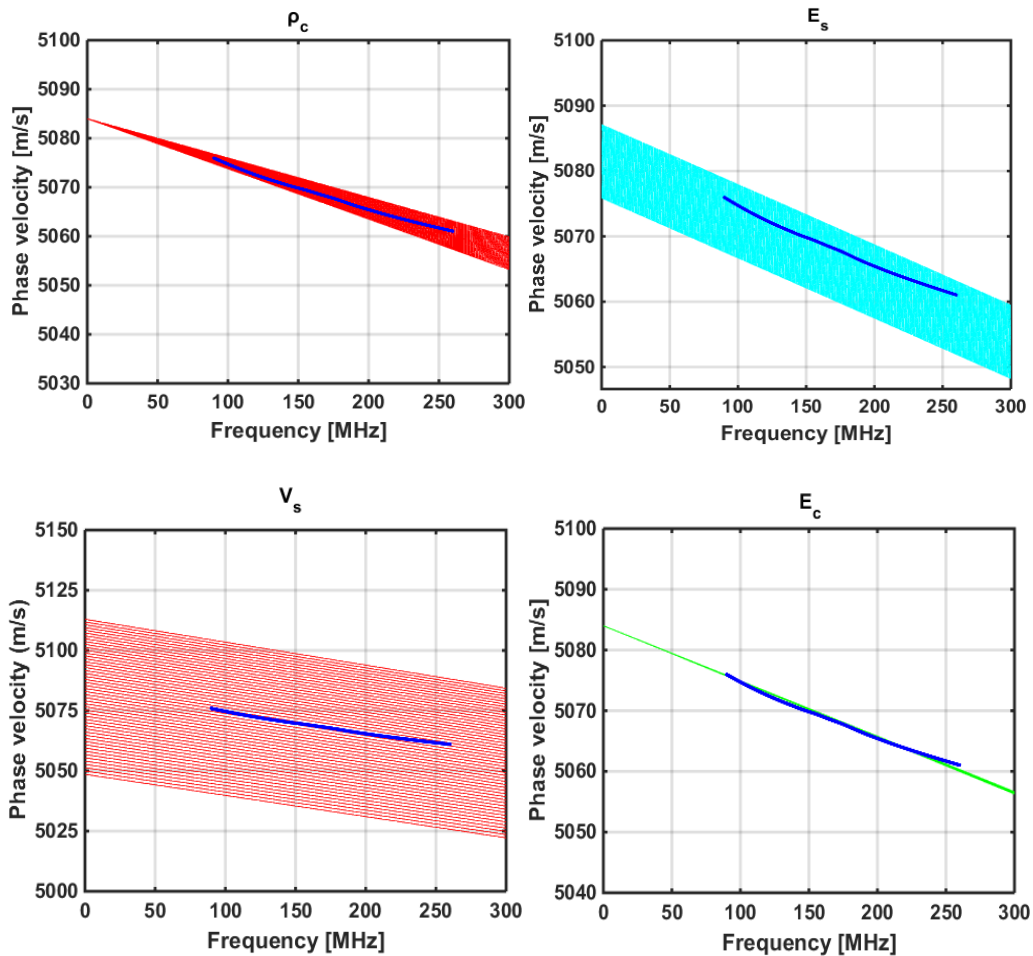
Afin de déduire les propriétés mécaniques (densité effective et module d'Young effectif) des îlots d'or, une procédure d'inversion itérative décrite dans le chapitre 4 est utilisée pour trouver la meilleure combinaison des propriétés du substrat et des îlots d'or. L'épaisseur des îlots est fixée à 10 nm et on

change la valeur de la densité des îlots. La combinaison de ces paramètres permet de tracer la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement. L'ajustement des courbes de dispersion théoriques et expérimentales est obtenu dans la gamme de fréquences [90-260] MHz par la procédure des moindres carrés. Les courbes de dispersion théoriques ont été extrapolées jusqu'à l'intersection avec l'axe des ordonnées ($f = 0$ MHz) qui correspond à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat selon la direction $[\bar{1}10]$. Les paramètres initiaux utilisés dans la procédure d'inversion sont regroupés dans le tableau 5.17.

Tableau 5.17 : Paramètres initiaux utilisés pour une couche d'Au uniforme et le substrat de silicium (100) $[\bar{1}10]$.

Matériau	ρ [kg/m ³]	V_L [m/s]	V_T [m/s]	V_R [m/s]	E [GPa]	ν
Au	19300	3212	1193	1127	78	0.42
Si (100) $[\bar{1}10]$	2330	8431.8	5726	5084	163.8	0.072

La figure 5.27 illustre les étapes d'optimisation des paramètres de l'échantillon (E1) et le tableau 5.18 regroupe l'ensemble des propriétés de l'échantillon E1.



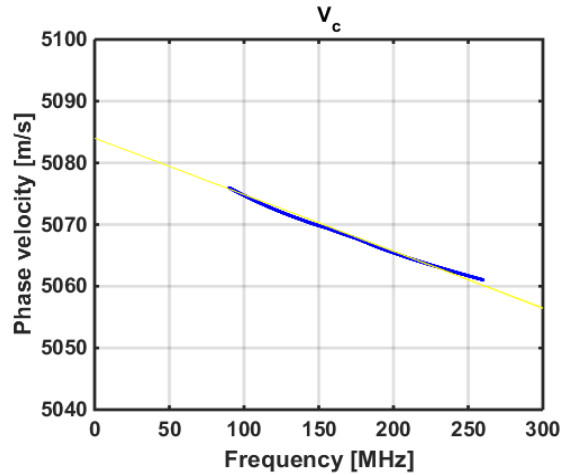


Figure 5.27 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche sous forme d'îlots et du substrat de silicium (111)[$\bar{1}10$].

Tableau 5.18 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles estimées par inversion pour l'échantillon (E1).

Echantillon (E1)	Intervalle	Pas	Valeur estimée
ρ_c [kg/m ³]	[10000-13000]	10	11680
e_p [nm]	10	-	10
E_s [GPa]	[163 – 166]	0.1	164.8
v_s	[0.05 – 0.1]	0.01	0.074
E_c [GPa]	[45 – 55]	0.1	49.1
v_c	[0.3 – 0.49]	0.01	0.47

La combinaison des paramètres estimés pour le substrat de silicium (100) dans la direction [$\bar{1}10$] et la couche d'îlots d'or (E1) permet d'obtenir la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement, le résultat est représenté sur la figure 5.28, la courbe théorique est en pointillés et la courbe expérimentale en ligne continue. L'ajustement est obtenu dans la gamme de fréquences [90 - 260] MHz par la procédure des moindres carrés. La courbe a été ajustée avec le calcul de l'inversion jusqu'à l'intersection avec l'axe des ordonnées ($f = 0$ MHz) correspondant à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat, $V_{Si}[\bar{1}10] = 5084$ m/s. Sur toute la bande de fréquences, le coefficient de régression est $R^2 = 0,99908$.

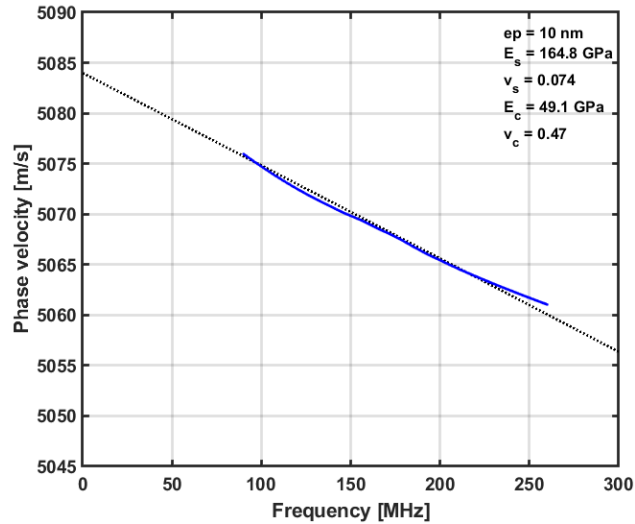


Figure 5.28 : Courbe de dispersion expérimentale (ligne continue), courbes de dispersion théorique (ligne pointillée).

5.8.1.1.1 Estimation du taux de porosité

Comme la dispersion des ondes acoustiques de surface donne des informations sur la densité des îlots d'or sur la surface du wafer Si (100), il est possible d'estimer la porosité P de la couche d'îlots d'or. On sait que la densité des îlots ($\rho_{\text{îlots}}$) est liée à celle d'une couche d'or uniforme ρ_{Au} par la relation (1) :

$$\rho_{\text{îlots d'Or}} = \rho_{\text{Au}}(1 - P) \quad \text{Eq (5.1)}$$

Ainsi, à partir de la densité des îlots d'Or déposés sur le wafer (E1) déterminée expérimentalement par la méthode ultrasonore IDT-HFSAW ($\rho_{\text{îlots}}(\text{E1}) = 11680 \text{ kg/m}^3$), la porosité des îlots pour l'échantillon (E1) est estimée à 39,48%.

5.8.1.2 Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6)

L'ensemble des courbes de dispersion théoriques contenant les paramètres élastiques et dimensionnels (épaisseur) pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6) sont représentées sur les figure 5.29 et 5.30. Les courbes de dispersion théoriques dans la bande de fréquences [0-300] MHz sont représentées par des lignes pointillées, l'ajustement entre les courbes théoriques et expérimentales est bon avec la majorité des points sur la bande [90-260] MHz. Le tableau 5.19 résume les propriétés des échantillons.

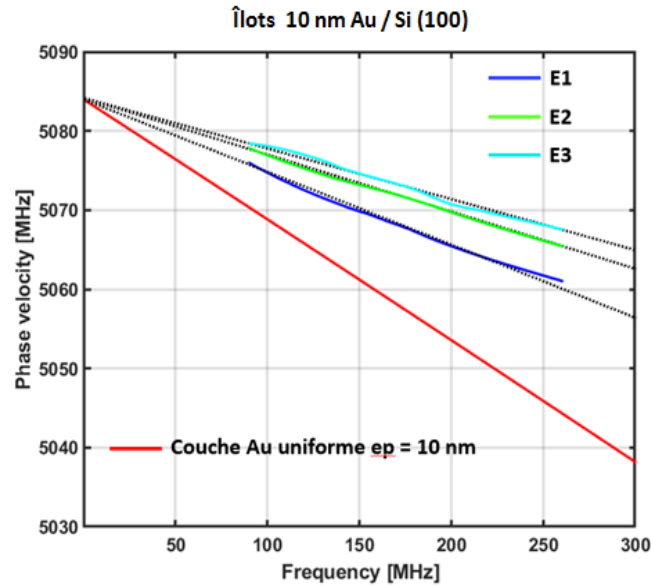


Figure 5.29 : Détermination des propriétés mécaniques des îlots d'or d'épaisseur 10 nm pour les échantillons (E1, E2, E3) par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

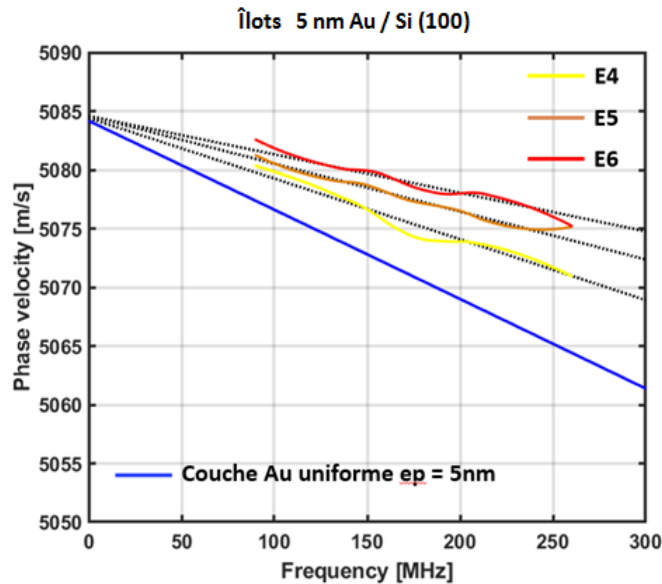


Figure 5.30 : Détermination des propriétés mécaniques des îlots d'or d'épaisseur 5 nm pour les échantillons (E4, E5, E6) par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

Tableau 5.19 : Propriétés mécaniques (densité effective, module d'Young effectif, porosité) des îlots d'or déposés sur des wafers de silicium.

Echantillon	IBE anode (V)	Epaisseur (nm)	Module d'Young effectif (GPa)	Densité effective (kg/m ³)	Porosité (%)
E1	0	10	49.1	11680	39.4
E2	70	10	37.4	9180	52.4
E3	150	10	34.1	8150	57.7
E4	0	5	55.2	13150	31.8
E5	70	5	43.5	10383	46.2
E6	150	5	35.1	8350	56.7

A partir du tableau 5.19, nous constatons une évolution de la densité effective et du module d'Young effectif, ainsi que du taux de porosité des îlots d'or déposées sur les wafers de Si (100) en fonction du voltage appliqué à l'anode et ceci est valable pour les deux épaisseurs 5 nm et 10 nm.

Pour les échantillons ayant une épaisseur d'îlots d'or de 10 nm (E1, E2, E3), lorsque la tension de l'anode augmente lors du dépôt avec la méthode de pulvérisation cathodique, la densité effective et le module d'Young effectif des îlots d'or sur la surface des wafers diminuent. La densité initiale d'une couche mince d'Au uniforme utilisée est de 19300 kg/m³. Pour des tensions de l'anode de 0V, 70V et 150V, les densités effectives des îlots diminuent avec des pourcentages de 39.4%, 52.4% et 57.7%, respectivement pour les échantillons E1, E2 et E3. Le module d'Young effectif des îlots d'or évolue lui aussi dans le même sens (décroissance) en fonction de la tension appliquée à l'anode. Le module d'Young d'une couche mince d'or uniforme utilisé dans le calcul théorique est de 78 GPa. Les modules d'Young effectifs des couches d'îlots d'or diminuent avec des pourcentages de 37.1%, 52,1% et 56.3%, respectivement pour les échantillons E1, E2 et E3.

Pour les échantillons ayant une épaisseur de 5 nm (E4, E5 et E6), la même évolution (diminution) de la densité effective et le module d'Young effectif en fonction du voltage appliqué à l'anode a été constatée. Pour des tensions de l'anode 0V, 70V et 150V les densités effectives des îlots diminuent avec des pourcentages de 31.8%, 46.2% et 56.7%, respectivement pour les échantillons E4, E5 et E6. Le module d'Young effectif des îlots d'or diminue avec des pourcentages de 23.9%, 44.3% et 55%, respectivement pour les échantillons E4, E5 et E6.

En comparant les résultats pour les deux épaisseurs d'îlots 5 nm et 10 nm réalisés avec les mêmes conditions de dépôt, à titre d'exemple l'échantillon (E1) et l'échantillon (E4), il est possible de constater que la densité des îlots d'or sur le wafer de silicium (100) est plus importante dans le cas d'une faible épaisseur, c'est-à-dire pour 5 nm. Cette observation est valable aussi pour les échantillons (E2)-(E5), (E3)-(E6). Sur la figure 5.31 et 5.32, l'évolution des densités effectives et les modules d'Young effectifs en fonction de la tension appliquée à l'anode est représentée pour l'ensemble des échantillons.

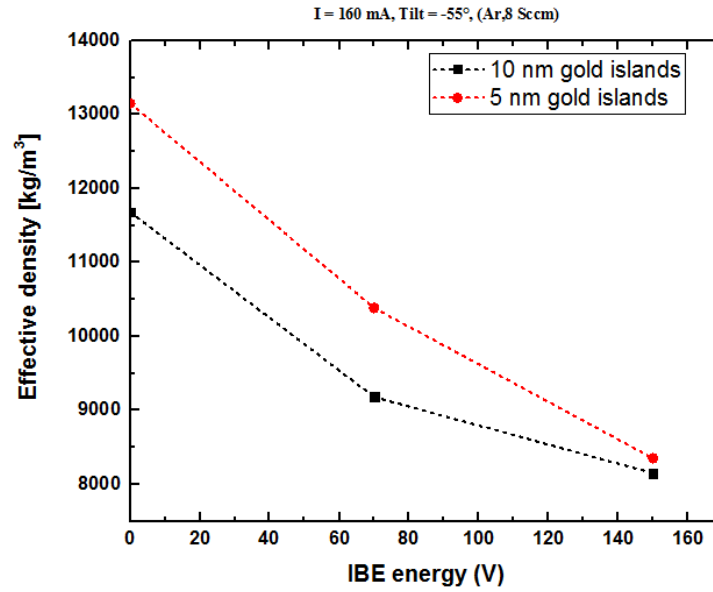


Figure 5.31 : Evolution de la densité effective des îlots d'or déposés sur le wafer Si (100) en fonction du voltage appliqué à l'anode.

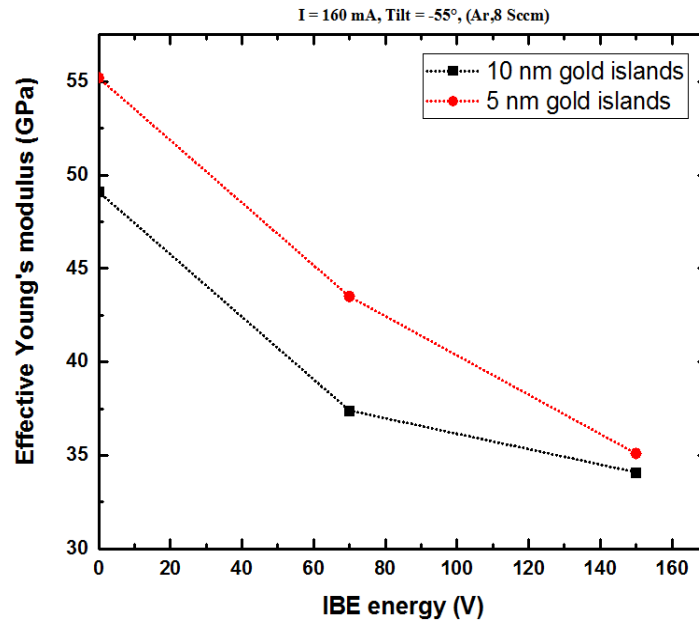


Figure 5.32 : Evolution du module d'Young effectif des îlots d'or déposés sur le wafer Si (100) en fonction du voltage appliqué à l'anode.

5.9 Traitement des images MEB avec le logiciel ImageJ

Pour l'évaluation de la fraction surfacique occupée par les îlots d'or sur la surface du wafer de silicium 100), nous avons utilisé les clichés MEB correspondant aux six échantillons et le programme de traitement d'image « ImageJ » qui est un programme open source [ImageJ, 2013].

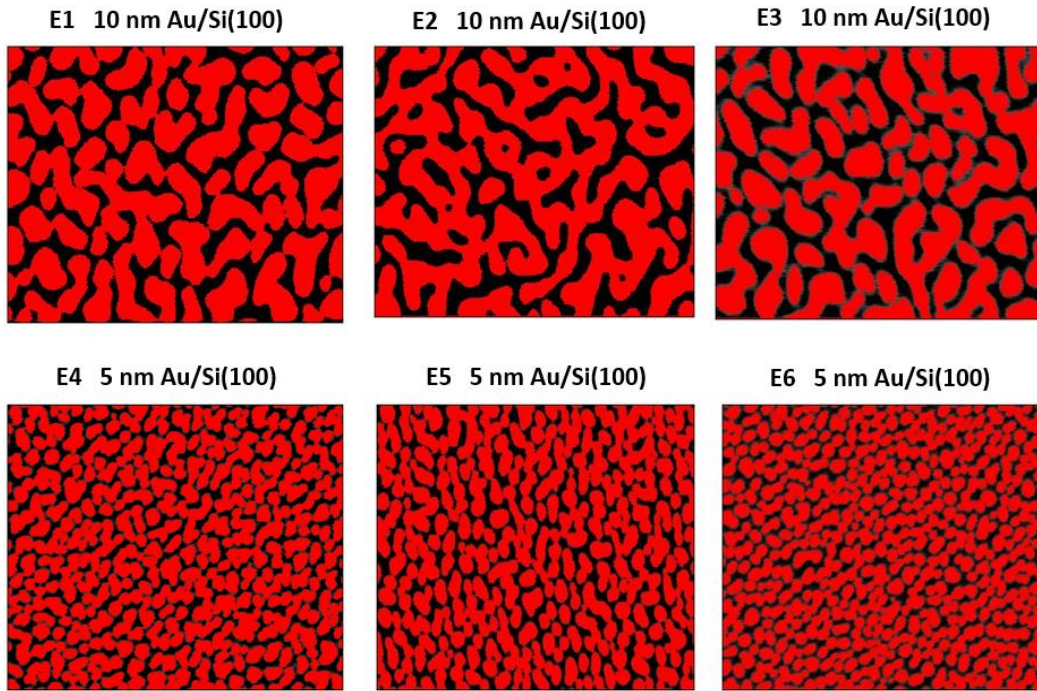


Figure : Clichés MEB traités avec ImageJ.

Les résultats obtenus avec le logiciel ImageJ en termes de fraction surfacique des îlots d'or sont regroupés dans le tableau 5.20.

Tableau 5.20 : Fraction surfacique occupée par les îlots d'or sur la surface des wafers de silicium (100).

Echantillon	IBE anode (V)	Epaisseur (nm)	Densité effective (kg/m ³) - SAW	Fraction surfacique (%) ImageJ
E1	0	10	11680	65.77
E2	70	10	9180	63.07
E3	150	10	8150	59.66
E4	0	5	13150	67.44
E5	70	5	10383	64.31
E6	150	5	8350	61.17

Les résultats obtenus avec le logiciel ImageJ sont en conformité avec les estimations des densités effectives réalisées avec la méthode IDT-HFSAW. En effet, à partir des résultats regroupés dans le tableau 5.20 il est possible de voir que la fraction surfacique occupée par les îlots d'or diminue lorsque la tension de l'anode (V) augmente. Cette tendance est valable pour les deux épaisseurs, 10 nm et 5 nm.

5.10 Conclusion

Dans ce chapitre, la caractérisation ultrasonore par la méthode IDT-HFSAW de structures de type couches ultraminces uniformes et discontinues (îlots) sur substrat a été étudiée. Nous avons montré que cette méthode est efficace pour une large gamme de films ultraminces, en particulier les films discontinus à densité variable et donc des propriétés élastiques variables. La méthode IDT-HFSAW a

montré son potentiel à caractériser des couches ultraminces de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres (5 nm à 50 nm). Les résultats ont montré que pour les échantillons ayant une épaisseur d'îlots d'or de 10 nm (E1, E2, E3), lorsque la tension de l'anode augmente lors du dépôt avec la méthode de pulvérisation cathodique, la densité effective et le module d'Young effectif des îlots d'or sur la surface des wafers diminuent. Pour les échantillons ayant une épaisseur de 5 nm (E4, E5 et E6), la même évolution (décroissance) de la densité effective et le module d'Young effectif en fonction du voltage appliqué à l'anode a été constatée. Les densités effectives estimées avec la méthode HF-SAW et les fractions surfaciques des îlots d'or déduites avec le logiciel ImageJ évoluent dans le même sens avec l'augmentation de la tension de l'anode (V).

6 Chapitre 6 : Caractérisation dimensionnelle et mécanique par ondes acoustiques de surface (SAW) de revêtements sol-gel antireflets

Table des matières

6.1	Introduction.....	177
6.2	Le Laser Méga Joules (LMJ)	177
6.3	Préparation de couches minces sol-gel	179
6.3.1	Technique de dépôt.....	180
6.3.1.1	L'enduction centrifuge (Spin coating)	180
6.3.1.2	Le trempage-retrait (Dip-coating).....	181
6.4	Propriétés antireflets d'une monocouche mince sol-gel	181
6.5	Post-traitement : Durcissement ammoniac.....	182
6.6	Configuration des échantillons réalisés par le CEA	183
6.6.1	Détermination des propriétés de la partie non revêtu du substrat (Es , vs)	186
6.6.2	Détermination des épaisseurs et des modules d'Young des 4 couches minces antireflets déposés sur les faces des deux échantillons, E1 et E2	187
6.6.2.1	Discussion des résultats :	193
6.7	Conclusion	194

6.1 Introduction

Dans le cadre du projet simulation, le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) vise à reproduire les conditions de pression et de température d'une fusion thermonucléaire avec le laser Mégajoule (LMJ). Ce laser de puissance nécessite de nombreux composants optiques qui sont des éléments essentiels car ils transportent le faisceau laser sur plusieurs dizaines de mètres jusqu'à la cible de deutérium tritium située au centre d'une chambre d'expérience. Les optiques utilisées dans l'installation Laser Mégajoules sont revêtues de matériaux spécifiques appliqués en couche mince permettant d'assurer leurs différentes fonctions (antireflet, polariseurs, miroirs, ...). Certains composants optiques du LMJ, en particulier les lentilles de transport, sont revêtues d'une couche antireflet (AR) réalisée par un procédé sol-gel. La technique sol-gel est la méthode la plus adaptée pour les composants ayant des grandes dimensions travaillant en transmission pour une longueur d'onde unique. En effet, ce procédé dit de "chimie douce" permet la réalisation de traitement antireflet à la longueur d'onde souhaitée sans recourir à des procédés de traitements thermiques pour l'optique (substrat) via l'application d'un seul dépôt (monocouche), entraînant un moindre coût

Ces films sont composés de nanoparticules de silice ayant une distribution en taille autour de 10 nm de diamètre avec 55% de porosité. Pour augmenter la résistance mécanique de ces couches, ces films sol-gel sont exposés aux vapeurs d'eau et d'ammoniac pendant un post-procédé appelé "durcissement ammoniac". Ce post-traitement modifie les liaisons Van der Waals initiales entre les nanoparticules de silice en liaison hydrogènes ou covalentes renforçant ainsi mécaniquement le film colloïdal permettant une meilleure adhérence au substrat. La procédure parvient à augmenter la rigidité de la couche mince tout en impactant très faiblement ses propriétés optiques et tout en la rendant plus adhésive aux composants optiques (substrat). Industriellement, ce procédé est coûteux en temps puisqu'il demande une exposition nominale de 17 heures à ces vapeurs, mais il est indispensable pour la manipulation des optiques.

Le travail présenté dans ce chapitre concerne le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques (module d'Young) et dimensionnelles (épaisseur) des couches antireflets déposées sur le substrat, à l'échelle du laboratoire, pour mieux comprendre les effets du traitement ammoniac. Nous montrerons dans cette étude que les vapeurs d'ammoniac entraînent une augmentation du module d'Young et une réduction de l'épaisseur (retrait) des couches minces antireflets.

6.2 Le Laser Méga Joules (LMJ)

Depuis l'arrêt des essais nucléaires en 1996, la Direction des Applications Militaires (DAM) du CEA a mis en place le programme Simulation qui vise à garantir la fiabilité, la sûreté et les performances des armes nucléaires [www-lmj.cea.fr], [André, 1999]. Afin de certifier le bon fonctionnement des armes nucléaires, ce programme comporte trois phases :

- La physique de base : mettre en place des modèles prédictifs pour une modélisation précise de tous les phénomènes physiques mis en jeu lors d'un essai nucléaire.
- La simulation numérique : reproduire par des moyens de calcul les différentes étapes du fonctionnement d'une arme. Les supercalculateurs de type TERA (actuellement TERA 1000-2, capable de réaliser dix millions de milliards d'opérations par seconde (10¹⁶ opérations par seconde), garantissent le bon fonctionnement des essais depuis 2011.
- La validation expérimentale : confronter les résultats des calculs aux mesures recueillies lors des essais nucléaires.

Le LMJ est donc une installation majeure du programme Simulation. Il permet de reproduire sur une cible millimétrique, à l'aide de faisceaux laser, les conditions de pression et de température similaires à celles atteintes lors d'une fusion thermonucléaire. La méthode utilisée sur l'installation LMJ pour produire la fusion du Deutérium et du Tritium (fig 6.1) est la fusion par confinement inertiel, [Lindl, 1995], [Glenzer, 1995].

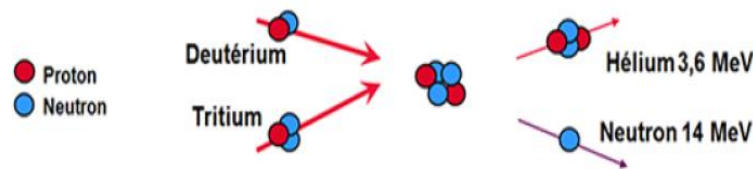


Figure 6.1 : Fusion nucléaire à partir d'atomes de Deutérium et de Tritium [Lindl, 1995], [Glenzer et al, 1995].

Cette technique consiste à produire des réactions de fusion à partir d'un mélange de Deutérium et de Tritium, encapsulé dans une microbille d'or (fig 6.2).

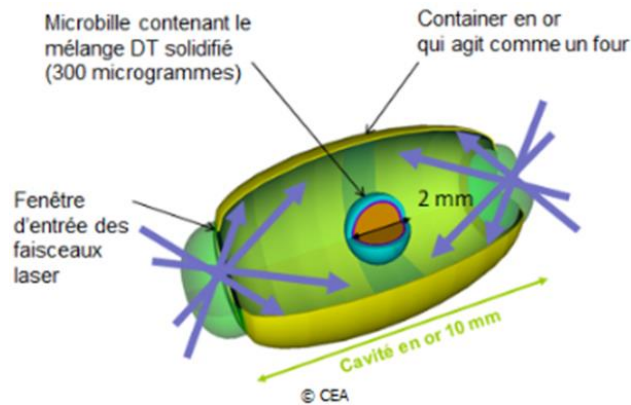


Figure 6.2 : Représentation schématique de l'attaque indirecte par laser de la microbille revêtue d'une couche d'or [www-lmj.cea.fr].

En comprimant ce mélange pendant un temps très court à l'aide de 176 faisceaux laser délivrant une énergie totale de 1,4 MJ dans l'UV ($\lambda_{30} = 351 \text{ nm}$) [Miquel et Volant, 2016], des températures ($\approx 100 \cdot 10^6 \text{ K}$) et des pressions ($\approx 200 \text{ GPa}$) très élevées atteintes au centre de la microbille, déclenchent alors la fusion nucléaire.

6.3 Préparation de couches minces sol-gel

Deux types de couches minces peuvent être réalisés à partir du procédé sol-gel : la voie colloïdale et la voie polymérique. Les films colloïdaux sont issus d'une suspension de nanoparticules sphériques avec une répartition quasi mono-disperse. Les films obtenus sont très poreux et fragiles mécaniquement. Les films polymériques sont quant à eux issus d'une solution d'oligomères. Une couche mince dense et plus résistante mécaniquement peut être ainsi obtenue (fig 6.3).

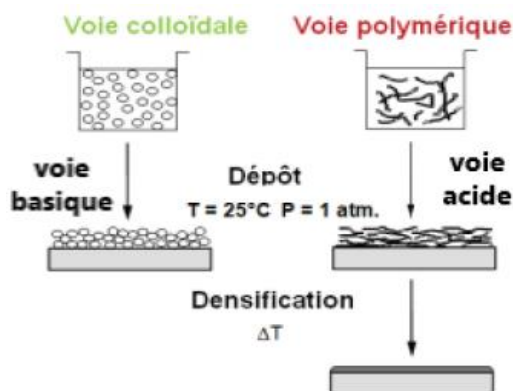


Figure 6.3 : Préparation de couches minces par procédé sol-gel [Compoint, 2015].

Les couches minces sol-gel antireflets fabriquées par le CEA sont en silice colloïdale. La synthèse de la silice colloïdale utilisée est décrite par Stöber [Stöber, 1968]. Cette synthèse permet le contrôle de la taille des nanoparticules et l'obtention d'une répartition quasi mono-disperse de ces particules (fig 6.4).

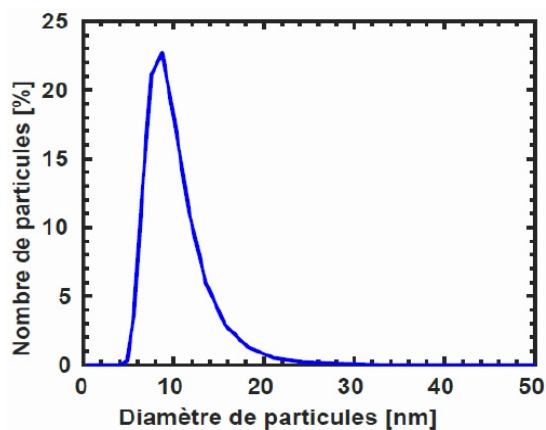


Figure 6.4 : Répartition en taille des nanoparticules de silice. Le diamètre moyen est de $d_m = 10$ nm réalisées par le CEA [Avice, 2018].

Ce sol est alors appelé SILCOL (SILice COLloïdale) au CEA (figure 6.5). Une fois la SILCOL appliquée en couche mince par les techniques de dépôt décrites ci-après, le post traitement, durcissement par un flux d'ammoniac, est appliqué.

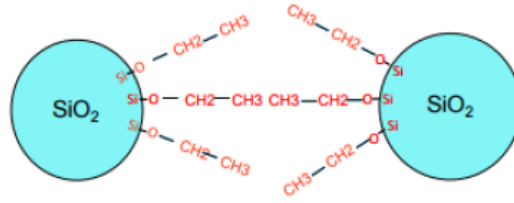


Figure 6.5 : Schéma représentatif de la silice colloïdale (SILCOL) [Boscher, 2017].

Les dépôts de SILCOL en couches minces sont utilisés pour leurs propriétés optiques et permet le traitement antireflet de composants optiques à la longueur d'onde choisie.

6.3.1 Technique de dépôt

Il existe principalement deux techniques de dépôt associées aux solutions sol-gel. Il s'agit de l'enduction centrifuge (spin coating) [Meyerhofer, 1978], du trempage-retrait (dip-coating) [Scriven, 1988]. Ces deux techniques permettent un bon contrôle de l'épaisseur de la couche mince et garantissent une bonne homogénéité.

6.3.1.1 L'enduction centrifuge (Spin coating)

L'enduction centrifuge est une technique de dépôt de couche mince permettant d'obtenir des dépôts allant de quelques nanomètres à quelques micromètres. Ce procédé consiste alors à injecter quelques millilitres de solution sur un substrat maintenu sur un plateau en rotation par aspiration sous vide. Cette technique s'appuie alors sur la force centrifuge afin d'étaler la solution de manière homogène sur le substrat (fig 6.6). L'épaisseur du dépôt (e_{spin}) est donnée par la relation de Meyerhofer [Meyerhofer, 1978] :

$$e_{\text{spin}} = \left(1 - \frac{m_0}{m}\right) \cdot \left(\frac{3\eta r}{2m_0\omega^2}\right)^{1/3} \quad \text{Eq (6.1)}$$

avec m la masse volumique du solvant, m_0 la masse volumique initiale du solvant volatil, r le taux d'évaporation, ω la vitesse de rotation et η la viscosité cinématique de la solution considérée comme un fluide Newtonien.

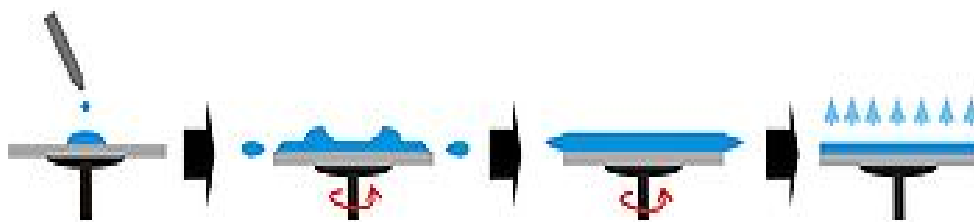


Figure 6.6 : Représentation schématique de l'enduction centrifuge.

En connaissant les paramètres physico-chimiques de la solution (viscosité, taux de solvant...) sol-gel à déposer, il est possible de contrôler l'épaisseur du dépôt en faisant varier la vitesse de rotation. Cette technique présente de nombreux avantages, notamment par le fait qu'il faut très peu de quantité de

solution pour effectuer un dépôt. Elle est également très rapide et peu coûteuse. Cependant, cette technique n'est applicable que sur de petites surfaces.

6.3.1.2 Le trempage-retrait (Dip-coating)

Le procédé de trempage-retrait consiste à immerger un substrat dans une solution puis de le retirer à vitesse constante pour former une couche mince. La figure 6.7 reprend le mécanisme de formation d'un film mince par trempage-retrait.

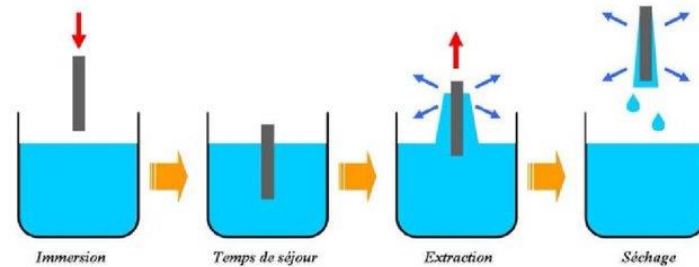


Figure 6.7 : Représentation schématique du trempage-retrait [Demnati, 2011].

Cette méthode permet le traitement des deux faces du substrat en un seul passage et assure le revêtement de substrats aux formes et dimensions complexes. Contrairement à l'enduction centrifuge où quelques millilitres de solution suffisent, ce procédé requiert de grandes quantités. L'épaisseur du dépôt (e_{dip}) est donnée par la relation Landau-Levich [Landau et Levich, 1942].

$$e_{\text{dip}} = 0.94 \frac{(\eta V)^{\frac{2}{3}}}{\gamma^{\frac{1}{6}} (\rho g)^{\frac{1}{2}}} \quad \text{Eq (6.2)}$$

avec ρ la masse volumique du sol, γ la tension superficielle du sol, g l'accélération du champ de pesanteur, η la viscosité et V la vitesse de retrait. Le contrôle de la vitesse de retrait du substrat et la connaissance des paramètres physico-chimiques du sol permettent de maîtriser l'épaisseur du dépôt.

6.4 Propriétés antireflets d'une monocouche mince sol-gel

Le cas le plus simple et qui nous intéresse dans cette thèse est l'antireflet en une seule couche, schématisé en figure 6.8. Un faisceau lumineux monochromatique de longueur d'onde λ_0 et d'intensité I se propageant dans l'air d'indice n_a , est transmis dans la couche antireflet d'indice n_c d'épaisseur e_c et traverse un substrat semi-infini d'indice n_s .

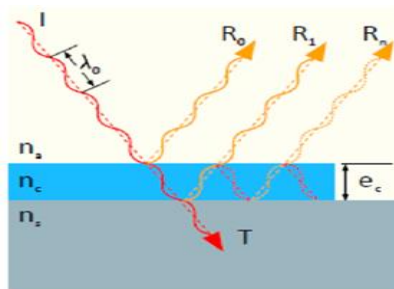


Figure 6.8 : Représentation schématique d'un monocouche antireflet [Guillemot, 2010].

La condition sur l'indice optique de la couche antireflets est donc (voir annexe 3) :

$$n_c = \sqrt{n_s n_a} \quad \text{Eq (6.3)}$$

Où, n_s et n_a sont les indices optiques du substrat et de l'air.

L'indice optique est lié au taux de porosité des dépôts de SILCOL par l'équation suivante [Yoldas, 1980] :

$$n_c^2 = n_{\text{SiO}_2}^2(1 - P) + n_0^2 P \quad \text{Eq (6.4)}$$

Avec n_c l'indice optique de la couche antireflet, n_{SiO_2} l'indice optique de la silice massive et P la fraction volumique en pourcentage des inclusions remplies d'air. Donc, avec 55% de porosité, l'indice optique de la couche antireflet est de $n_c = 1.22$. Pour un substrat de silice avec $n_{\text{SiO}_2} = 1.45$, la condition (6.14) est respectée. Il suffit alors de contrôler l'épaisseur du revêtement via les différentes techniques de dépôt pour définir la longueur d'onde λ_0 pour laquelle le maximum de transmission est atteint selon l'équation (6.5).

6.5 Post-traitement : Durcissement ammoniac

Lors du dépôt par l'une des deux techniques que nous avons vues précédemment, les nanoparticules de silice se répartissent de manière aléatoire sur le substrat [Li, 2012], [Li et Shen, 2011]. Les interactions entre les nanoparticules et le substrat sont de type Van der Waals donc très faibles (fig 6.9).

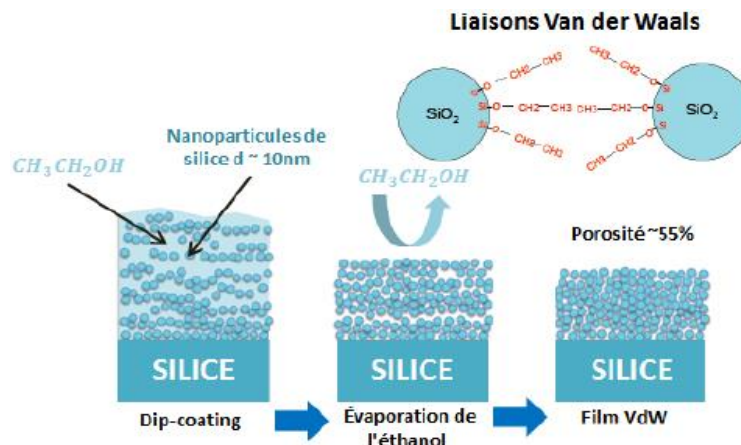


Figure 6.9 : Formation des couches minces antireflets [Avice, 2018].

Fragilité des couches minces antireflet

Les couches antireflets réalisées par sol-gel sont peu adhérentes donc facilement effaçables (décollement). En effet, ces revêtements sont irréversiblement endommagés lorsqu'ils sont physiquement sollicités. Cette faible adhérence de la couche mince peut se présenter comme un avantage car elle permet, si le revêtement s'endommage, un retrait facile et rapide de la couche sans passer par une étape de repolissage des composants optiques fastidieuse et onéreuse. Cependant, la fragilité du

traitement antireflet rend toute étape de manipulation des composants optiques du LMJ risquée pour le revêtement antireflet.

Pour augmenter l'adhésion des couches antireflet sur les optiques, Le CEA a opté pour l'utilisation d'une solution colloïdale de silice décrite par Stober qui, après dépôt en couche mince, subit un post-traitement dans une atmosphère saturée en eau et en ammoniac à température ambiante [Belleville et Floch, 1994] (fig 6.10).

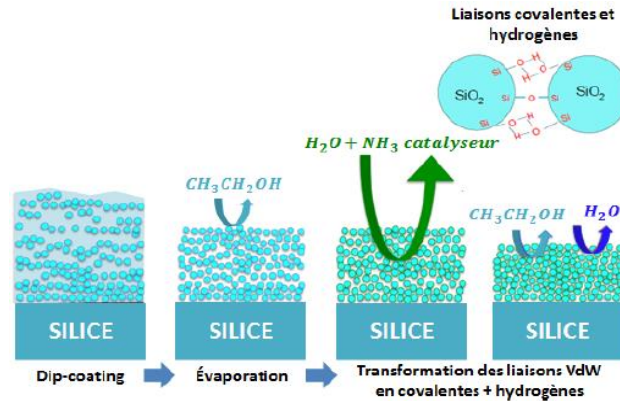


Figure 6.10 : Principe du durcissement ammoniac [Avice, 2018].

Après le dépôt de la couche mince, l'éthanol situé dans les pores du film subit une évaporation. Les liaisons sont alors initialement de type Van der Walls (VdW). L'atmosphère saturée en eau et en ammoniac permet de renforcer le film antireflet en créant des liaisons de types covalentes et hydrogènes (CV-H) (fig 6.10). Cette technique permet également d'éviter un traitement thermique et donc augmenter la tenue mécanique de film sol-gel [Avice, 2017].

6.6 Configuration des échantillons réalisés par le CEA

Deux échantillons ont été fournis par le CEA dans le but de déterminer l'épaisseur et le module d'Young des différentes couches antireflets qui sont déposées par dip-coating sur des substrats en Silice. Dans le souci de faire les essais optiques en transmission sur les mêmes échantillons, seule la moitié de la surface circulaire de chaque face de l'échantillon est revêtu de film mince antireflet, l'autre partie est protégée par un scotch qui sera enlevé après l'étape du dip-coating. Sur la face antagoniste l'inverse de la configuration est appliqué (fig 6.11). Ainsi, lors des essais de spectroscopie en transmission le faisceau va traverser une seule couche mince antireflet.

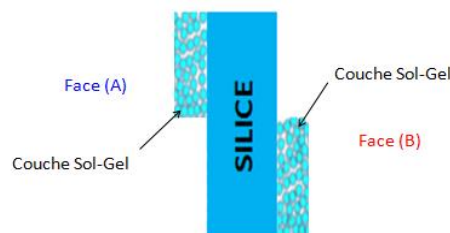


Figure 6.11 : Schéma d'une coupe transversale des échantillons.

Echantillons fabriqués par le CEA

Pour évaluer le renforcement des couches antireflet et le changement des épaisseurs après l'application du procédé de durcissement ammoniac, le CEA nous a fournies deux échantillons :

- 1- Echantillon (E1) où les couches minces antireflets sont non durcies ;
- 2- Echantillon (E2) où les couches minces antireflets ont subi un durcissement ammoniac de 17h.

Les deux faces de chaque échantillon réalisé par dip-coating sont référencées (face A et face B) pour ne pas les mélanger et pour pouvoir en déduire les propriétés de chaque couche déposée sur les deux faces d'un même substrat (optique en verre).

Les couches minces antireflets fabriquées sont caractérisées par un taux de porosité de 55%, la densité des couches minces antireflets est de $990 \text{ (kg/m}^3\text{)}$. La taille des particules de silice qui forment la couche mince est d'environ 10 nm, ceci n'engendre pas de problèmes liés à la diffraction des ondes lors des interactions avec les particules, car les longueurs d'ondes générées sont à l'échelle micrométrique, $27 \mu\text{m}$ à $170 \mu\text{m}$. Dans cette partie, nous allons déterminer les courbes de dispersion expérimentales des ondes SAW sur les faces des échantillons E1 et E2. L'onde acoustique de surface large bande [20-125] MHz se propage sur la partie revêtue de chaque face du substrat (optique), dans cette configuration l'onde se propagera sur une structure de type couche sur substrat (fig 6.12).

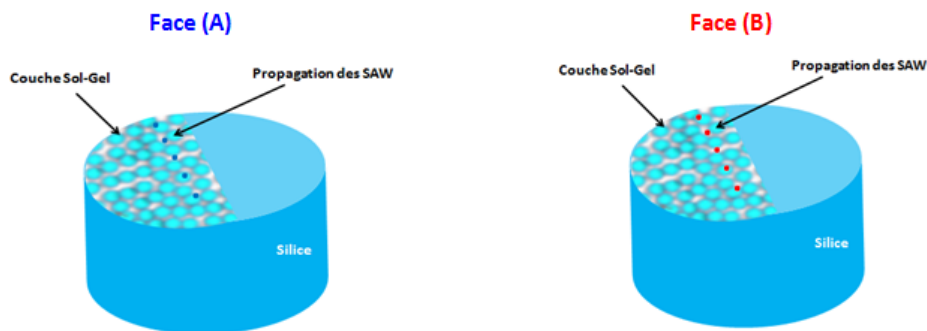


Figure 6.12 : Représentation schématique de l'échantillon (E1) non durci.

Les revêtements antireflets sont déposés par dip-coating à partir d'une solution de silice colloïdale ($d = 10 \text{ nm}$) dans l'éthanol. Après séchage de l'éthanol, le film mince se stabilise par l'empilement des nanoparticules de silice. La couche mince présente alors une porosité de 55%, voir le schéma de principe figure 6.13.

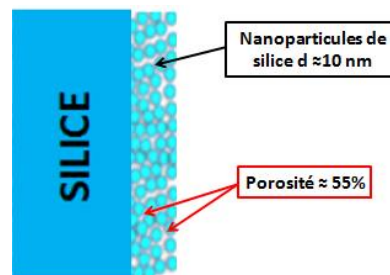


Figure 6.13 : Représentation schématique d'une couche antireflet.

En contrôlant l'épaisseur de la couche mince sur les deux faces du substrat, il est possible de s'assurer de la longueur d'onde à laquelle on a le maximum de transmission du flux lumineux. Nous avons vu que les nanoparticules de silice sont initialement reliées par des liaisons faibles de type Van der Waals (VdW).

Dans la structure couche antireflet sur un substrat de Silice, la vitesse de phase des ondes acoustiques de surface (SAW) de type Rayleigh dépend des paramètres mécaniques (ρ_c, E_c, v_c) et de l'épaisseur (e_p) de la couche mince et des propriétés du substrat (ρ_s, E_s, v_s) [Fall, 2016]. Les propriétés entre la couche mince étant différentes de celles du substrat, les ondes acoustiques de surface deviennent dispersives. Cette caractéristique donne l'opportunité de déduire expérimentalement les propriétés, e_p, E_c et v_c à la fois de la couche antireflet et du substrat en Silice (E_s, v_s) via une procédure d'inversion décrite précédemment. Pour la détermination de ces paramètres, la caractérisation ultrasonore des échantillons fournit la courbe de dispersion expérimentale (mesurée), donnant la vitesse de phase et la dispersion des SAW. En utilisant la courbe de dispersion théorique $V^{th}(f)$ et la courbe de dispersion expérimentale $V^{exp}(f)$, l'épaisseur et le module d'Young du film mince peuvent être estimés.

Pour évaluer le renforcement du réseau de nanoparticules de silice après le procédé de durcissement ammoniac de la couche antireflet, nous avons réalisé des mesures ultrasonores non destructives, en utilisant le dispositif expérimental schématisé sur la figure 6.14.

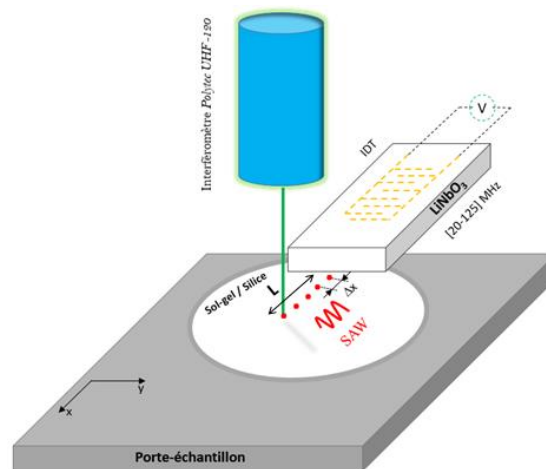


Figure 6.14 : Schéma du protocole de mesure, $L = 20 \text{ mm}$ et $\Delta x = 100 \mu\text{m}$.

Cette technique permet la génération des ondes acoustiques de surface (SAW) sur la surface de l'échantillon ainsi que leur détection. Une fois la courbe de dispersion expérimentale déterminée, la résolution du problème inverse permet de remonter à une évaluation des épaisseurs et des modules d'Young des couches antireflets non durcies et durcies par le flux d'ammoniac. Il est à noter que des études précédentes ont montré les potentialités de la méthode pour la caractérisation de couche sol gel de type PDMS/silice dont les épaisseurs se situaient entre 0,6 et 2,6 μm [Fall, 2016], [Compoint, 2016].

6.6.1 Détermination des propriétés de la partie non revêtu du substrat (E_s, ν_s)

Pour évaluer les propriétés mécaniques, module d'Young (E_s) et coefficient de Poisson (ν_s) de la partie non revêtue du substrat, c'est-à-dire sur la surface du substrat en silice, celle qui a été protégée par le scotch (fig 6.15) lors de l'étape du dip-coating et du durcissement par flux d'ammoniac, on fait propager l'onde acoustique de surface dans la gamme de fréquences [20-125] MHz sur la partie non revêtue sur une longueur de $L = 20$ mm, et l'acquisition des déplacements temporel se fait tous les $\Delta x = 100 \mu\text{m}$ (fig 6.14).

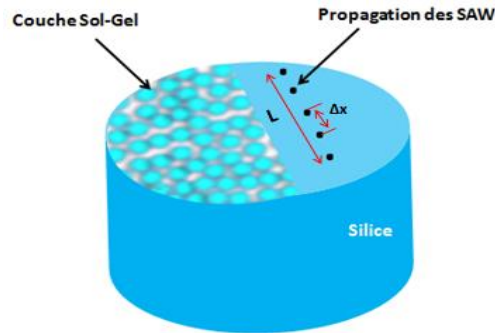


Figure 6.15 : Schéma du protocole de mesure pour déterminer les propriétés du substrat.

Une fois l'acquisition des différents points du B-scan réalisée, un traitement via la transformée de Slant - Stack permet d'obtenir la courbe dispersion des SAW (fig 6.16).

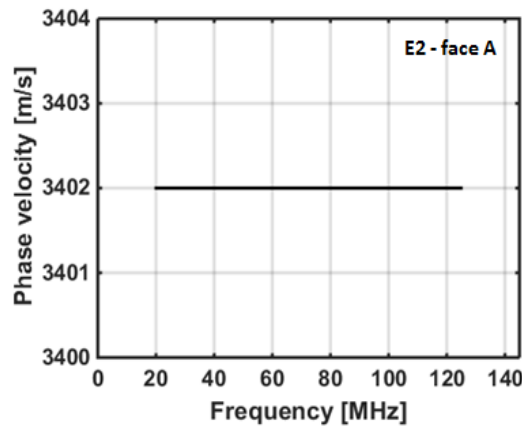


Figure 6.16 : Courbe de dispersion des ondes acoustiques de surface mesurée sur la surface du substrat (verre) non revêtu.

De la figure 6.15, on peut constater que la vitesse des ondes acoustiques de surface est constante et elle est indépendante de la fréquence f de l'onde. Dans un matériau homogène et isotrope comme le substrat de silice, la vitesse de phase V_R de l'onde dépend uniquement des paramètres du matériau : module d'Young (E_s), densité (ρ_s) et coefficient de Poisson (ν_s). La masse volumique du substrat était connue et donnée par le CEA. La courbe de dispersion théorique qui correspond à la courbe expérimentale a les caractéristiques regroupées dans le tableau 6.1. Les résultats ont été confirmés sur l'ensemble des 4 faces non revêtues des deux échantillons E1 et E2.

Tableau 6.1 : Caractéristiques du substrat de verres déterminées expérimentalement.

Paramètres	ρ_s [kg/m ³]	E_s [GPa]	ν_s	V_L [m/s]	V_T [m/s]	V_R [m/s]
Substrat (Silice)	2202	72.3	0.163	5915	3763	3402

6.6.2 Détermination des épaisseurs et des modules d'Young des 4 couches minces antireflets déposés sur les faces des deux échantillons, E1 et E2

Afin de déterminer la courbe de dispersion expérimentale des SAW, à titre d'exemple on fait propager l'onde acoustique de surface large bande [20-125] MHz sur la partie revêtue de la face (A) de l'échantillon (E1) qui n'a pas subi de durcissement par le flux d'ammoniac. L'onde parcourt une distance de 20 mm, et l'acquisition des points qui vont servir pour calculer la courbe de dispersion expérimentale se fait tous les 100 μm , la figure 6.17 illustre quelques signaux des déplacements temporels de l'onde et son spectre moyen, l'atténuation de l'onde de surface est quasi négligeable et un bon niveau d'amplitude est conservé tout le long du chemin de propagation.

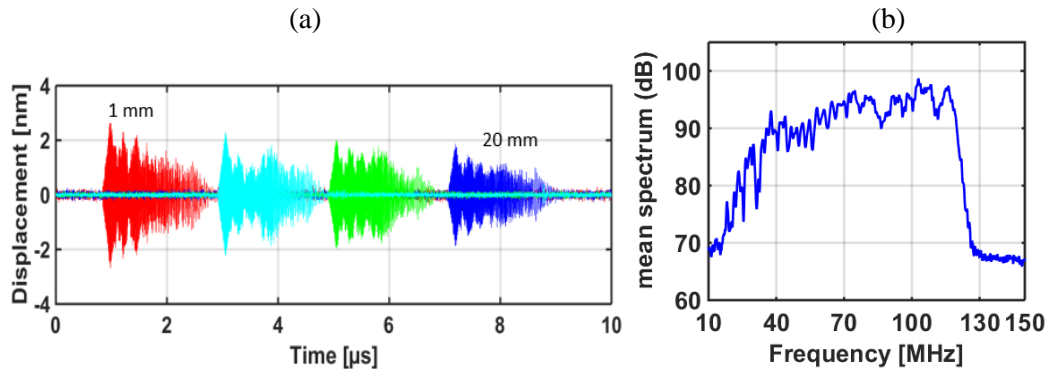


Figure 6.17 : Signaux de déplacements (a) et spectre moyen (b) des déplacements temporels de l'onde de surface au cours de la propagation sur une distance de 20 mm.

La courbe de dispersion expérimentale (ligne continue en vert) de la couche mince antireflet sur la face (A) de l'échantillon (E1) non durci, est illustrée à la figure 6.18 (b). Comme mentionné auparavant, cette courbe de dispersion expérimentale sera ajustée et superposée avec un ensemble de courbes de dispersion théoriques qui seront extrapolées jusqu'à la fréquence nulle. A la fréquence nulle, la vitesse de phase de l'onde SAW correspond à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat (Silice).

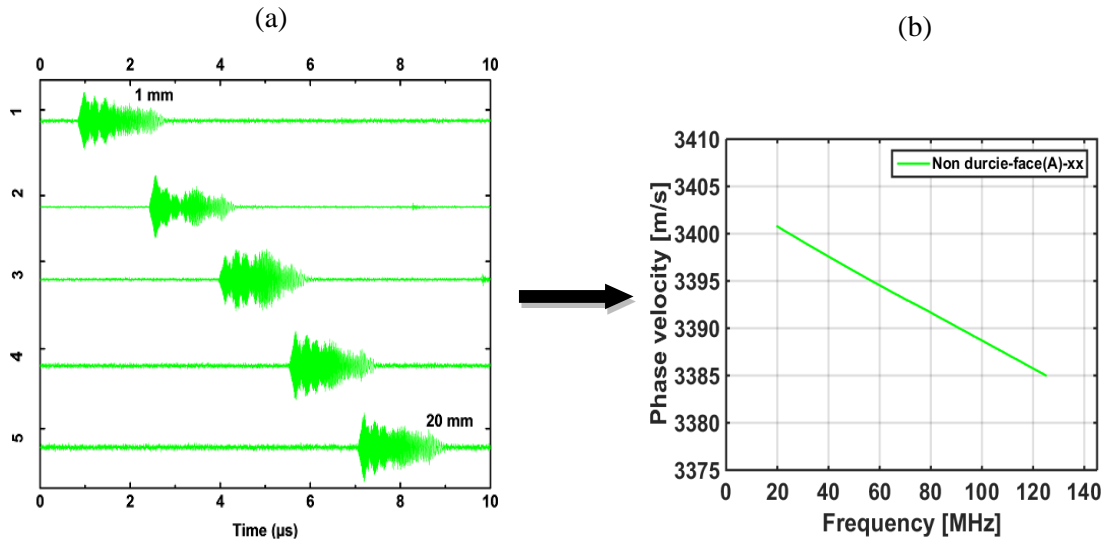


Figure 6.18 : (a) quelques signaux du premier mode de Rayleigh mesurés après différentes distances de propagation. (b) courbe de dispersion expérimentale résultante (transformée de Slant-Stack).

La figure 6.18(a) montre quelques signaux mesurés et la courbe de dispersion expérimentale correspondante à la couche antireflet face (A) de l'échantillon (E1) non durci. Malgré le faible contraste entre la couche antireflet et le substrat en Silice, les SAW dans la gamme de fréquences [20-125] MHz sont sensibles à la présence de la couche, $\Delta V = 16$ (m/s), avec $\Delta V = (V_{\text{SAW}}(f = 20 \text{ MHz}) - V_{\text{SAW}}(f = 125 \text{ MHz}))$. La figure 6.18(b) montre la courbe de dispersion résultante, calculée à l'aide de la transformée de Slant-stack pour les 201 signaux.

La figure 6.19 montre l'image 3D du B-scan obtenu lors de la propagation de l'onde de surface sur la face (A) de l'échantillon (E1) non durci avec le vibromètre laser (UHF-120) correspondant à une excitation du transducteur d'une durée de $1 \mu\text{s}$ dans une gamme de fréquences allant de 20 à 125 MHz. Le B-scan a été effectué le long d'une ligne perpendiculaire à l'axe de l'IDT sur la surface de la couche antireflet à caractériser, face (A) de l'échantillon (E1). La longueur de balayage est de 20 mm (fig 6.19) avec une résolution (pas) de $\Delta x = 100 \mu\text{m}$, ce qui correspond à 201 points de balayage.

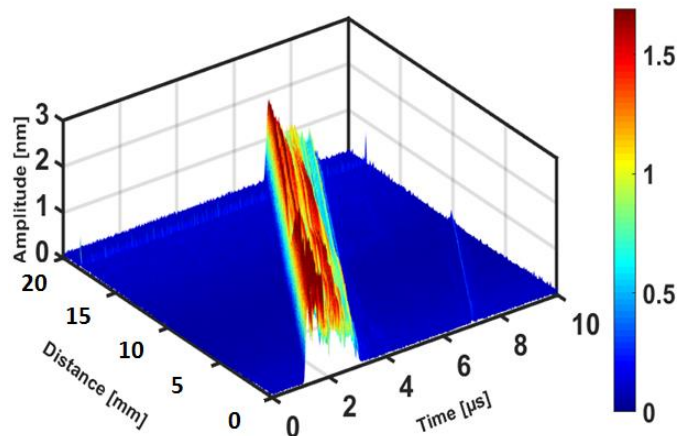


Figure 6.19 : Représentation 3D de la matrice espace-temps et l'évolution de l'amplitude des 201 signaux acquis lors du B-scan $L = 20$ mm.

Pour la face (A) de l'échantillon (E1), après optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche mince et du substrat, pour le film mince la courbe de dispersion théorique la plus appropriée a les propriétés suivantes : $E_c = 2.4$ GPa, $\nu_c = 0.39$, $\rho_c = 990$ (kg/m³) et $e_p = 219$ nm, où E_c est le module d'Young, ν_c est le coefficient de Poisson, ρ_c est la densité de la couche mince et e_p est l'épaisseur de la couche mince antireflet. Les différentes figures qui illustrent les étapes d'optimisation des différents paramètres sont représentées sur la figure 6.20. Les propriétés du substrat de verre utilisées pour tracer les courbes théoriques était : $E_s = 72.6$ (GPa), $\rho_s = 2202$ (kg/m³) et $\nu_s = 0.165$, où E_s est le module d'Young, ν_s est le coefficient de Poisson, ρ_s est la densité du substrat. Ce qui correspond à une vitesse de l'onde de Rayleigh, $V_R = 3404$ (m/s).

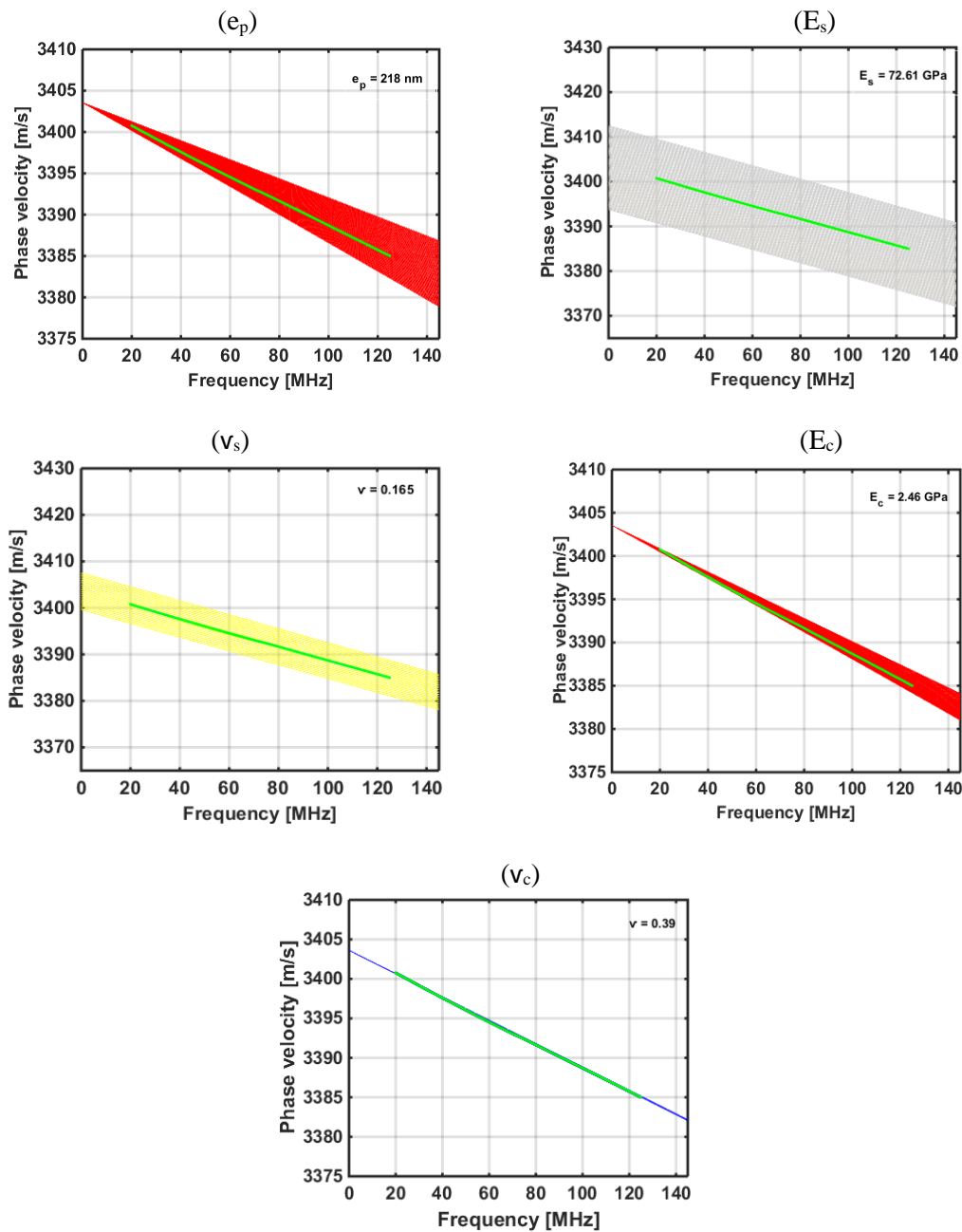


Figure 6.20 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche antireflet et du substrat de silice.

La combinaison des paramètres estimés pour le substrat et la couche mince antireflet permet d'obtenir la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement, le résultat est représenté sur la figure 6.21, la courbe théorique est en pointillés et la courbe expérimentale en ligne continue.

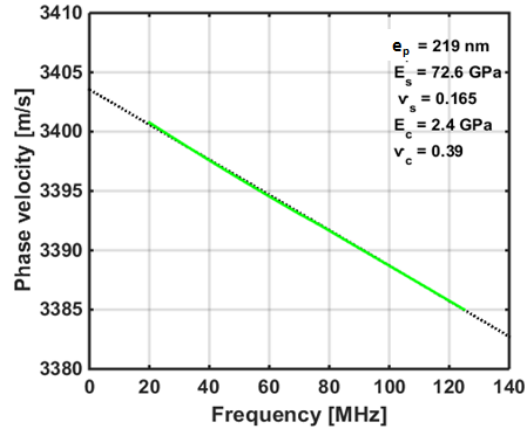


Figure 6.21 : Courbe de dispersion expérimentale sur la face (A) de l'échantillon (E1) non durci en ligne continue (vert), courbe théorique (ligne en pointillée).

La même procédure est appliquée pour la face (B) de l'échantillon (E1) non durci et sur les deux faces de l'échantillon (E2) durci avec à un flux de vapeurs d'ammoniac pendant 17 h. L'ensemble des courbes de dispersion expérimentales est représenté sur la figure 6.22. La figure montre les courbes de dispersion expérimentales (lignes continues) et théoriques (lignes en pointillées) qui permettent la détermination de l'épaisseur et du module d'Young ainsi que le coefficient de Poisson des différents films minces antireflets par le meilleur ajustement des courbes de dispersion expérimentales avec celles obtenues à partir du calcul théorique.

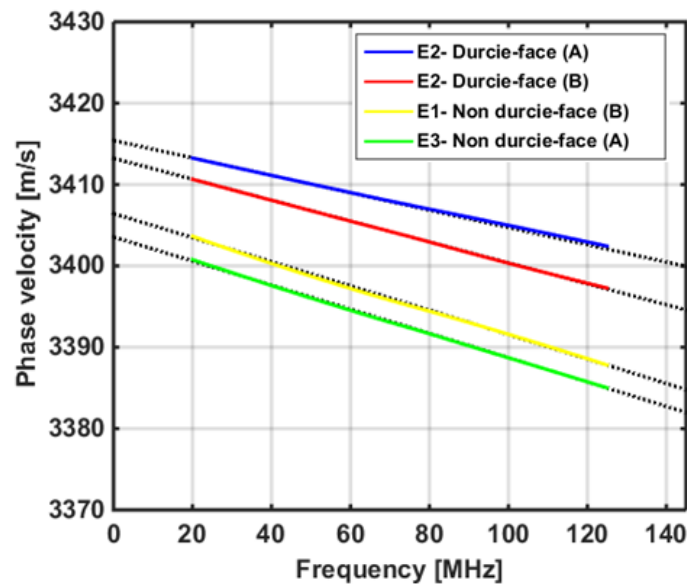


Figure 6.22 : Détermination des épaisseurs et des modules d'Young par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

Le tableau 6.2 ci-dessous récapitule les résultats obtenus, et regroupe les différentes propriétés (ρ_c , e_p , E_c , ν_c) des couches minces antireflets pour les deux échantillons, l'échantillon (E1) non durci et l'échantillon (E2) qui a subi le post traitement par un flux d'ammoniac durant 17 h.

Tableau 6.2 : Caractéristiques dimensionnelles et propriétés mécaniques des différentes couches minces antireflets E1 (couche non durcie) et E2 (couche durcie).

Échantillon	Couche	ρ_c [kg/m ³]	e_p [nm]	E_c [GPa]	ν_c
E1 non durcie	Face (A)	990	219	2.4	0.39
	Face (B)	990	218	2.38	0.39
E2 durcie 17h	Face (A)	990	185	7	0.38
	Face (B)	990	203	4.3	0.385

La masse volumique des couches était connue et donnée par le CEA.

Le tableau 6.3 regroupe les différentes propriétés (ρ , E , ν) des substrats (optiques en silice) pour les deux échantillons, l'échantillon (E1) non durci et l'échantillon (E2) qui a subi le post traitement par un flux d'ammoniac durant 17 h.

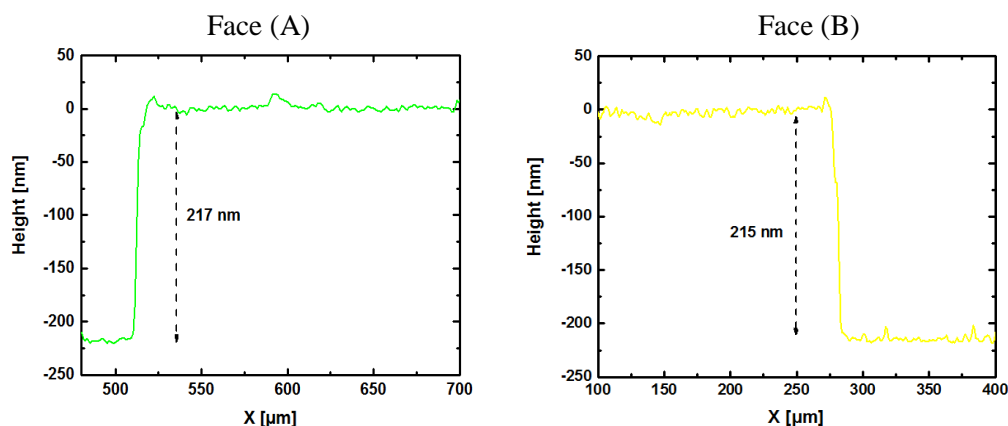
Tableau 6.3 : Caractéristiques des propriétés mécaniques des substrats E1 (couche non durcie) et E2 (couche durcie).

Paramètres du substrat	ρ_s [kg/m ³]	E_s [GPa]	ν_s
E1 – Face (A) revêtu	2202	72.6	0.165
E1 – Face (B) revêtu	2202	72.65	0.165
E2 – Face (A) revêtu	2202	73	0.17
E2 – Face (B) revêtu	2202	72.93	0.17

La masse volumique du substrat était connue et donnée par le CEA.

Afin de conforter les résultats obtenus en termes d'épaisseur avec une autre méthode de mesure, l'épaisseur des couches minces antireflets pour chaque échantillon a été mesurée au moyen d'un profilomètre, les résultats sont représentés sur la figure 6.23. Les résultats affichés sur les figures résultent de la moyenne des profils correspondant à chaque échantillon.

Echantillon (E1) - non durci



Echantillon (E2) - durci

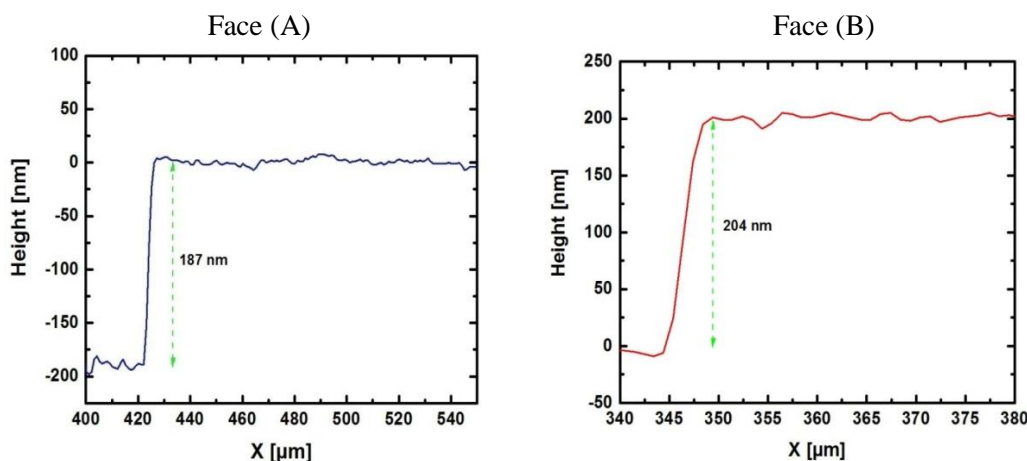


Figure 6.23 : Evaluation à l'aide d'un profilomètre de l'épaisseur des couches minces antireflets pour les échantillons E1 et E2.

Les résultats obtenus en termes d'épaisseur avec la méthode ultrasonore (inversion sur les courbes de dispersion expérimentales) et à l'aide du profilomètre sont regroupés dans le tableau 6.4.

Tableau 6.4 : Epaisseurs des couches minces antireflets estimées par la méthode d'inversion sur les courbes de dispersion expérimentales et par la profilométrie.

Echantillon	Face	Ultrasons-SAW (nm)	Profilométrie (nm)
E1 (non durci)	Face (A)	219	217
	Face (B)	218	215
E2 (durci)	Face (A)	185	187
	Face (B)	203	204

On peut constater une bonne corrélation entre les valeurs d'épaisseurs estimées par la méthode ultrasonore et par profilométrie. Il est nécessaire de rappeler que la mesure avec un profilomètre repose sur une mesure locale de l'épaisseur (effectuée sur les bords du dépôt), tandis que la méthode ultrasonore

(dispersion des ondes de surfaces) correspond à des mesures effectuées sur toute une partie de l'échantillon (distance de propagation de 20 mm) (ici localisée au centre du dépôt).

6.6.2.1 Discussion des résultats :

Comme attendu, le renforcement des liaisons entre les nanoparticules conduit à une augmentation du module d'Young de la couche mince antireflet. Les résultats pour les deux échantillons E1 et E2 présentent des différences d'épaisseurs et des modules d'Young des couches et aussi des substrats sur chacune des faces des échantillons.

L'épaisseur de la couche mince antireflet déposée sur la face (A) de l'échantillon E1 non durci est de 219 nm et son module d'Young est de 2.4 GPa. Cependant, il existe une différence significative entre ces valeurs et celles de l'épaisseur et du module d'Young pour les couches minces déposées sur l'échantillon (E2) ayant subi un durcissement ammoniac durant 17 h, l'épaisseur est de 185 nm et le module d'Young est de 7 GPa. La diminution de l'épaisseur (retrait) après le durcissement ammoniac est accompagnée d'une hausse significative du module d'Young de la couche antireflet. Pour un retrait d'épaisseur de 15.5 % le module d'Young augmente de 66 %. Le traitement ammoniac conduit donc à une diminution en épaisseur de la couche mince au détriment d'une augmentation importante de sa rigidité mécanique.

On note aussi une augmentation du module d'Young du substrat qui se traduit par une vitesse de l'onde de Rayleigh plus élevée à la fréquence $f = 0$ MHz, fig 6.22. Ceci est vraisemblablement dû à la pénétration des molécules d'eau et d'ammoniac à l'intérieur des couches minces jusqu'à atteindre l'interface couche-substrat, ce qui permet d'améliorer l'adhérence de la couche au substrat. Cette augmentation du module d'Young du substrat dans la région proche de l'interface couche-substrat peut s'expliquer par le changement de la nature des interactions entre les particules colloïdales et le substrat, passant de liaisons Van Der Waals (faibles) à covalentes et hydrogènes (fortes). Cependant, on constate que sur la face (B) de l'échantillon (E2) durci, la couche antireflet est 10 % plus épaisse par rapport à l'autre face du même échantillon, son épaisseur est de 203 nm. La couche montre aussi de moins bonnes propriétés mécaniques, module d'Young égale 4.3 GPa. La différence d'épaisseur peut être expliquée par l'angle de pose de l'échantillon dans l'enceinte où l'exposition aux flux d'ammoniac s'effectue, la face (A) est plus exposée au flux d'ammoniac. Ce renforcement, 20% plus faible de la couche déposée sur la face (B) de l'échantillon (E2) durci, est probablement dû au phénomène de fissuration de la couche mince lié à l'évaporation de la solution d'ammoniac lors du procédé de renforcement, qu'on appelle le faiçonnage en surface des couches antireflets, dont un exemple est donné en figure 6.24, ce phénomène est récurrent dans les couches sol-gel poreuses plus épaisses. Ce phénomène de fissuration de la couche antireflet a pour effet de diffuser la lumière pouvant entraîner l'ASE (Amplified Spontaneous Emission) dans les amplificateurs mais ne semble pas gênant pour l'endommagement laser [Boulder, 2017].

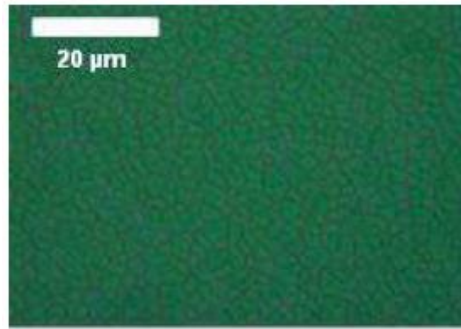


Figure 6.24 : Microscopie optique d'une couche de silice colloïdale faïencée [Avice, 2017].

Ces valeurs de module d'Young sont tout à fait comparables à des résultats obtenus par acoustique picoseconde [Ruello et al, 2017]. Cette méthode offre l'avantage d'être sans contact, mais elle est par contre ponctuelle et nécessite le dépôt d'une couche métallique pour absorber l'énergie électromagnétique.

6.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu quelques composants optiques de l'installation LMJ fonctionnant en transmission qui sont revêtus d'une couche antireflets réalisée par procédé sol-gel dont nous avons donné la description et les méthodes de déposition. L'intérêt de cette étude se porte sur les couches antireflets des lentilles ou hublots du LMJ. Et notamment, nous nous sommes penchés plus spécifiquement sur le durcissement ammoniac que subissent ces composants pour renforcer le revêtement antireflet et améliorer son adhérence au substrat (Silice). Les résultats obtenus avec la dispersion des SAW montrent que le film se renforçait mécaniquement, module d'Young plus important, grâce à la création de liaisons hydrogènes et covalentes entre nanoparticules impliquant donc une diminution d'épaisseur. L'autre observation est que les propriétés mécaniques du substrat (optique en silice) augmentent après durcissement par le flux d'ammoniac, Cet effet peut être relié à une diffusion des molécules de NH_3 dans la couche antireflet jusqu'à atteindre l'interface couche/substrat, puis formation de liaison fortes entre le substrat et la couche qui permet d'avoir une meilleure adhérence de celle-ci avec le substrat.

7 Chapitre 7 : Caractérisation des couches de silicium mesoporeux

Table des matières

7.1	Introduction.....	197
7.2	Introduction aux « films minces poreux ».....	197
7.3	Couches de Silicium mesoporeux.....	198
7.4	Morphologie du Silicium mésoporeux	199
7.4.1	Porosité.....	199
7.4.2	Epaisseur de la couche poreuse	201
7.4.3	Surface spécifique.....	201
7.4.4	Taille des cristallites.....	202
7.5	La morphologie.....	203
7.6	L'oxydation du silicium poreux	204
7.7	Méthodes de mesure des propriétés de la couche de silicium poreux	206
7.7.1	Microscopie électronique	206
7.7.2	Diffraction des rayons X.....	207
7.7.3	Spectroscopie Raman	207
7.7.4	Spectrométrie par ellipsométrie	208
7.7.5	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	208
7.7.6	Spectroscopie SLIM.....	208
7.7.7	Adsorption isotherme (BET)	208
7.8	Dispositif mis en œuvre au laboratoire (IEMN) pour l'élaboration de couches de silicium mésoporeux	210
7.8.1	Cuve d'électrolyse	210
7.9	Fabrication des échantillons	211
7.9.1	Choix du substrat.....	212
7.9.2	Nettoyage des substrats.....	212
7.9.3	Description des différents échantillons réalisés.....	213
7.10	Caractérisation des propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches de silicium mesoporeux avec la méthode ultrasonore IDT-HFSAW.....	214
7.10.1	Courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons (SiP / Si (100))	215
7.10.2	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20 - 125] MHz	216
7.10.3	Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 - 260] MHz	219
7.10.4	Superposition des courbes de dispersion mesurées dans la bande de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz	222

7.11	Présence d'un gradient de propriétés mécanique (porosité) dans les couche de SiP pour les échantillons E5, E6 et E7.....	224
7.12	Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés mécaniques des couches de silicium mésoporeux et du substrat de silicium (100).....	225
7.12.1	Estimation du taux de porosité	227
7.12.2	Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7)	228
	Pour l'échantillon E7, la bande de fréquences utilisée ne permet pas de voir à quelle fréquence la vitesse des SAW est minimale. Pour faire estimer ses propriétés, on a fait l'hypothèse que la vitesse des SAW la plus faible est à 20 MHz. Les résultats obtenus doivent donc être pris avec précaution.	229
7.13	Caractérisation morphologique du silicium poreux.....	230
7.13.1	Taux de porosités des couches de silicium poreux	230
7.13.2	L'épaisseur des couches de silicium poreux.....	231
7.14	Caractérisation mécanique par nanoindentation de couches de Silicium poreux nanostructurées ..	233
7.14.1	Résultats et discussions.....	234
7.14.2	Evolution de la dureté des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité	236
7.14.3	Evolution du module d'Young des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité .	237
7.15	Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la nanoindentation (Module d'Young).....	239
7.16	Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la microscopie électronique à balayage (MEB) (Epaisseur)	240
7.17	Conclusion	241

7.1 Introduction

Les films minces représentent un secteur stratégique de l'ingénierie moderne qui s'efforce de développer des revêtements avec des caractéristiques particulières à la plus petite échelle possible. Ils apparaissent le plus souvent dans les semi-conducteurs où ils forment la base de tous les circuits électroniques, mais les recherches sur les films minces existent dans de nombreux autres domaines pour déterminer leurs propriétés mécaniques, électriques, chimiques et optiques. La caractérisation mécanique des couches minces a été un défi permanent en raison de leurs caractéristiques géométriques qui sont à l'échelle nanométrique. Cependant les films minces émergents se concentrent sur les matériaux avec une porosité importante, des morphologies complexes, et des surfaces nanostructurées qui engendrent des difficultés supplémentaires pour l'analyse mécanique. Cette partie du manuscrit se concentre sur l'étude des « films minces » poreux avec la méthode IDT-HFSAW. Cette étude montre comment la méthode IDT-HFSAW peut être une méthode complémentaire et efficace pour la caractérisation des couches poreuses grâce à la dispersion des ondes acoustiques de surface. Ainsi, IDT-HFSAW ouvre de nombreuses voies vers la caractérisation mécanique de films minces poreux. Comme les films minces continuent de tendre vers la plus petite échelle avec des morphologies plus complexes, IDT-HFSAW pourrait bien devenir une technique précieuse et indispensable. La technique de nanoindentation a été utilisée pour mesurer le module d'Young et la dureté du SiP. Les résultats obtenus avec cette méthode seront utilisés pour confirmer les propriétés élastiques, principalement le module d'Young, évalué avec la méthode IDT-HFSAW, et d'autres méthodes de corrélation pour évaluer les résultats sur l'épaisseur des couches poreuses mesurées avec la méthode IDT-HFSAW seront explorés, principalement la microscopie électronique à balayage (MEB).

7.2 Introduction aux « films minces poreux »

Les films poreux font partie des matériaux diélectriques modernes les plus importants, car leurs capacités isolantes peuvent surclasser celles de leurs équivalents denses. Ceci est particulièrement utile pour l'industrie des semi-conducteurs, parce que certaines innovations dans ce secteur dépendent du développement et de l'application de films minces avec une constante diélectrique ultra-faible (ultra-low- k). La voie du développement des films poreux a été d'exploiter la faible constante diélectrique de l'air en introduisant autant de porosité possible dans un matériau tout en conservant une structure suffisamment solide. L'anodisation électrochimique est un moyen classique pour obtenir de tels films. La technologie consiste à graver la structure qui conduit à la formation de porosités colonnaires de diamètres nanométriques. Le Silicium mésoporeux (MPS) réalisé avec l'anodisation électrochimique est le meilleur exemple qui peut être cité. Un film poreux doit répondre à des exigences thermiques, électriques, mécaniques et chimiques strictes pour être applicable comme matériau ayant une ultra-basse constante diélectrique. L'un des plus grands défis à relever pour l'application des films minces poreux

est la baisse considérable des propriétés mécaniques associées à l'augmentation de la porosité. Ainsi, la caractérisation mécanique des films poreux est nécessaire.

7.3 Couches de Silicium mésoporeux

Dans la technologie des semi-conducteurs, le silicium mésoporeux (MPS) trouve un grand intérêt notamment pour ses propriétés thermiques ou même diélectriques qui jouent un rôle important notamment pour la fabrication de microsystèmes ou de micro-capteurs [Ziouche et al, 2010]. En effet, il est maintenant utilisé aussi bien en médecine [Cheng, 2008] qu'en tant que couche de passivation en microélectronique [Capelle, 2011] ou comme couche sensible pour les capteurs [Ozdemir et Gole, 2007]. Les films de MPS doivent répondre à des exigences thermiques, électriques, optiques et mécaniques strictes pour être utilisés comme matériau ayant une ultra-basse constante diélectrique ou comme revêtements antireflets pour les applications en optoélectronique [Canham, 1990].

Le silicium mésoporeux, étudié ici, est obtenu par gravure électrochimique de silicium fortement dopé P⁺⁺. La forme micro-structurée obtenue a une porosité qui influe fortement sur les propriétés mécaniques de la couche MPS. L'un des plus grands défis à relever pour l'application des films de MPS est la baisse considérable des propriétés mécaniques associées à l'augmentation de la porosité. Ainsi, la caractérisation mécanique des couches MPS est nécessaire. Les couches MPS peuvent avoir une structure fragile nécessitant des méthodes d'évaluation de leurs propriétés sans les endommager. Cependant, la plupart des méthodes de caractérisation du MPS sont encore destructives ou limitées [Buttard, 1998], [Ferrieu, 1992], ce qui rend difficile l'utilisation du MPS dans les applications où une forte répétabilité et fiabilité sont nécessaires. Certaines méthodes de fabrication du Silicium mésoporeux sont limitées par le manque de reproductibilité en termes d'épaisseur et taux de porosité des couches de silicium poreux. En effet, les caractéristiques finales sont très dépendantes des conditions de gravures et il est difficile de prévoir avec précision la porosité et la profondeur de la gravure. Afin de permettre une amélioration de la reproductibilité de la gravure, une méthode de contrôle non destructive est nécessaire. Premièrement, dans ce chapitre nous ferons une étude bibliographique sur le silicium poreux (SiP). Nous présentons les méthodes d'élaboration du silicium poreux et le mécanisme de sa formation, les conditions d'anodisation, la chimie de dissolution et les différents types de silicium poreux, puis nous montrons qu'il est possible de contrôler les paramètres caractéristiques de sa structure en terme de morphologie, d'épaisseur ou de porosité afin d'adapter ses propriétés pour son intégration dans diverses applications visées.

Nous nous intéresserons ensuite aux propriétés mécaniques et dimensionnelles obtenues par la méthode ultrasonore IDT-HFSAW afin de déterminer d'une manière non destructive l'épaisseur et le module d'Young de couches de silicium mésoporeux, ainsi que leur taux de porosité. Afin de confirmer les résultats obtenus par la méthode ultrasonore les échantillons sont caractérisés par la technique de nanoindentation pour estimer le module d'Young et la dureté des couches de silicium mésoporeux, puis

la morphologie de la surface et la structure du volume ainsi que l'épaisseur de la couche MPS sont caractérisés par la microscopie électronique à balayage (MEB). Cette méthode impose de détruire l'échantillon (clivage) mais elle a l'avantage de pouvoir visualiser directement la structure de la porosité et l'épaisseur de la couche poreuse.

7.4 Morphologie du Silicium mésoporeux

Nous allons maintenant présenter des caractéristiques microscopiques et macroscopiques telles que l'épaisseur, la porosité, la morphologie et la taille des pores des couches poreuses obtenues par voie électrochimique. La structure spéciale de Si poreux peut être perçue soit comme un réseau de pores interconnectés dans un cristal de Silicium soit comme un squelette de cristallites interconnectées dans du vide (figure 7.1).

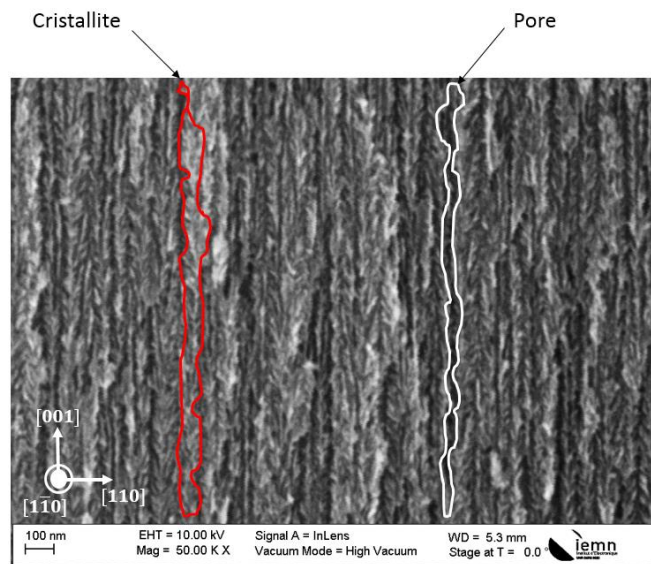


Figure 7.1 : Image MEB vue en coupe de Si mésoporeux mettant en évidence l'aspect branchial des cristallites.

Le silicium mésoporeux préparé à partir de substrats de Si (100) de type P⁺⁺ a des cristallites de type colonnaire, avec des branchements latéraux. Cullis [Cullis, 1997] compare leur croissance à celle des branches de « sapin ». Leur diamètre dépend des conditions de préparation et est compris entre 3 nm et 50 nm [Herino, 1987]. Ces cristallites sont constituées du Si résiduel, interconnectées entre elles et constituent le squelette de Si poreux. Elles possèdent la même orientation que le substrat initial.

7.4.1 Porosité

La porosité P en % est définie comme la fraction volumique de l'espace vide dans une couche poreuse suivant la relation $P = \frac{V_0 - V_{Si}}{V_0}$, où V_0 est le volume total occupé par la couche poreuse et V_{Si} le volume de silicium résiduel dans cette couche. Les porosités pouvant être atteintes par anodisation électrochimique du Si dans un bain de HF sont généralement comprises entre 15% et 90%. En-dessous de 15%, la propagation de l'électrolyte à travers les pores est compromise. Au-delà de 90%, le nombre

d'interconnexions entre les cristallites est insuffisant pour garantir la stabilité mécanique de l'ensemble de la structure. Une des méthodes d'évaluation de la porosité est la méthode gravimétrique. Elle peut s'obtenir suivant la relation $P = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3}$ (%), où m_1 est le poids de l'échantillon avant la porosification, m_2 son poids après la porosification, et m_3 le poids du substrat après dissolution de la couche poreuse (figure 7.2).

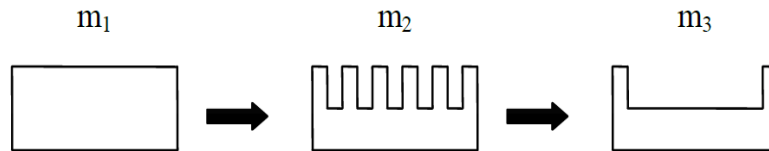


Figure 7.2 : Mesures de masse pour déterminer porosité et épaisseur.

La porosité est dépendante de :

- la concentration d'acide Fluorhydrique,
- la densité de courant,
- le type et la résistivité du silicium

Le courant d'anodisation et la concentration de l'électrolyte jouent des rôles opposés dans la détermination de la porosité :

- pour une concentration d'acide donnée, plus le courant est grand et plus la porosité sera élevée,
- pour une densité de courant fixée, la porosité diminue avec l'augmentation de la concentration de l'électrolyte. La figure 7.3 montre la variation de porosité en fonction de la densité de courant et de la concentration électrolytique pour des échantillons de silicium poreux de type p ($\sim 1 \Omega \cdot \text{cm}$) et de type p⁺ ($\sim 0.01 \Omega \cdot \text{cm}$).

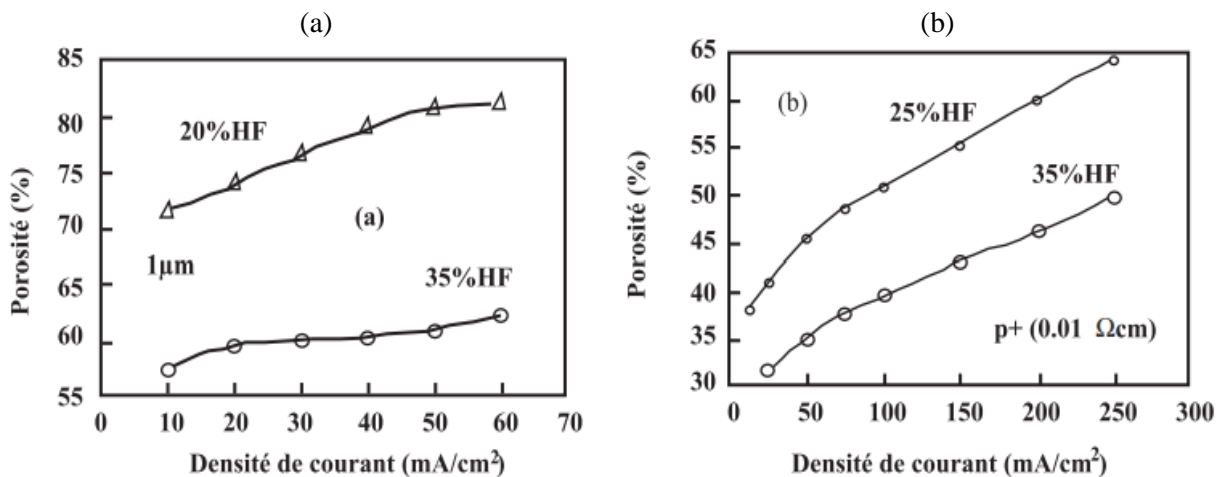


Figure 7.3 : Variation de la porosité avec la densité de courant appliqué pour deux types différents de substrat : type p (a) et type p⁺ (b) [Halimaoui, 1995].

Pour des conditions d'anodisation données (densité de courant, concentration en HF) la porosité mesurée est plus grande pour des couches plus épaisses. Cet effet est montré sur la figure 7.4, la couche la plus épaisse présente une porosité plus élevée due à une dissolution chimique supplémentaire de la couche

de silicium poreux dans l'acide fluorhydrique. En effet, la couche plus épaisse de silicium poreux séjourne dans l'acide plus longtemps que la couche plus fine.

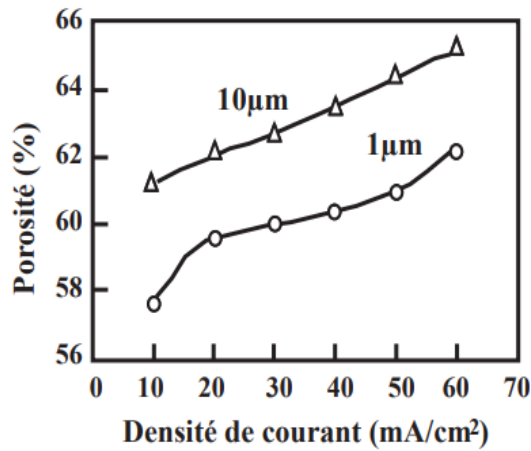


Figure 7.4 : Variation de la porosité en fonction de la densité de courant pour deux épaisseurs différentes (1 μm et 10 μm) de la couche. Concentration d'HF = 35 %. Substrat de type p ($1\Omega\text{-cm}$) [Halimaoui, 1995].

7.4.2 Epaisseur de la couche poreuse

L'épaisseur de la couche poreuse formée au cours d'une anodisation en mode galvanostatique (courant constant) est proportionnelle à la quantité de charge échangée et par conséquent à la durée du temps d'anodisation. Le contrôle de l'épaisseur est fait en contrôlant le temps d'anodisation et il est donc a priori simple et efficace. Comme on peut le voir à la figure 7.5, l'épaisseur de la couche augmente linéairement avec le temps d'anodisation dans le cas des couches réalisées avec des substrats de type p (figure 7.5(a)) et de type p⁺ (figure 7.5(b)).

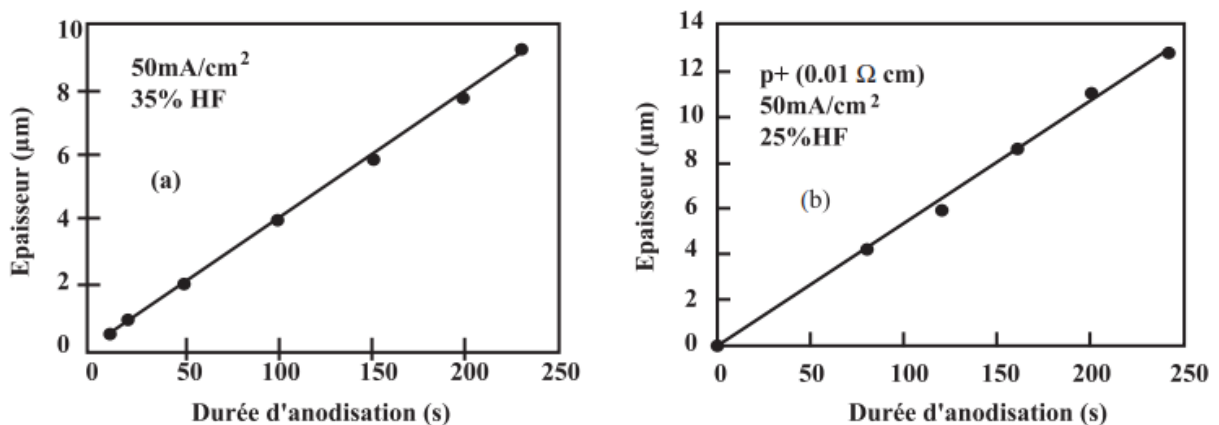


Figure 7.5 : Variation de l'épaisseur de la couche de silicium poreux avec le temps d'anodisation, dans le cas du silicium de type p ($1\Omega\text{ cm}$) (a) et pour un substrat de type p⁺ (b). Les conditions d'anodisation sont indiquées dans les figures [Halimaoui, 1995].

7.4.3 Surface spécifique

Vu sa nature poreuse, le silicium poreux présente une surface spécifique très importante. La surface spécifique est définie comme étant le rapport entre la surface développée et le volume de la couche. La figure 7.6 montre la variation de la surface spécifique du SiP de type P en fonction de la porosité pour

deux échantillons ayant la même épaisseur (1 μm) et des porosités différentes : 51% et 65% [Wu et al, 1997]. La porosité dépend principalement de la concentration d'acide fluorhydrique et de la densité du courant d'attaque. La vitesse de l'attaque chimique est directement proportionnelle la surface développée et peut être déterminée, pour une série d'échantillon donnée, à partir de $dM/dt = ASW$ où A est la vitesse d'anodisation ($A = 0.5 \text{ }^\circ\text{A/min}$), S est la surface spécifique et W est l'épaisseur de la couche [Wu et al, 1997].

Il a été constaté que, pour une porosité de 50%, la surface spécifique diminue quand la porosité augmente et elle peut passer de $900 \text{ m}^2 \cdot \text{cm}^{-3}$ pour une porosité de 50% à environ $100 \text{ m}^2 \cdot \text{cm}^{-3}$ pour une porosité de 95% (Figure 7.6).

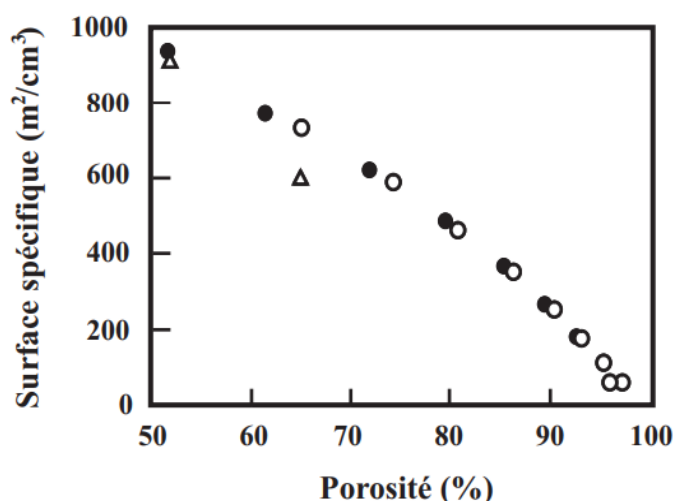


Figure 7.6 : Evolution de la surface spécifique en fonction de la porosité de l'échantillon [Wu, 1997].

7.4.4 Taille des cristallites

L'estimation de la taille moyenne des nanocristallites peut être effectuée, par exemple, à partir de l'observation directe d'une couche en microscopie électronique (MET ou MEB) [Williams et Carter, 1996]. Cependant, cette approche paraît assez lourde pour cause de difficultés liées à la préparation des échantillons pour l'observation au MET. La spectroscopie Raman est apparue comme une technique non-destructive qui permet également d'estimer la taille moyenne des nanocristallites dans une couche de Si poreux. Le spectre Raman des nanocristallites de silicium suffisamment petites ($<30 \text{ nm}$) diffère du spectre du silicium monocristallin. La figure 7.7(a) illustre cette différence. En comparaison avec le spectre du Si monocristallin, celui de Si poreux est asymétrique, plus large et décalé vers les plus basses fréquences. En prenant en compte la position, la largeur ainsi que l'asymétrie des pics, on arrive à remonter à la taille des nanocristallites, ceci en utilisant le modèle de confinement de phonons [Campbell et Fauchet, 1986]. D'autres modèles précisant la distribution en taille des nanocristallites [Islam et Kumar, 2001], différentes fonctions de confinement [Fauchet, 1991] ainsi que les différentes relations de dispersion [Paillard, 1999] ont été développés. La taille des cristallites se trouve dans la gamme (8-20 nm) et dépend de la porosité (fig 7.7(b)) : plus la porosité est importante plus leur taille est faible et plus leurs interconnexions sont rares [Lysenko, 2005].

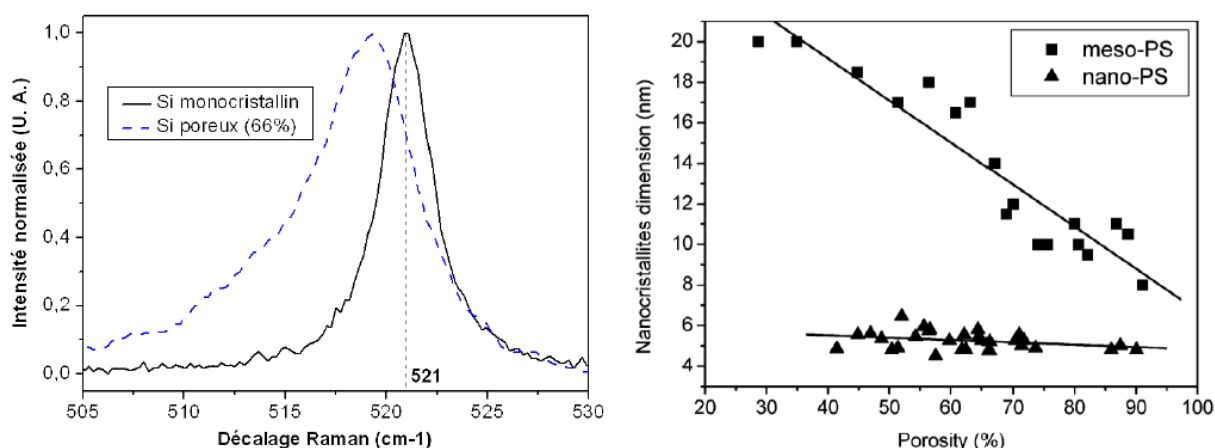


Figure 7.7 : (a) Spectres Raman du Si monocristallin et du Si poreux d'après. (b) Dimensions des cristallites en fonction de la porosité pour Si mésoporeux et Si nanoporeux d'après [Lysenko, 2005].

7.5 La morphologie

La morphologie du silicium poreux se base principalement sur deux types de caractéristiques qui sont la taille et la forme des pores. Ses caractéristiques dépendent essentiellement du type de substrat utilisé pour l'anodisation. Nous pouvons parler essentiellement de trois familles de pores :

- Le silicium nano poreux : les nano-pores (dimension moyenne des pores : 3 nm) obtenus avec des substrats de silicium faiblement dopés P,
- Le silicium mésoporeux : les méso-pores (dimension moyenne comprise entre 2 et 50 nm) obtenus soit avec des substrats fortement dopés P (communément appelés P⁺) ou fortement dopés n (communément appelés n⁺),
- Le silicium macroporeux : les macro-pores (dimension moyenne supérieure à 50 nm) fabriqués à partir de substrats dopés négativement (n). Le tableau 7.1 résume les différents types de morphologie de silicium poreux.

Tableau 7.1 : Classification des pores.

Type de morphologie	Substrat de silicium	Cristallites	Pores	Surface spécifique
Macroporeux	N sous obscurité	0.1-1 μm	> 50 nm	10-100 m^2/cm^3
Nano-poreux	N sous éclaircissement	1-5 nm	< 2 nm	300-800 m^2/cm^3
Nano-poreux	P	1-5 nm	< 2 nm	300-800 m^2/cm^3
Méso-poreux	P ⁺	10-100 nm	2-50 μm	100-300 m^2/cm^3
Méso-poreux	N ⁺	10-100 nm	2-50 μm	100-300 m^2/cm^3

Sur la figure 7.8 on voit que la morphologie du SiP dépend essentiellement du type et du niveau de dopage du substrat anodisé. Ces quatre images montrent les morphologies du silicium poreux obtenues respectivement sur substrats de type p, n, p⁺ et n⁺. Comme on peut le voir dans la figure 7.8(a), la structure de type p (appelée nano-poreuse) est homogène, isotrope, avec des cavités de forme quasiment

sphérique, de taille nanométrique et interconnectées entre elles. Pour le silicium poreux de type p⁺, montré dans la figure 7.8(c), la structure est assez différente de celle de type p, car elle est anisotrope. Les pores sont des canaux orientés dans la direction perpendiculaire à la surface de l'échantillon. La morphologie des échantillons de type n⁺ est assez semblable à celle du silicium poreux de type p⁺. Dans le cas du silicium de type n non dégénéré, la concentration intrinsèque de trous est trop faible pour donner lieu aux réactions électrochimiques nécessaires pour la réalisation du silicium poreux. Il faut donc introduire des trous par photo génération. L'éclairage peut être fait en illuminant la face avant du substrat, du côté de l'électrolyte, ou la face arrière. La figure 7.8(b) montre le cas assez particulier du type n. Les deux processus ne sont pas équivalents ; dans le premier cas, on peut remarquer des pores à forme de canaux ramifiés qui apparaissent sous une couche de silicium nano-poreux.

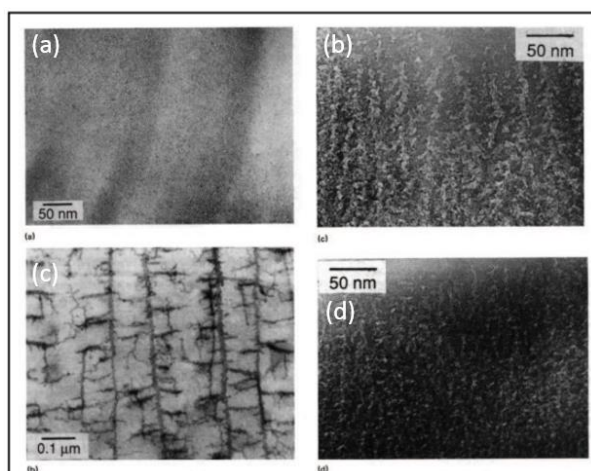
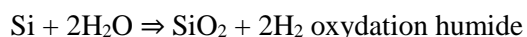
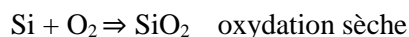


Figure 7.8 : Images par microscopie électronique à transmission à haute résolution de quatre échantillons de silicium poreux : (a) type p, (b) type n, (c) type p⁺, (d) type n⁺ [Smith et Collins, 1992].

7.6 L'oxydation du silicium poreux

L'intérêt grandissant pour le silicium poreux (SiP) est porté par l'essor de l'électronique moderne sur silicium. Ce matériau, à la morphologie spongieuse et nanostructurée, issu de la gravure du silicium monocristallin, suscite d'abord l'intérêt comme isolant diélectrique. En effet, son énorme surface interne, appelée surface spécifique, lui confère une forte réactivité chimique et par conséquent une grande facilité à s'oxyder. L'oxydation est un moyen très simple pour la passivation du silicium poreux pour garantir de bonnes tenues mécaniques. Pour cela il y a plusieurs procédés proposés tels que l'oxydation humide et sèche. Selon la nature de l'oxydant on a :



Cependant des précautions sont nécessaires pour éviter la rupture des couches et la désorption de l'hydrogène de la surface des couches poreuses qui peut engendrer l'effondrement de la structure, notamment des étapes de pré-oxydation à basse température sont nécessaires pour garantir la bonne stabilité des échantillons (figure 7.9).

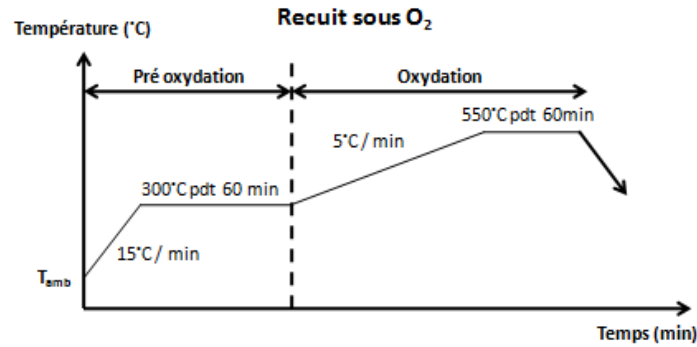


Figure 7.9 : Traitement thermique d'oxydation du silicium poreux [Yalal-aithammouda, 2007].

L'importante surface spécifique du SiP lui confère une forte réactivité chimique. L'introduction d'une nouvelle phase au sein de sa nanostructure par un traitement physico-chimique constitue un levier supplémentaire achevant le contrôle et la stabilisation de ses propriétés physiques et notamment thermiques. Au cours de l'oxydation thermique, l'interface Si/SiO₂ se déplace dans le silicium. La réduction des dimensions du cœur de silicium de chaque nanocristallite au cours de l'oxydation induit une diminution de la conductivité thermique. Cependant, l'accroissement volumique total par la croissance d'une gaine d'oxyde autour de chaque nanocristallite s'accompagne d'une diminution de la porosité effective (fig 7.10).

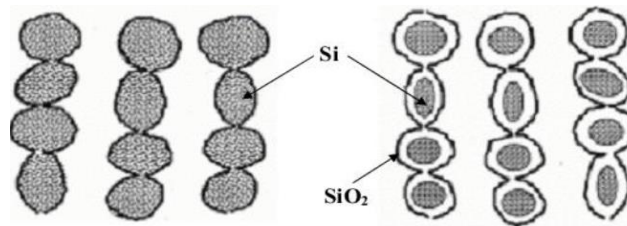


Figure 7.10 : Représentation schématique du changement de la structure colonnaire de silicium méso-poreux : (a) non oxydée, (b) oxydée.

Par ailleurs, l'oxydation sèche des couches de silicium poreux s'accompagne d'une croissance au niveau des zones poreuses, liée à la réaction chimique (environ 1 nm de silicium consommé pour 2 nm d'oxyde formé). Celle-ci engendre des contraintes. L'épaisseur de la croissance est liée au temps de recuit comme le montre la figure 7.12.

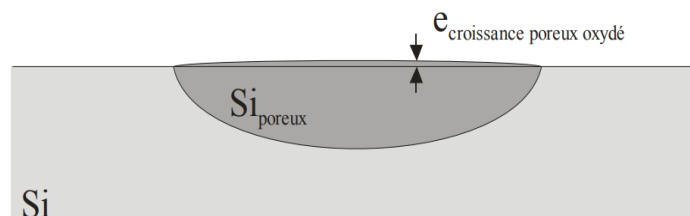


Figure 7.11 : Croissance de la couche de poreux oxydée [Yalal-aithammouda, 2007].

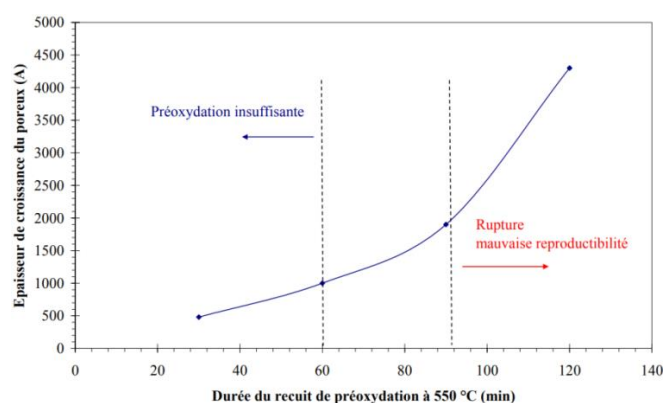


Figure 7.12 : Croissance de la couche de poreux oxydée en fonction du temps de recuit de pré-oxydation (à 550 °C) [Yalal-aithammouda, 2007].

L'oxydation de la couche du Silicium poreux nécessite quelques précautions, en effet une distribution non homogène de l'oxydation le long de la couche du silicium mésoporeux engendre des contraintes mécaniques importantes qui déforment fortement les échantillons lorsque la température d'oxydation dépasse les 600 °C, comme le montre la figure 7.13.



Figure 7.13 : Photographie d'un wafer déformé par la contrainte liée à l'oxydation du silicium poreux [Yalal-aithammouda, 2007].

7.7 Méthodes de mesure des propriétés de la couche de silicium poreux

De nombreuses méthodes de caractérisation ont été développées afin de mesurer les paramètres du silicium poreux. Cependant les types de silicium qui peuvent être produits sont nombreux, et les outils utilisés afin de les caractériser diffèrent selon leurs microstructures et leurs épaisseurs. Dans cette partie, les principales méthodes utilisées pour les siliciums mésoporeux sont exposées.

7.7.1 Microscopie électronique

La microscopie électronique à transmission, qui est basée sur l'observation des électrons traversant l'échantillon, permet de visualiser la morphologie et la structure de la couche poreuse. Cependant les traitements chimiques qui sont effectués sur l'échantillon impactent fortement le résultat de l'observation. En effet, l'échantillon doit être très fin et un usinage ionique est alors nécessaire. Ce bombardement ionique a tendance à modifier la structure et à rendre amorphe le matériau [Parisini, 2000]. La microscopie électronique à balayage permet de visionner la forme des pores et l'épaisseur des couches poreuses après clivage ou découpe par un FIB (Focused Ion Beam). La résolution de cette méthode est

plus basse que celle de la transmission mais la couche poreuse est moins dénaturée. Cette méthode est largement utilisée, afin de mesurer les épaisseurs des couches au sein du laboratoire IEMN.

7.7.2 Diffraction des rayons X

La méthode de diffraction des rayons X (XRD) couramment utilisée pour caractériser la couche poreuse, plus précisément le taux de cristallinité et le paramètre cristallin a . La figure 7.14 montre un exemple de graphe obtenu lors de la mesure d'une couche poreuse d'un silicium de type p^+ .

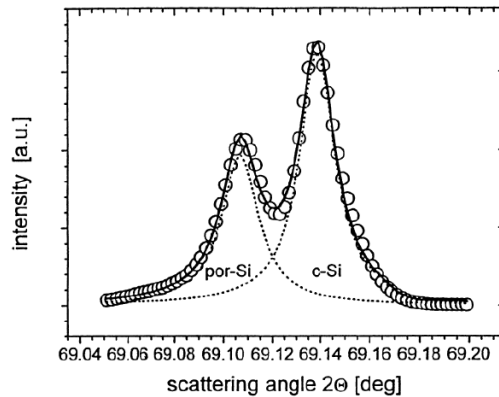


Figure 7.14 : Distribution de l'intensité au voisinage de la réflexion de Bragg (004) dans le cas d'un substrat de type p^+ . Les cercles correspondent à la mesure expérimentale, les pointillés correspondent aux pics de silicium poreux (por-Si) et cristallin (c-Si). Le trait continu est la somme des deux pics, d'après [Buttard, 1998].

Les deux pics correspondent aux résonances du silicium poreux et du silicium cristallin. En mesurant la divergence entre ces pics, il est possible de remonter à la dilatation ou la contraction du paramètre cristallin a , qui est fortement corrélé à la porosité [Bisi, 2000]. Cependant cette méthode est surfacique et ne permet pas d'obtenir une information volumique. Elle est de plus limitée au niveau de la taille des pores, qui doivent être de niveau nanométrique. Ainsi cette méthode n'est pas adaptée pour les macroporeux.

7.7.3 Spectroscopie Raman

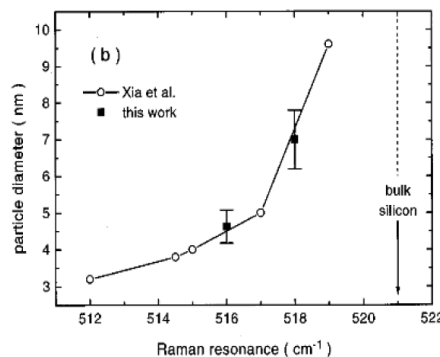


Figure 7.15 : Evolution de la fréquence de résonance du spectre Raman en fonction de la taille des cristallites [Ehbrecht, 1997].

La spectroscopie Raman permet une évaluation de la taille des pores et de la porosité de la couche poreuse grâce à l'étude de la résonance des cristallites. En effet la présence de cristallites provoque un

décalage du pic de résonance par rapport au silicium (fig 7.15). Cependant cette méthode est surfacique et limitée à des cristallites de petites tailles, de l'ordre de la dizaine de nanomètres, ce qui empêche la caractérisation de macroporeux et limite la gamme des mésoporeux.

7.7.4 Spectrométrie par ellipsométrie

L'ellipsométrie étudie la polarisation et la phase d'une onde lumineuse réfléchi à l'interface silicium poreux/ silicium cristallin afin d'obtenir l'épaisseur et la porosité [Ferrieu, 1992]. La mesure de porosité peut s'appuyer sur la variation des paramètres de l'onde, avec ou sans adsorption d'un fluide dans le matériau poreux [Fried, 1996], [Tolmachev, 2000]. Ainsi la distribution des pores peut être mesurée. Cette méthode est cependant limitée par l'épaisseur de la couche poreuse, qui doit être inférieure à une centaine de microns.

7.7.5 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Cette méthode, souvent nommée FTIR, consiste à mesurer l'absorption d'un milieu en envoyant des ondes poly-chromatiques puis traiter les données par transformée de Fourier. Ainsi la caractérisation est beaucoup plus rapide que dans le cas d'une mesure dispersive, où chaque onde monochromatique est mesurée. En traitant le spectre infrarouge, en transmission ou en réflexion, d'un échantillon, les paramètres de la couche poreuse peuvent être estimés [Riikonen, 2012], [Mawhinney, 1997]. La méthode peut aussi être utilisée pour mesurer le spectre de photoluminescence dans le cas de silicium microporeux [Shao et al, 2006]. Cependant cette méthode est limitée au niveau de la taille des pores (inférieure à une trentaine de nm) et de la profondeur de la couche poreuse (inférieure à une centaine de microns).

7.7.6 Spectroscopie SLIM

Cette méthode est basée sur l'interférométrie d'une onde électromagnétique dans le domaine du visible au sein du système SiP-Si. Une estimation du milieu est faite en prenant deux fluides saturants ayant des propriétés optiques différentes, ce qui permet de remonter aux paramètres de la couche poreuse [Sailor, 2011]. Ainsi la porosité moyenne et la profondeur de la couche poreuse sont déterminées. Cependant cette méthode est limitée au niveau de la taille des pores (inférieure à une trentaine de nm) et de la profondeur de la couche poreuse (inférieure à une centaine de microns).

7.7.7 Adsorption isotherme (BET)

Cette méthode est basée sur l'analyse de l'adsorption isotherme (fixation d'un fluide sur une surface) d'un gaz neutre à faible température. Cette adsorption est plus élevée dans le cas de silicium poreux que dans le cas d'un silicium cristallin, par effet capillaire. De plus, l'adsorption va augmenter avec la pression, le gaz pouvant alors pénétrer les pores les plus fins (fig 7.16).

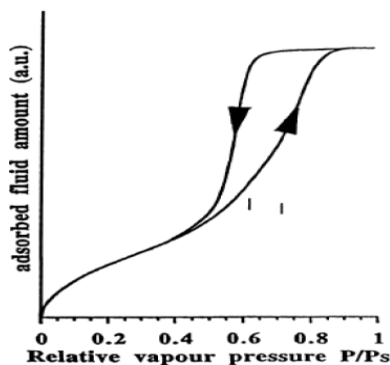


Figure 7.16 : Evolution de l'adsorption isotherme en fonction de la pression dans le cas d'une couche de silicium mésoporeux formé à partir de substrat de type p+. L'adsorbat utilisé est de l'azote, à une température de 77°K [Herino, 1987].

En utilisant les courbes obtenues et la méthode BJH (Barrett-Joyner-Halenda) [Barrett, 1951], des paramètres, tels que la porosité, la surface totale et la distribution des pores, peuvent être extraits. Cependant les courbes obtenues par BET peuvent rapidement devenir complexes et il devient alors difficile de caractériser la couche poreuse. Un récapitulatif des différentes méthodes de caractérisation utilisées pour le silicium poreux est présenté au tableau 7.2.

Tableau 7.2 : Comparaison de Quelques méthodes de caractérisation.

Méthode	Taille des pores	Méthode destructive	Type de porosité	Distribution des pores	Epaisseur de la couche poreuse
MET	-	oui	Micro méso	oui	Surfacique
MEB	-	oui	Micro méso	oui	Vue en coupe
Gravimétrie	< 100 nm	oui	Micro méso	non	Profilometrie après gravure
XRD	< 30 nm	non	Micro méso	oui	surfacique
Raman	< 10 nm	non	Micro méso	oui	surfacique
BET	-	non	Micro méso	oui	-
Ellipsométrie	< 30 nm	non	Micro méso	Non	<10 μm
SLIM	< 30 nm	non	Micro méso	non	< 100 μm
FTIR	< 30 nm	non	Micro méso	non	< 100 μm
Ultrasons (SAW)	qlq mm	non	Micro Méso macro	oui	qlq μm à qlq mm

Les méthodes non destructives actuellement utilisées sont majoritairement électromagnétiques (XRD, Raman, Ellipsométrie, SLIM, FTIR) mais sont limitées par leurs faibles longueurs d'ondes, ce qui limite fortement la taille maximale des pores observables. De plus, l'atténuation est très importante, ce qui limite la pénétration et donc l'épaisseur de la couche poreuse observable. Cependant la distribution des pores selon leurs diamètres peut être caractérisée grâce à la spectroscopie Raman et à la méthode XRD. Les méthodes destructives telles que le MET ou le MEB permettent une étude complète des caractéristiques morphologiques de la couche poreuse. En effet, une étude tomographique est possible, ce qui permet de faire une image tridimensionnelle du réseau poreux.

La méthode ultrasonore basée sur la dispersion des ondes acoustiques de surface présentée dans cette thèse possède une longueur d'onde plus importante comparée aux méthodes électromagnétiques (de l'ordre de 250 μm), ce qui permet de pouvoir observer des pores de grandes dimensions en considérant le milieu comme homogène. Cependant la longueur d'onde rend impossible la détermination du diamètre des pores, tant en surface qu'en profondeur, mais elles sont sensibles au taux de porosité et à la présence d'un gradient de propriétés mécaniques dans le volume de la couche poreuse. De plus, Les ondes de surface ont l'avantage de ne pas être ionisantes et de ne présenter aucun danger pour l'échantillon et le manipulateur. De plus, la forte pénétration des ondes de surface (faibles fréquences) permet l'étude des couches épaisses de silicium poreux. Les mesures destructives effectuées au laboratoire (IEMN) afin de vérifier la véracité des mesures ultrasonores sont la gravimétrie, pour estimer la porosité, et l'observation de l'échantillon au MEB, pour déterminer l'épaisseur et caractériser la morphologie des couches poreuses (diamètre des pores). L'autre méthode pour vérifier le module d'Young ainsi que la dureté des couches de silicium mésoporeux est la technique de nanoindentation, qui est considéré comme une technique semidestructive car une déformation plastique locale est inévitable lors des essais. Les essais de nanoindentation ont été effectués au laboratoire Mechanics, Surfaces and Materials Processing (MSMP) à l' Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (Lille).

7.8 Dispositif mis en œuvre au laboratoire (IEMN) pour l'élaboration de couches de silicium mésoporeux

7.8.1 Cuve d'électrolyse

La cuve doit être constituée de matériaux résistants aux attaques de l'acide fluorhydrique. Les matériaux les plus souvent utilisés sont donc le polychlorure de vinyle (PVC), le polypropylène (PP), le polytétrafluoroéthylène (PTFE) et le polyfluorure devinylidène (PVDF).

L'élaboration des couches de silicium poreux (SiP) est réalisée dans l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN). Le wafer de silicium fortement dopé P⁺⁺ est mis en contact avec l'électrolyte d'acide fluorhydrique (HF 27%) diluée à l'éthanol C₂H₅OH et l'eau désionisée (EDI). La cellule d'anodisation utilisée pour élaborer nos couches de silicium poreux est une cellule à double réservoir fabriquée par une entreprise allemande AMMT® (fig 7.17), avec un Galvanostat

permettant d'imposer le courant entre les deux électrodes. La cellule est constituée de deux demi-réservoirs en polypropylène et peut contenir 5 litres de solution aqueuse, remplis d'électrolyte (HF/ C₂H₅OH/ H₂O DI) séparés entre eux par le wafer, qui est mis dans le porteur d'échantillon et serré avec des joints toriques en Viton. Des supports spécifiques permettant de réaliser des petites surfaces de SiP (4.5 cm²), ainsi que de grandes surfaces (6.5 cm²) (les deux faces du wafer sont exposées à l'électrolyte) (figure 7.18). Les deux électrodes sont en platine résistant aux attaques de l'acide fluorhydrique. Elles sont placées à l'extrémité de chaque demi-réservoir. L'ensemble est placé sous la hotte pour assurer l'évacuation de la solution fluorhydrique. L'élaboration des couches de silicium poreux se fait à température ambiante.

Au sein du laboratoire IEMN, des cellules de gravure à double réservoir sont utilisées, ce qui permet une homogénéité plus importante du contact en face arrière, par rapport à une cellule à simple réservoir (annexe 4). Les deux réservoirs sont remplis de la même solution et l'étanchéité est faite grâce au porte substrat supportant la plaquette de silicium lors de la réaction d'anodisation. Le retrait du porte substrat peut ainsi s'effectuer sans que la vidange de la solution soit nécessaire. De plus, le traitement des wafers après l'anodisation est plus simple car il n'y a pas de restrictions dues à une contamination métallique, ce qui est le cas pour permettre le contact en face arrière dans le système simple réservoir (voir annexe).

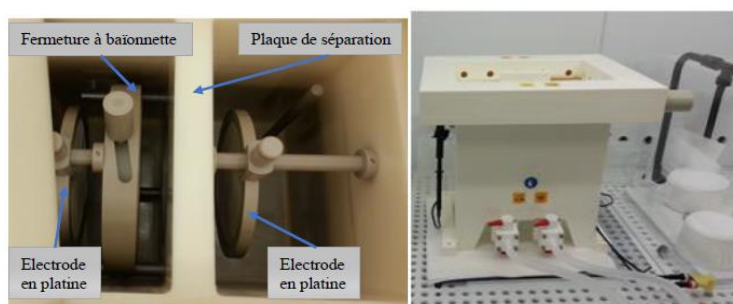


Figure 7.17 : Photo de la cellule double réservoir AMMT® (IEMN).

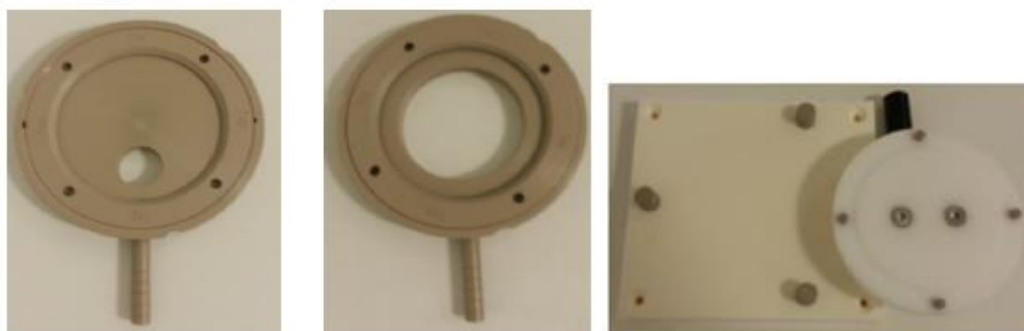


Figure 7.18 : Porteurs d'échantillon pouvant être utilisés pour différentes réalisations.

7.9 Fabrication des échantillons

Dans ce chapitre, le matériau qui est étudié est le silicium mésoporeux, l'objectif étant la caractérisation ultrasonore des propriétés mécaniques (E , ρ , porosité) et dimensionnelles (e_p) des couches poreuses.

7.9.1 Choix du substrat

Le choix du substrat est dans notre cas conditionné par la nature du silicium poreux souhaité en terme de morphologie. La conductivité thermique la plus faible est obtenue avec le silicium mésoporeux, cette application est très recherchée au laboratoire IEMN. La réalisation de ce type de silicium nécessite l'utilisation de wafer de silicium fortement dopé P⁺⁺. Les wafers présentent les caractéristiques suivantes (tableau 7.3) :

Tableau 7.3 : Caractéristiques des wafers utilisés.

Type	Dopant	Résistivité	Epaisseur	Diamètre	Orientation
P ⁺⁺	Bore	0.009-0.01 Ω.Cm	1000 μm	3 pouces	(100)

Afin d'obtenir du silicium mésoporeux, les substrats utilisés doivent être de type p⁺⁺ ou n⁺. Il a été choisi d'utiliser des substrats de type p⁺⁺, les caractéristiques géométriques étant semblables au type n⁺. La résistivité du silicium est comprise entre 10 et 50 mW.cm, ce qui correspond à un dopage aux environs de 10¹⁸ at.cm⁻³ dans le cas d'un silicium de type p. Ces matériaux permettent d'obtenir des pores dont le diamètre est d'environ 10 à 20 nanomètres, dans les gammes de densité de courant utilisées, entre 20 et 200 mA/cm². Un exemple est présenté sur la figure 7.19. Le processus de gravure est très anisotrope et la direction des pores est normale à la surface du wafer Si (100), comme le montre la figure 7.19(a).

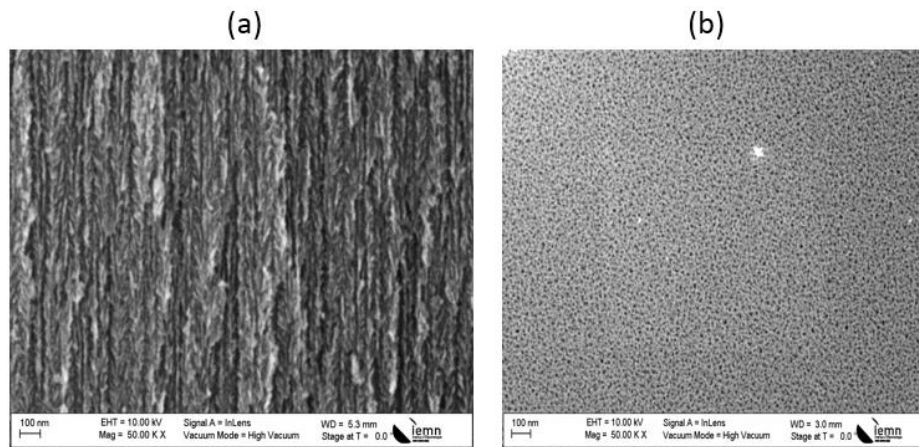


Figure 7.19 : Image MEB d'un échantillon de type p fortement dopé gravé en solution d'HF (27%) à une densité de courant de 200 mA/cm². (a) vue sur la tranche après clivage (b) image surfacique.

7.9.2 Nettoyage des substrats

Les substrats Si (100) utilisés subissent un nettoyage minutieux courant en microélectronique afin de garantir un excellent état de surface. Cette étape est cruciale car la surface de l'échantillon accroche très facilement les poussières de petit diamètre (typiquement de l'ordre du micron) avec des liens de type Van der Waals difficile à rompre. La procédure de nettoyage est la suivante :

- Une désoxydation dans l'acide fluorhydrique à 50% pendant 5 min pour dissoudre l'oxyde natif recouvrant le silicium.

- Un nettoyage oxydant dans une solution « piranha » mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée (H_2O_2/H_2SO_4 dans la proportion 2/1). Ce mélange exothermique à fort pouvoir oxydant vise à remettre les impuretés métalliques en solution tout en oxydant la surface pour éviter leur dépôt.
- Un rinçage abondant sous courant d'eau est nécessaire.
- Une dernière désoxydation dans l'HF à 50% élimine l'oxyde précédent.
- Après rinçage à l'eau désionisée, les wafers sont séchés à l'azote.

Le silicium étant un matériau hydrophobe, il est facile d'observer la désoxydation en le sortant de l'eau.

7.9.3 Description des différents échantillons réalisés

La surface utile de gravure pour la caractérisation est limitée à un diamètre de 2 pouces. Un porte substrat adapté, permettant de graver un disque de 2 pouces de diamètre, est donc utilisée. Le résultat est représenté sur la figure 7.20. De plus, même après gravure le wafer de silicium garde son effet miroir car la taille des porosités est nanométrique. Les propriétés optiques de la zone gravée changent aussi, on peut facilement constater ce changement à l'œil nu car la zone gravée est plus sombre par rapport à la zone non gravée du silicium.



Figure 7.20 : Zone de formation de la couche de silicium poreux après anodisation.

Les valeurs de porosité souhaitées sont comprises entre 30 et 60%, ce qui correspond aux valeurs classiquement utilisées au laboratoire sur ce type de substrat. Les épaisseurs quant à elles vont d'une dizaine à une centaine de microns. Les échantillons anodisés au cours de ce travail sont présentés dans le tableau 7.4. Les paramètres de gravure (anodisation) tels que la densité de courant, la durée de gravure sont détaillés.

Tableau 7.4 : Description des échantillons gravés au cours de la thèse : comparaison des valeurs attendues et mesurées en fonction des conditions de gravure.

Echantillon	Conditions d'anodisation		Valeurs attendues	
	Densité de courant (mA/Cm ²)	Durée (s)	e _p (µm)	Porosité %
E1	20	510	10	30-35
E2	20	225	10	35-40
E3	100	130	10	45-50
E4	200	100	10	50-60
E5	100	260	20	50-60
E6	100	650	50	50-60
E7	100	1300	100	50-60

Les gravures des échantillons E1, E2, E3 et E4 ont été effectuées avec des densités de courant croissantes (de 20 mA/Cm² à 200 mA/Cm²) et des temps d'anodisation décroissants (de 510 s à 100 s). Cette méthode permet d'obtenir des échantillons ayant sensiblement la même épaisseur et des porosités différentes. Les échantillons E3, E5, E6 et E7 sont gravés avec la même densité de courant et des durées de gravures croissantes, ce qui permet d'obtenir des échantillons avec des épaisseurs des couches poreuses plus importantes.

7.10 Caractérisation des propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches de silicium mesoporeux avec la méthode ultrasonore IDT-HFSAW

Dans ce travail, nous proposons une méthode de caractérisation non destructive ultrasonore pour estimer les propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches de silicium mésoporeux fabriquées par anodisation. L'étude se concentre sur l'évaluation des propriétés mécaniques, c'est à dire la dépendance du module d'Young des couches de SiP du taux de porosité. La porosité des échantillons étudiés dans le cadre de ce travail est comprise entre 30% et 60%. La méthode de gravimétrie décrite précédemment ne permet pas de déduire le taux de porosité avec précision, les échantillons doivent satisfaire plusieurs conditions en terme d'épaisseur des couches poreuses et également le poids total de l'échantillon (SiP/Si). Pour pouvoir estimer le taux de porosité ainsi que les propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches de silicium mésoporeux, la dispersion des ondes acoustiques de surface de type Rayleigh en hautes fréquences sur les structures (SiP/Si) est un moyen efficace, précis, et non destructif pour la caractérisation des couches de silicium mésoporeux.

Les couches de silicium mesoporeux ont été caractérisées à l'aide d'une onde acoustique de surface de type Rayleigh excitée dans une large bande de fréquences comprise entre 20 et 260 MHz. La bande de fréquences sélectionnée correspond à la gamme où la dispersion des SAW de type Rayleigh sur les structures couches sur substrat (SiP/Si (100)) est la plus prononcée, de plus la vitesse de l'onde de Rayleigh évolue de celle dans le substrat (Si (100)[$\bar{1}10$]) jusqu'à la vitesse de Rayleigh dans la couche

poreuse, ce qui est optimal pour la caractérisation dimensionnelle (épaisseur) et mécanique (module d'Young, taux de porosité) des couches poreuses réalisées par anodisation.

7.10.1 Courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons (SiP / Si (100))

Dans la configuration expérimentale, les SAW se propagent dans la direction $\text{Si}(100)[\bar{1}10]$ qui est perpendiculaire au méplat primaire du wafer $\text{Si}(100)$. Afin de relever la courbe de dispersion expérimentale pour chaque échantillon, un B-scan le long de la direction X a été effectué à l'aide d'un vibromètre UHF-120 (fig 7.21). Les SAW sont générées sur un substrat piézoélectrique (LiNbO_3) puis transférer sur l'échantillon à caractériser par contact. Afin de générer les SAW large bande de fréquences [20-260] MHz avec seulement deux transducteurs interdigités dans le but de limiter les manipulations, des transducteurs larges bandes de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz ont été choisis. Pour l'excitation des transducteurs, une excitation de type chirp allant de 20 à 125 MHz et de 90 à 260 MHz pendant $1 \mu\text{s}$ a été appliquée, cette excitation a été optimisée conformément aux études précédentes menées au laboratoire. Un système double-chirp spatio-temporel a ainsi été exploité. Les ondes ont ensuite été détectées à l'aide d'un vibromètre laser à balayage Polytec UHF-120, sensible aux déplacements hors plan générés par la propagation des ondes de surfaces sur l'échantillon.

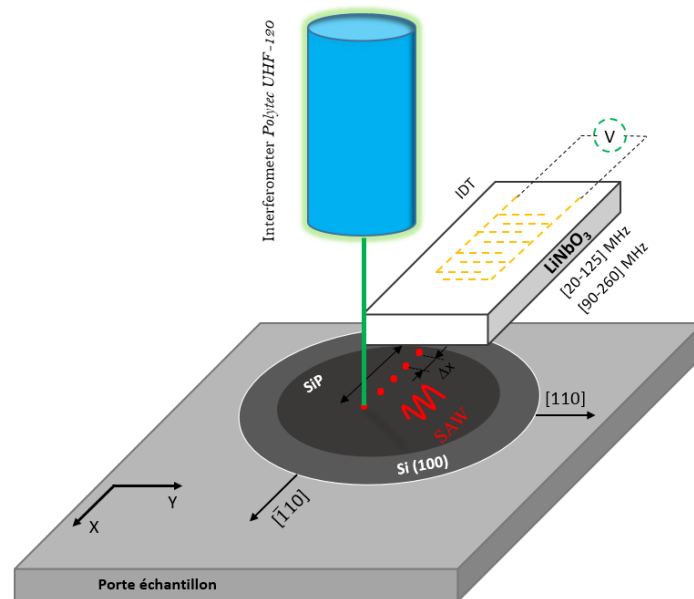


Figure 7.21 : Schéma du montage de génération des ondes acoustiques de surface par transducteur interdigités et leur réception par un vibromètre laser Polytec UHF-120.

Les courbes de dispersion expérimentales propres à chaque échantillon ont été obtenues en utilisant la transformé de Slant-Stack sur les signaux temporels obtenus avec le B-scan. Afin d'avoir la meilleure précision possible de la caractérisation mécanique et particulièrement en termes d'épaisseur, il est nécessaire d'essayer d'obtenir une variation de la vitesse des SAW qui évolue entre celle de l'onde de Rayleigh dans le substrat et celle dans la couche poreuse. De ce point de vue, la gamme de fréquences

sélectionnée de 20 à 260 MHz répond à cette exigence sachant que les épaisseurs des couches de silicium poreux réalisées dans le cadre de ce travail vont de 10 μm à 100 μm .

7.10.2 Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [20 - 125] MHz

Dans cette partie, les échantillons décrits précédemment seront caractérisés avec une bande de fréquences allant de 20 MHz à 125 MHz dans la direction $[\bar{1}10]$ du Silicium (100). Les épaisseurs supposées des couches de silicium poreux sont, 10 μm , 10 μm , 10 μm , 10 μm , 20 μm , 50 μm et 100 μm pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7 respectivement. Afin d'obtenir les courbes de dispersion, un B-scan (une distance L, pas Δx) le long de la direction $[\bar{1}10]$ du silicium (100) a été réalisé pour les différents échantillons, les paramètres du B-scan correspondant à chaque échantillon sont regroupés dans le tableau 7.5. Les paramètres du B-scan (L, Δx) diffèrent d'un échantillon à l'autre, car l'influence des couches de silicium poreux sur la dispersion des SAW dépend du taux de porosité et de l'épaisseur des couches de SiP, ce qui provoque lors de la propagation un recouvrement des composantes fréquentielles, dans un premier temps le paquet d'onde se comprime puis les hautes fréquences passent devant les basses fréquences (dilatation) à cause de l'influence des couches poreuses, car la vitesses de phase des ondes de Rayleigh sont significativement inférieure à celles dans le substrat de silicium massif dans la direction $[\bar{1}10]$ (fig 7.22). Pour faciliter la mesure de la courbe de dispersion, il est préférable de réaliser le B-scan dans la zone où le signal correspondant aux déplacements liés aux SAW (détecté par l'interféromètre) se comprime ou se dilate exclusivement et d'éviter la zone de recouvrement entre les deux effets.

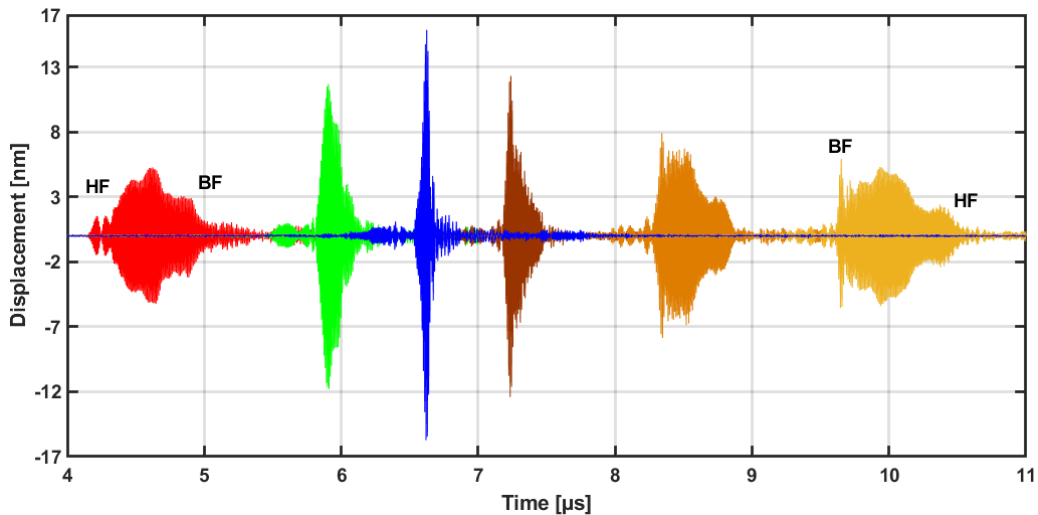


Figure 7.22 : Dispersion de l'onde de Rayleigh large bande [20-125] MHz. Effet de compression et de dilatation du paquet d'ondes, mesure réalisée sur l'échantillon E3(SiP / Si (111)[110]).

Tableau 7.5 : Paramètres des B-scan utilisés dans la gamme [20-125] MHz.

Echantillon	Paramètres du B-scan	
	L (mm)	Δx (μm)
E1	10.6	41.1
E2	10.6	41.1
E3	16.2	66.8
E4	10.6	41.1
E5	12.2	41.1
E6	12.2	41.1
E7	10.6	41.1

La figure 7.23 illustre la modification de la forme du signal liée à la dispersion. Sur la figure 7.23 sont représentés quelques signaux temporels mesurés après différentes distances de propagation sur l'échantillon (E3), la propagation se fait sur une distance de 30 mm et l'acquisition se fait tous les 133 μm . Le spectre moyen correspondant à l'ensemble des 225 signaux temporels acquis est représenté sur la figure 7.24. Le premier mode de type Rayleigh est clairement observé. La dispersion de celui-ci, provoquant la dilatation temporelle des signaux, est aussi mise en évidence. Remarquons également que les composantes basses fréquences se propagent plus vite que les composantes hautes fréquences, ce qui correspond effectivement aux courbes de dispersion du cas « loading », la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat ($V_{R\text{Si}[110]} = 5074$ (m/s)) est plus élevée par rapport à la vitesse dans la couche de silicium poreux ($V_{R\text{SiP}_3} = 3132$ (m/s)).

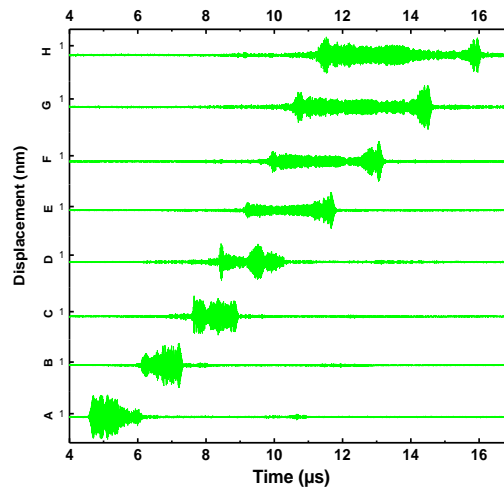


Figure 7.23 : Quelques signaux temporels dispersifs du premier mode de Rayleigh dans la gamme [20-125] MHz correspondant à différentes distances de propagation sur l'échantillon (E3), mesurés à l'aide d'un vibromètre Polytec UHF-120.

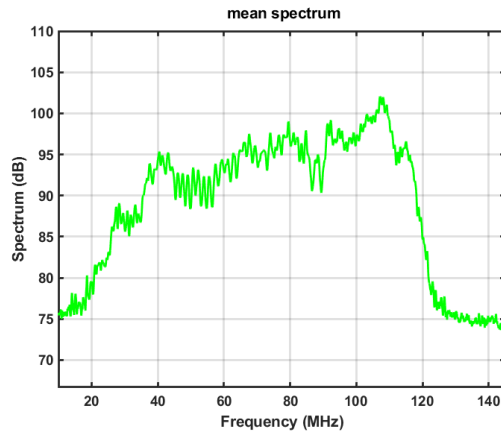


Figure 7.24 : Spectre fréquentiel moyen pour l'ensemble des 225 points de mesure dans la gamme [20-125] MHz.

La figure 7.25, est une représentation 3D des 225 signaux de déplacements temporels acquis via le vibromètre UHF-120 pour une distance de propagation égale à 30 mm sur la surface de l'échantillon E3, la gamme de fréquences utilisée est [20-125] MHz. La figure 7.26 représente l'ensemble des spectres fréquentiels.

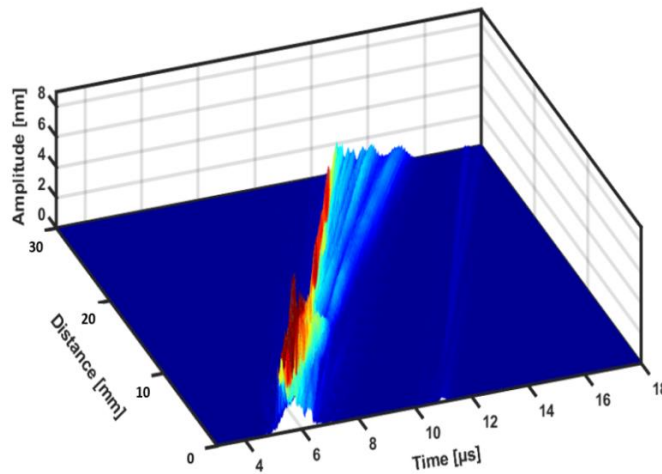


Figure 7.25 : Représentation 3D des déplacements acquis pour l'ensemble des 225 points de mesure.

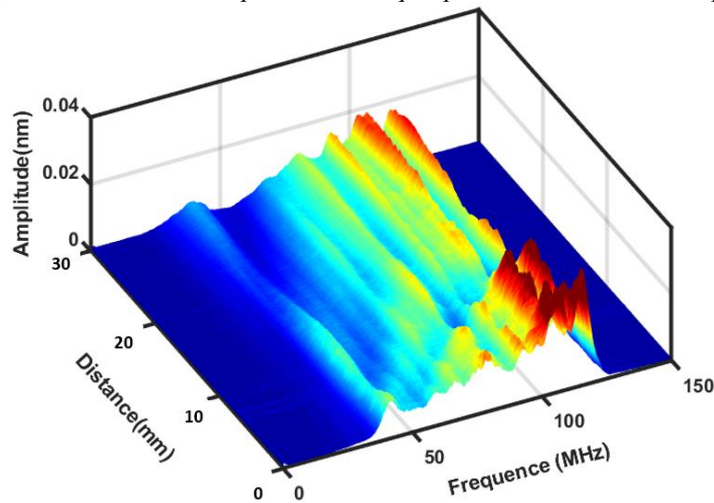


Figure 7.26 : Représentation 3D des spectres fréquentiels correspondant aux des 225 points de mesure.

7.10.2.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) dans la gamme de fréquences [20-125] MHz

Sur la figure 7.27, l'ensemble des courbes de dispersion obtenues expérimentalement pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) dans la gamme de fréquences [20 – 125] MHz sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion des SAW s'accroît à mesure que le taux de porosité des couches de silicium mésoporeux augmente. De plus à mesure que la fréquence se rapproche de zéro ($f = 0$ MHz), toutes les courbes de dispersion s'approchent de la vitesse de l'onde de Rayleigh dans substrat de Silicium (100) dans la direction $[\bar{1}10]$. Cette observation n'est pas explicite dans le cas de l'échantillon E7 à cause de son épaisseur importante, on peut dire que à la fréquence 20 MHz l'énergie de l'onde de surface est déjà quasiment totalement confinée dans la couche poreuse de l'échantillon (E7). En effet, il aurait fallu faire des mesures en très basses fréquences pour pouvoir observer comportement de la courbe de dispersion.

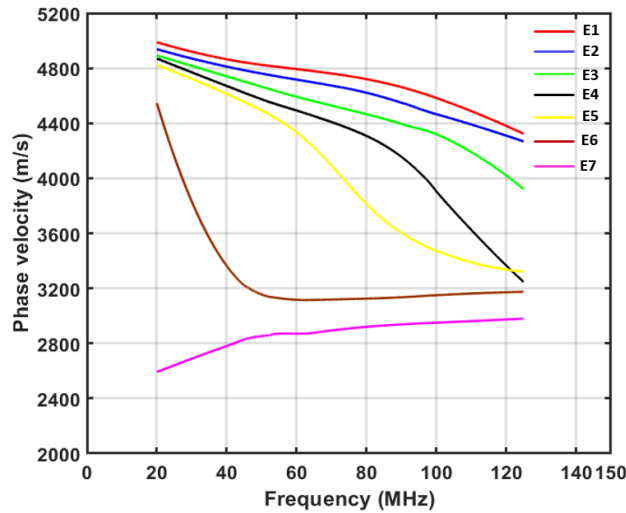


Figure 7.27 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) sur la bande de fréquences [20 – 125] MHz.

7.10.3 Dispersion du premier mode de Rayleigh dans la bande de fréquences [90 - 260] MHz

Dans cette partie, les échantillons décrits précédemment seront caractérisés avec une bande de fréquences allant de 90 MHz à 260 MHz dans la direction $[\bar{1}10]$ du Silicium (100). Les épaisseurs supposées des couches de silicium poreux sont, 10 μm , 10 μm , 10 μm , 10 μm , 20 μm , 50 μm et 100 μm pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7 respectivement. Afin d'obtenir les courbes de dispersion, un B-scan (distance L, pas Δx) le long de la direction X a été réalisé pour les différents échantillons, les paramètres du B-scan sont regroupés dans le tableau 7.6. La détection de l'onde en chaque point se fait par le biais d'un vibromètre laser *PolytecUHF – 120*. Les courbes de dispersion expérimentales ont été calculées en utilisant la transformée de Slant-stack sur l'ensemble des signaux acquis lors du B-scan. Les paramètres du B-scan (L, Δx) diffèrent d'un échantillon à l'autre, car

l'influence des couches de silicium poreux sur la dispersion des SAW dépend du taux de porosité et de l'épaisseur des couches de SiP, ce qui provoque lors de la propagation un recouvrement des composantes fréquentielles. Dans la partie expérimentale, il est important de bien choisir la zone ou faire le B-scan et d'éviter les régions où le recouvrement des composantes fréquentielle se manifeste.

Tableau 7.6 : Paramètres des B-scan utilisés dans la gamme [90-260] MHz.

Echantillon	Paramètres du B-scan	
	Distance (mm)	Pas Δx (μm)
E1	15	31.4
E2	15	31.4
E3	11	31.4
E4	11.5	44.5
E5	19.8	59.4
E6	10.6	41.1
E7	9.5	33.4

Sur la figure 7.28 sont représentés quelques signaux temporels mesurés après différentes distances de propagation sur l'échantillon (E3), la propagation se fait sur une distance de 15 mm et l'acquisition se fait tous les 49 μm . Le spectre moyen correspondant à l'ensemble des 303 signaux temporels acquis est représenté sur la figure 7.29. Le premier mode de Rayleigh est clairement observé. La dispersion de celui-ci, provoquant la dilatation temporelle des signaux, est aussi mise en évidence. Remarquons également que les composantes basses fréquences se propagent plus vite que les composantes hautes fréquences, ce qui correspond effectivement aux courbes de dispersion du cas « loading », la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat ($V_{R\text{Si}_{[110]}} = 5074$ (m/s)) est plus élevée par rapport à la vitesse dans la couche de silicium poreux ($V_{R\text{SiP}_3} = 3132$ (m/s)).

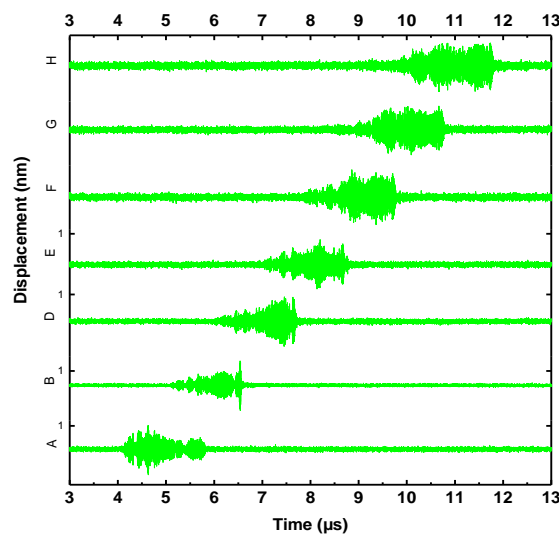


Figure 7.28 : Quelques signaux temporels dispersifs du premier mode de Rayleigh dans la gamme [90 - 260] MHz correspondant à différentes distances de propagation sur l'échantillon (E3), mesurés à l'aide d'un vibromètre Polytec UHF-120.

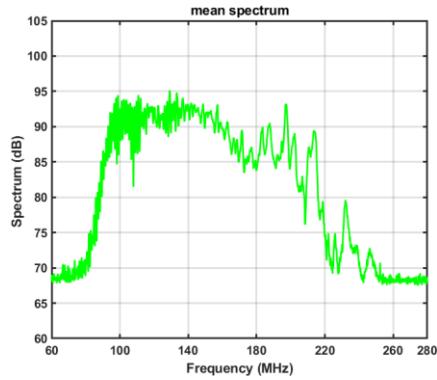


Figure 7.29 : Spectre fréquentiel moyen pour l'ensemble des 303 points de mesure dans la gamme [90-260] MHz.

La figure 7.30, est une représentation 3D des 303 signaux de déplacements temporels acquis via le vibromètre UHF-120 pour une distance de propagation égale à 15 mm sur la surface de l'échantillon E3, la gamme de fréquences utilisée est [90-260] MHz.

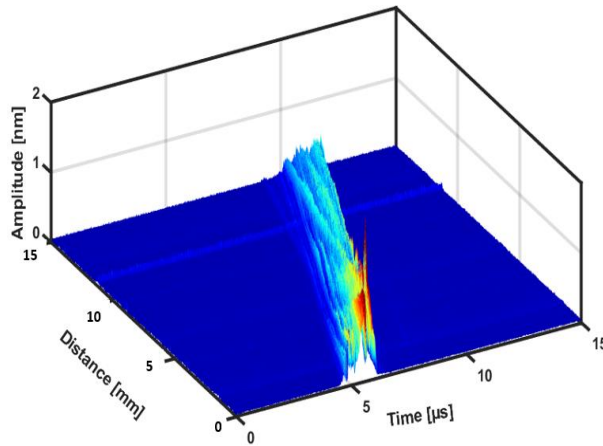


Figure 7.30 : Représentation 3D des déplacements acquis pour l'ensemble des 303 points de mesure.

7.10.3.1 Courbes de dispersion expérimentales mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) dans la gamme de fréquences [90-260] MHz

Sur la figure 7.31, l'ensemble des courbes de dispersion relevées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) dans la gamme de fréquences [90 – 260] MHz sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion des SAW augmente à mesure que le taux de porosité des couches de silicium mésoporeux augmente. Pour les échantillons E5, E6 et E7 on constate qu'à une certaine fréquence (rapport longueur d'onde / épaisseur), lorsque l'énergie des SAW est presque confinée entièrement dans la couche de silicium mésoporeux, une augmentation de la vitesse de phase en fonction de la fréquence. Cet effet peut s'expliquer par la présence d'un gradient de porosité dans l'épaisseur des couches poreuses, c'est-à-dire une augmentation du taux de porosité lorsqu'on s'approche de l'interface SiP/Si.

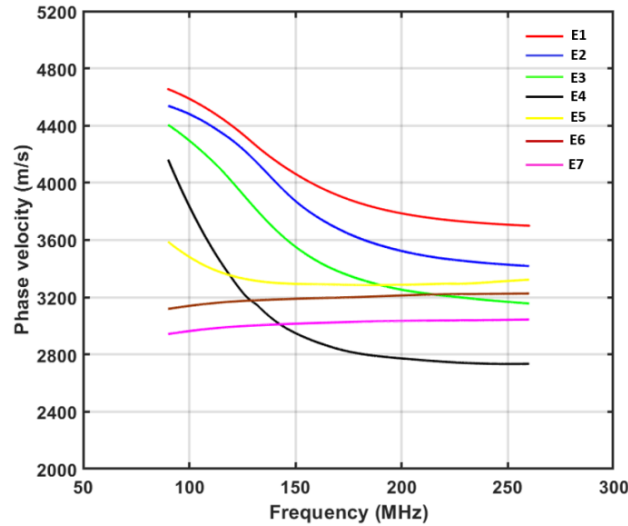


Figure 7.31 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) sur la bande de fréquences [90 – 260] MHz.

7.10.4 Superposition des courbes de dispersion mesurées dans la bande de fréquences [20-125] MHz et [90-260] MHz

Sur la figure 7.32, l'ensemble des courbes de dispersion mesurées pour les 7 échantillons SiP/Si (100) (A, B, C, D) dans la gamme de fréquences [20 – 260] MHz sont représentées. Comme prévoit la théorie, la dispersion du premier mode de Rayleigh augmente à mesure que l'épaisseur et le taux de porosité augmentent. De plus à mesure que la fréquence se rapproche de zéro ($f = 0$ MHz), toutes les courbes de dispersion s'approchent de la vitesse de Rayleigh du substrat de Silicium (100) dans la direction $[\bar{1}10]$. Cette constatation n'est pas explicite pour l'échantillon E7 car son épaisseur est plus importante, à la fréquence $f = 20$ MHz l'énergie de l'onde acoustique de surface est déjà quasiment concentrée dans la couche de silicium mésoporeux. La vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat de silicium (100) selon la direction $[\bar{1}10]$ est de 5074 (m/s).

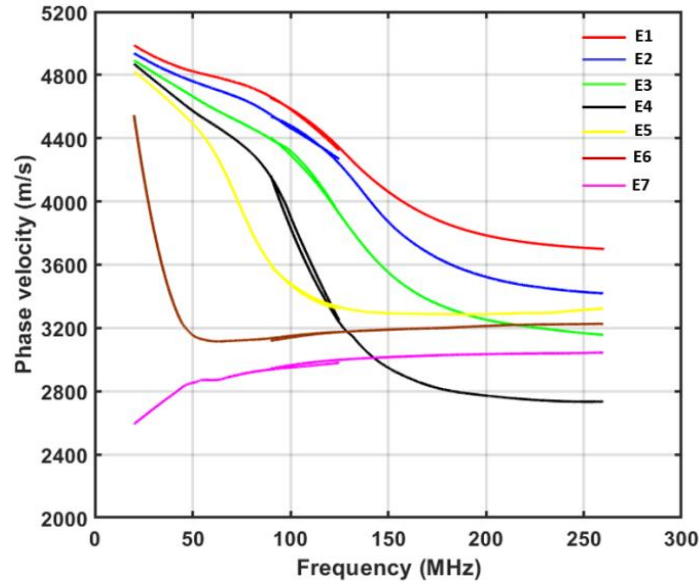


Figure 7.32 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) sur la bande de fréquences [20 – 260] MHz dans la direction $[\bar{1}10]$ du plan (100) du silicium.

En superposant l'ensemble des courbes de dispersion mesurées le long de la direction $[\bar{1}10]$, on obtient des courbes de dispersion expérimentales allant de 20 MHz à 260 MHz (figure 7.32). Une variation importante de la vitesse de phase des SAW est constatée dans l'intervalle [20 – 260] MHz et la vitesse de l'onde de Rayleigh évolue de la vitesse dans le substrat de silicium massif (100) selon la direction $[\bar{1}10]$ jusqu'à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans la couche de silicium poreux (tableau 7.7). A titre d'exemple pour l'échantillon (E3) la variation de vitesse de l'onde de Rayleigh dans la bande [20-260] MHz est de, $\Delta V = 1847$ (m/s). C'est en exploitant cette dispersion importante, c'est-à-dire la variation de la vitesse de phase de l'onde de Rayleigh en fonction de la fréquence, des précisions importantes sur les propriétés mécaniques (ρ, E, ν) et dimensionnelles (e_p) des couches de silicium poreux seront obtenues par la procédure d'inversion.

Tableau 7.7 : variation de la vitesse de phase sur la bande [20 – 260] MHz pour les échantillons SiP/Si dans la direction $[\bar{1}10]$ du silicium (100)

Echantillon	ΔV [m/s] V(20 MHz) - V(260MHz)
E1	1288
E2	1529
E3	1847
E4	2135
E5	1255
E6	1431
E7	452

7.11 Présence d'un gradient de propriétés mécanique (porosité) dans les couche de SiP pour les échantillons E5, E6 et E7

Pour les échantillons E5, E6 et E7, à partir d'une certaine fréquence on constate sur la figure 7.33 que la pente de la courbe de dispersion devient positive, la vitesse de phase des SAW augmente avec la fréquence. Ceci peut être expliqué par une évolution de la porosité en fonction de la profondeur, ce qui provoque un gradient de propriétés mécaniques dans la couche poreuse. Pour les échantillons E5, E6 et E7 la porosité pourrait être plus élevée près de l'interface SiP/Si (100). La figure 7.34 est une représentation schématique de la configuration des échantillons E5, E6 et E7.

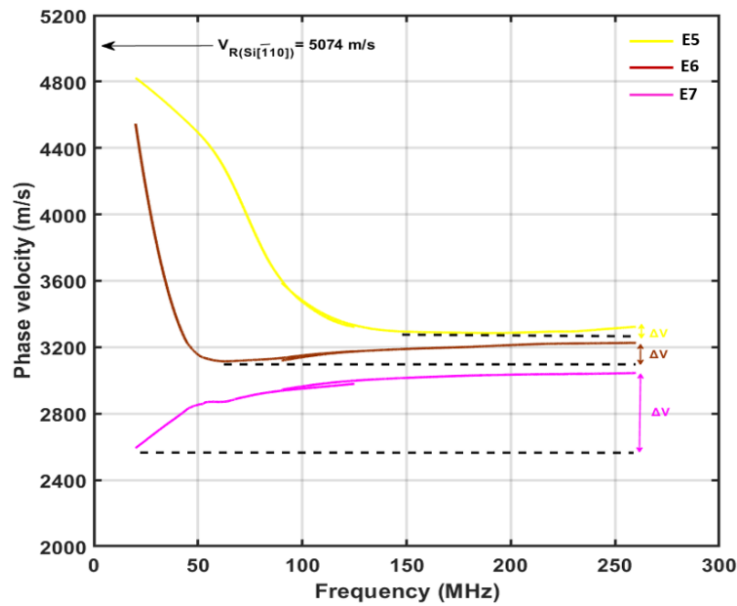


Figure 7.33 : Courbes de dispersion mesurées pour les échantillons (E5, E6 et E7) sur la bande de fréquences [20 – 260] MHz dans la direction $[\bar{1}00]$ du plan (100) du silicium mettant en évidence la présence d'un gradient de porosité dans les couches de silicium mésoporeux.

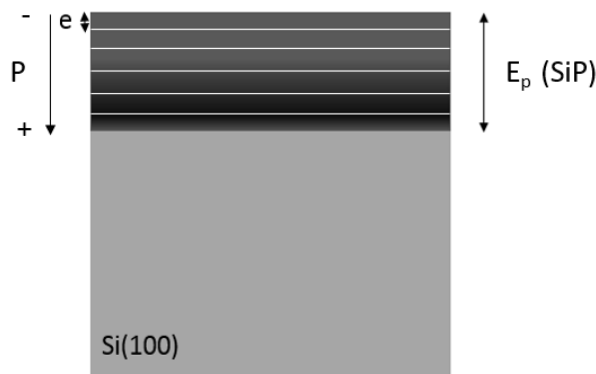


Figure 7.34 : Modélisation multicouche de la couche de silicium mésoporeux.

Selon quelques références bibliographiques, la concentration d'acide fluorhydrique au sein des pores varie de façon linéaire en fonction de la profondeur des pores (figure 7.35). Si la densité de courant appliquée est constante, la porosité va donc augmenter. Ceci peut justifier la présence d'un gradient de porosité observé avec la méthode IDT-HFSAW dans la gamme [20-260] MHz en particulier pour les échantillons E5, E6 et E7.

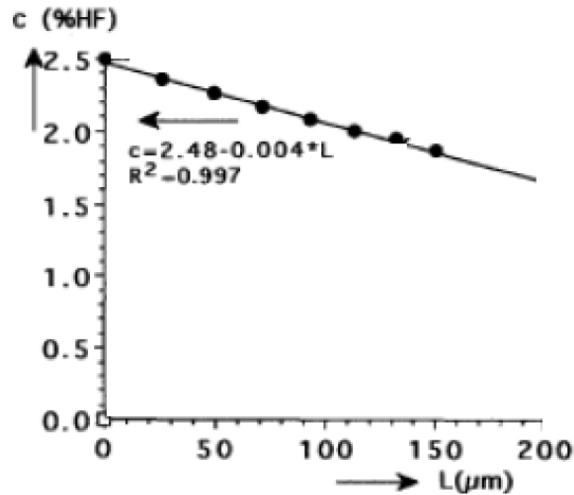
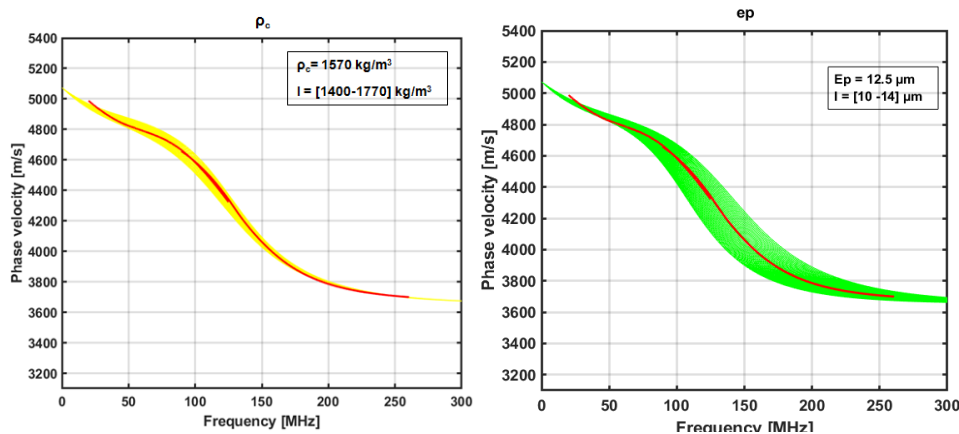


Figure 7.35 : Variation de la concentration en fonction de la profondeur des macropores gravés dans un substrat de type n faiblement dopé [Lehmann, 1993].

Afin de limiter cet effet, la densité de courant peut être appliquée de façon cyclique, ce qui permet de conserver les caractéristiques de la gravure pour une densité de courant donnée, tout en limitant la vitesse réelle de gravure. La concentration C (HF) diminue alors plus lentement, ce qui permet d'observer une porosité quasiment constante au cours de la gravure. Cette méthode est appelée méthode galvanostatique pulsée [Méry et al, 2007].

7.12 Résolution du problème inverse - Estimation de l'épaisseur et des propriétés mécaniques des couches de silicium mésoporeux et du substrat de silicium (100)

Afin de déduire les propriétés mécaniques (E , ρ , ν) et les paramètres dimensionnels (épaisseur) des couches de silicium mésoporeux, une procédure d'inversion itérative est utilisée pour trouver la meilleure combinaison des propriétés du substrat et de la couche de SiP. La combinaison de ces paramètres permet de tracer la meilleure courbe théorique qui correspond à celle obtenue expérimentalement. A titre d'exemple, L'ensemble des figures ci-dessous (fig 7.36) illustrent les étapes d'optimisation de la routine d'inversion pour l'échantillon E1 (SiP / Si (100)[$\bar{1}10$]), la propagation des SAW se fait selon la direction [$\bar{1}10$] du silicium (100).



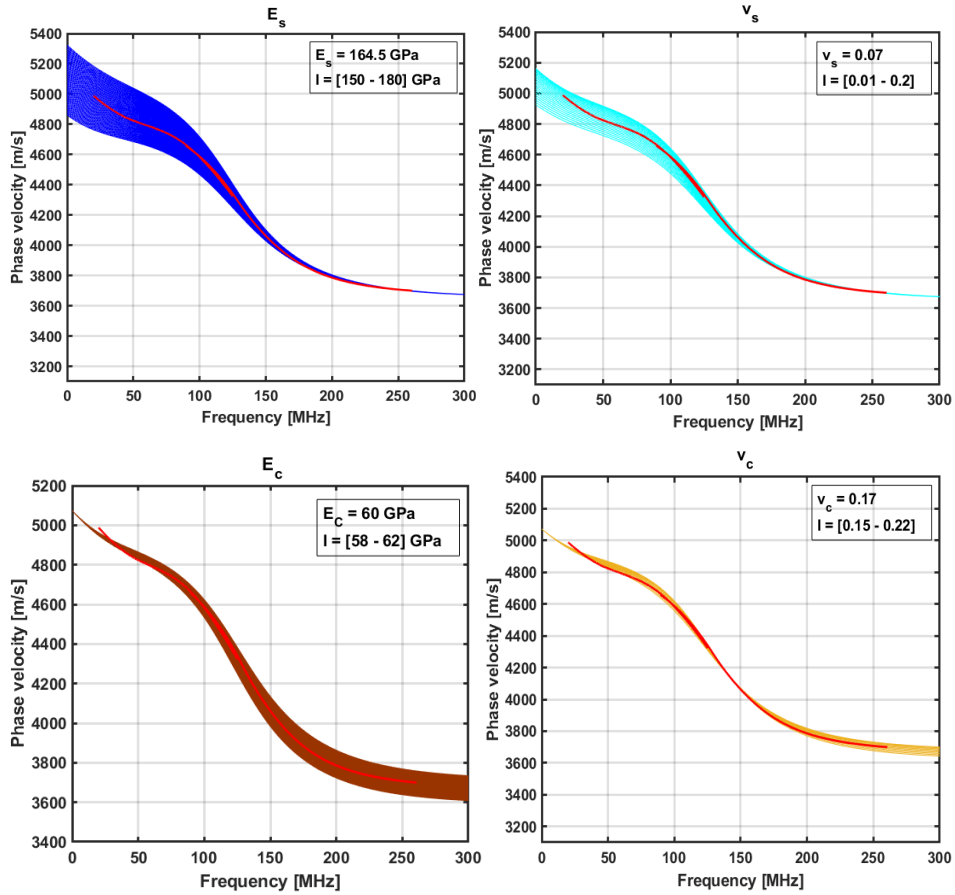


Figure 7.36 : Optimisation de l'inversion sur les différents paramètres de la couche et du substrat.

Le tableau 7.8 regroupe l'ensemble des propriétés de l'échantillon (E1).

Tableau 7.8 : Propriétés mécaniques et dimensionnelles estimées par inversion pour l'échantillon (E1).

Echantillon (E1)	Valeurs initiales	Intervalle	Valeur estimée
ρ_c [kg/m ³]	2330	[1400-1750]	1570
e_p [μm]	10	[10 - 14]	12.5
E_s [GPa]	163.4	[150 – 180]	164.5
v_s	0.075	[0.01 – 0.1]	0.07
E_c [GPa]	60.08	[58 – 62]	60
v_c	0.18	[0.15 – 0.22]	0.17

La combinaison des paramètres estimés pour le substrat de silicium (100) dans la direction $[\bar{1}10]$ et la couche de silicium mesoporeux (E1) permet d'obtenir la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste celle obtenue expérimentalement, le résultat est représenté sur la figure 7.37, la courbe théorique est en pointillés et la courbe expérimentale en ligne continue. L'ajustement est obtenu dans la gamme de fréquences de 20 - 260 MHz par la procédure des moindres carrés. La courbe a été ajustée avec le calcul de l'inversion jusqu'à l'intersection avec l'axe des ordonnées ($f = 0$ MHz) correspondant à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat, $V_{Si}[\bar{1}10] = 5074$ m/s. Sur toute la bande de fréquences, le coefficient de régression $R^2 = 0,99908$.

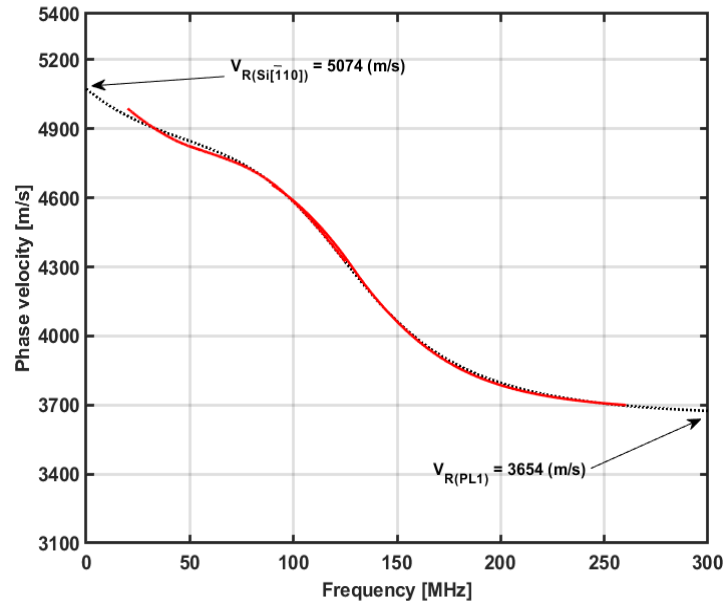


Figure 7.37 : Courbe de dispersion mesurée (ligne continue), et sa courbe ajustée à partir du modèle théorique (ligne pointillée).

Tableau 7.9 : Vitesses longitudinales, transversales et de Rayleigh dans la structure SiP /Si(100)[$\bar{1}10$], (E1).

	Densité (kg/m ³)	V _L (m/s)	V _T (m/s)	V _R (m/s)	e _p (μm)
Si(100)[$\bar{1}10$]	2330	8427.9	5710	5074	10 ³
SiP (E1)	1570	6450	4025	3654	12.5

7.12.1 Estimation du taux de porosité

Comme la dispersion des ondes acoustiques de surface donne des informations sur la densité de la couche de silicium mésoporeux, il est possible d'estimer la porosité P de la couche de SiP. On sait que la densité, ρ_{SiP} , de la couche poreuse est liée à celle du substrat de silicium cristallin ρ_s par la relation (7.1) :

$$\rho_{SiP} = \rho_s(1 - P) \quad \text{Eq (7.1)}$$

Ainsi, à partir de la densité de la couche de SiP (E1) déterminée expérimentalement par la méthode ultrasonore IDT-HFSAW ($\rho_{SiP1} = 1570 \text{ kg/m}^3$), la porosité de la couche de SiP1 est estimée à 32,62%. Les propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'échantillon (E1) sont regroupées dans le tableau 7.10.

Tableau 7.10 : Paramètres de la couche de silicium mésoporeux / substrat de Si (100)[$\bar{1}10$] (E1).

Paramètre	SiP (E1)	Substrat Si (100) [$\bar{1}10$]
Dimension (pouces)	2	3
Epaisseur (μm)	12.5	10 ³
Module d'Young (GPa)	60	164.5
Densité (kg/m ³)	1570	2330
Coefficient de Poisson	0.17	0.07
Porosité	0.32	-
Vitesse de Rayleigh (m/s)	3654	5074

7.12.2 Propriétés mécaniques et dimensionnelles de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7)

L'ensemble des courbes de dispersion théoriques contenant les paramètres élastiques et dimensionnels pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) sont représentées sur la figure 7.38. Sur la figure 7.38, les courbes de dispersion théoriques dans la bande de fréquences [0 – 300] MHz sont représentées par des lignes pointillées, l'ajustement entre les courbes théoriques et expérimentales est bon avec la majorité des points sur la bande [20 – 260] MHz.

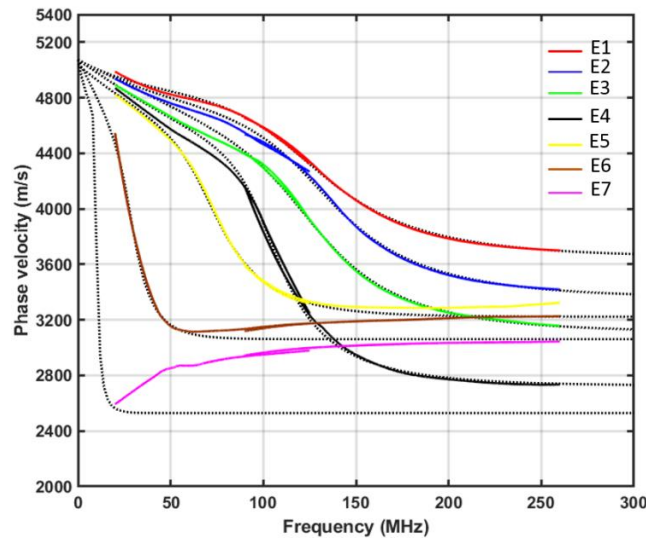


Figure 7.38 : Détermination des épaisseurs et des propriétés mécaniques pour les échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) par ajustement des courbes expérimentales (lignes continues) avec des courbes théoriques (lignes en pointillée).

L'ensemble des propriétés mécaniques et dimensionnelles des échantillons étudiés sont regroupées dans le tableau 7.11.

Tableau 7.11 : propriétés mécaniques et dimensionnelles des échantillons estimées par la procédure d'inversion.

Echantillon	J (mA/Cm ²)	t (s)	E (GPa)	ν	e_p (μm)	ρ (kg/m ³)	P (%)	V_R (m/s)
E1	20	510	60	0.17	12.5	1570	32.62	3654
E2	50	225	49.4	0.19	11.1	1500	35.36	3359
E3	100	130	33.4	0.1	10.4	1200	48.5	3116
E4	200	100	23	0.25	12.2	1055	54.73	2715
E5	100	260	35.2	0.11	19.5	1250	46.37	3223
E6	100	650	28.2	0.08	45.8	1100	52.79	3061
E7	100	1300	18.8	0.36	110	950	59.23	2529

Pour l'échantillon E7, la bande de fréquences utilisée ne permet pas de voir à quelle fréquence la vitesse des SAW est minimale. Pour faire estimer ses propriétés, on a fait l'hypothèse que la vitesse des SAW la plus faible est à 20 MHz. Les résultats obtenus doivent donc être pris avec précaution.

Evolution du module d'Young en fonction de la porosité

On remarque sur la courbe de la figure 7.39 une décroissance progressive du module d'Young en fonction de la porosité qui s'explique par le fait que l'on part de la matrice solide (Silicium massif) pour aller vers une structure très poreuse d'où la décroissance du module d'Young qui devient très importante en fonction du taux de porosité.

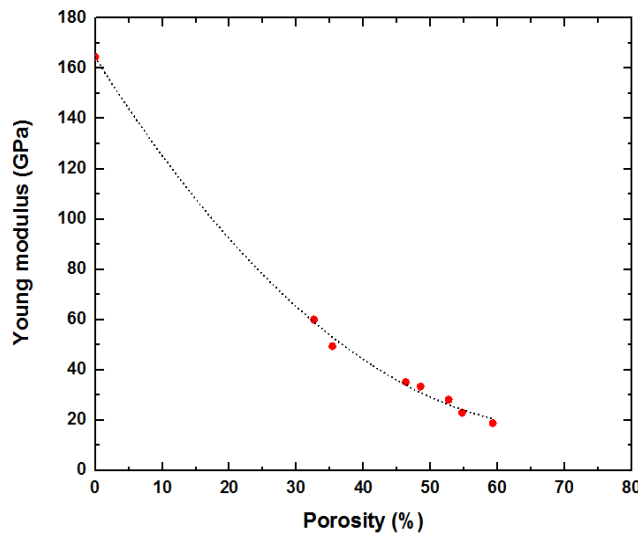


Figure 7.39 : Evolution du module de Young en fonction de la porosité, estimé avec la technique IDT-HFSAW.

Evolution de la vitesse de phase en fonction de la porosité

Les courbes de dispersion expérimentales obtenues sur la gamme de fréquences [20-260] MHz, ainsi que la méthode d'inversion qui permet de tracer la meilleure courbe de dispersion théorique qui ajuste la courbe expérimentale nous permettent de déterminer les vitesses de l'onde de Rayleigh (V_R) dans les différentes couches de silicium mésoporeux, son évolution en fonction de la porosité P est illustrée sur la figure 7.40. On remarque que les valeurs des vitesses de phases diminuent au fur et à mesure que la porosité augmente.

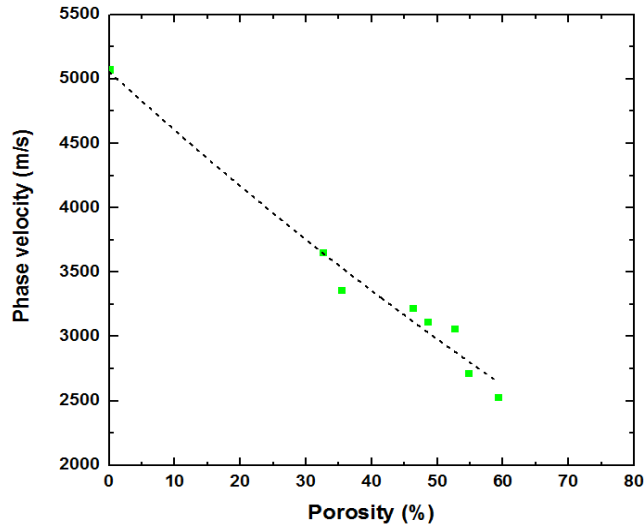


Figure 7.40 : Variation de la vitesse de phase (V_R) du premier mode de Rayleigh en fonction de la porosité P .

7.13 Caractérisation morphologique du silicium poreux

Pour comprendre l'influence de la morphologie des porosités sur les propriétés mécaniques des couches de silicium poreux réalisées dans ce travail, nous avons étudié avec précision la structuration des porosités constituant les couches poreuses de l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7).

7.13.1 Taux de porosités des couches de silicium poreux

L'un des paramètres les plus importants du silicium poreux est le pourcentage de porosité qui peut être déterminé par la méthode gravimétrique dans un premier temps. La relation suivante donne :

$$P = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \quad \text{Eq (7.32)}$$

Avec m_1 la masse de l'échantillon avant l'anodisation, m_2 après électrolyse, et m_3 après élimination de la couche poreuse avec une solution basique (NaOH- H₂O : 5g- 50ml). Les mesures sont effectuées à l'aide d'une microbalance à une précision de 10⁻⁴ mg, dans notre cas la mesure du taux de porosité par gravimétrie est effectuée uniquement sur l'échantillon qui a la couche poreuse la plus épaisse à savoir l'échantillon E7 pour des raisons de précision de mesure avec la méthode de gravimétrie. Les nombreuses mesures effectuées sur l'échantillon E7 permettent de dire que l'épaisseur de la couche poreuse (E7) est mesurée entre 90 et 93 μm par profilométrie après élimination de la couche poreuse, et la porosité est environ 57 à 60 %. Ces résultats présentent une bonne concordance avec ceux estimés avec la méthode IDT-HFSAW. La morphologie et l'épaisseur du SiP sont caractérisées par microscopie électronique à balayage (MEB).

La figure 7.41, présente plusieurs photographies réalisées par MEB du SiP après une anodisation de 225 s avec une densité de courant 50 mA/cm² (échantillon E2). Celles-ci permettent d'observer la morphologie (dans le volume) et la surface du SiP. Avec ces paramètres d'anodisation le diamètre moyen des pores est de l'ordre de 8 nm (figure 7.41(a)). La figure 7.41(b) montre que l'épaisseur de la

couche poreuse est environ $12.9 \mu\text{m}$ et les figure 7.41(c) et 7.41(d) illustrent la structuration colonnaire du silicium méso poreux.

La figure 7.41 montre la surface et la morphologie du silicium poreux qui correspondent à l'échantillon (E2). On peut noter que la surface du silicium est perforée de trous non circulaires. La structuration en profondeur est sous forme de colonnes (cylindres) avec des ramifications. Cette géométrie s'explique par les lignes de courant parallèles qui traversent le substrat.

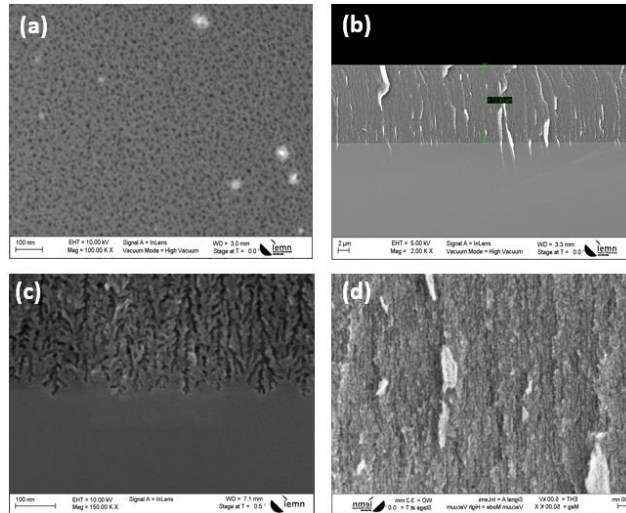


Figure 7.41 : Photographies réalisées au Microscope Electronique à Balayage d'une couche de SiP à 35.36% ((a) de surface, (b), (c) et (d) de la tranche).

7.13.2 L'épaisseur des couches de silicium poreux

L'épaisseur de la couche poreuse formée au cours de l'anodisation est proportionnelle à la densité de courant injecté et le temps d'anodisation. La mesure de l'épaisseur de la couche poreuse du silicium se fait par MEB qui est une méthode destructive dans ce cas, car il faut cliver les wafers pour faire une image MEB sur la tranche de l'échantillon puis déterminer l'épaisseur de la couche poreuse (figure 7.42). Les clichés MEB montrant l'épaisseur de l'ensemble des échantillons sont regroupés sur la figure 7.43.

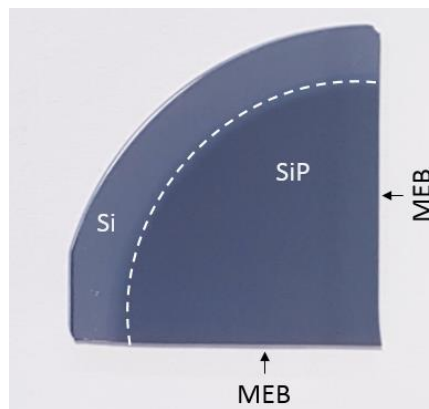


Figure 7.42 : Clivage du wafer pour une visualisation au MEB.

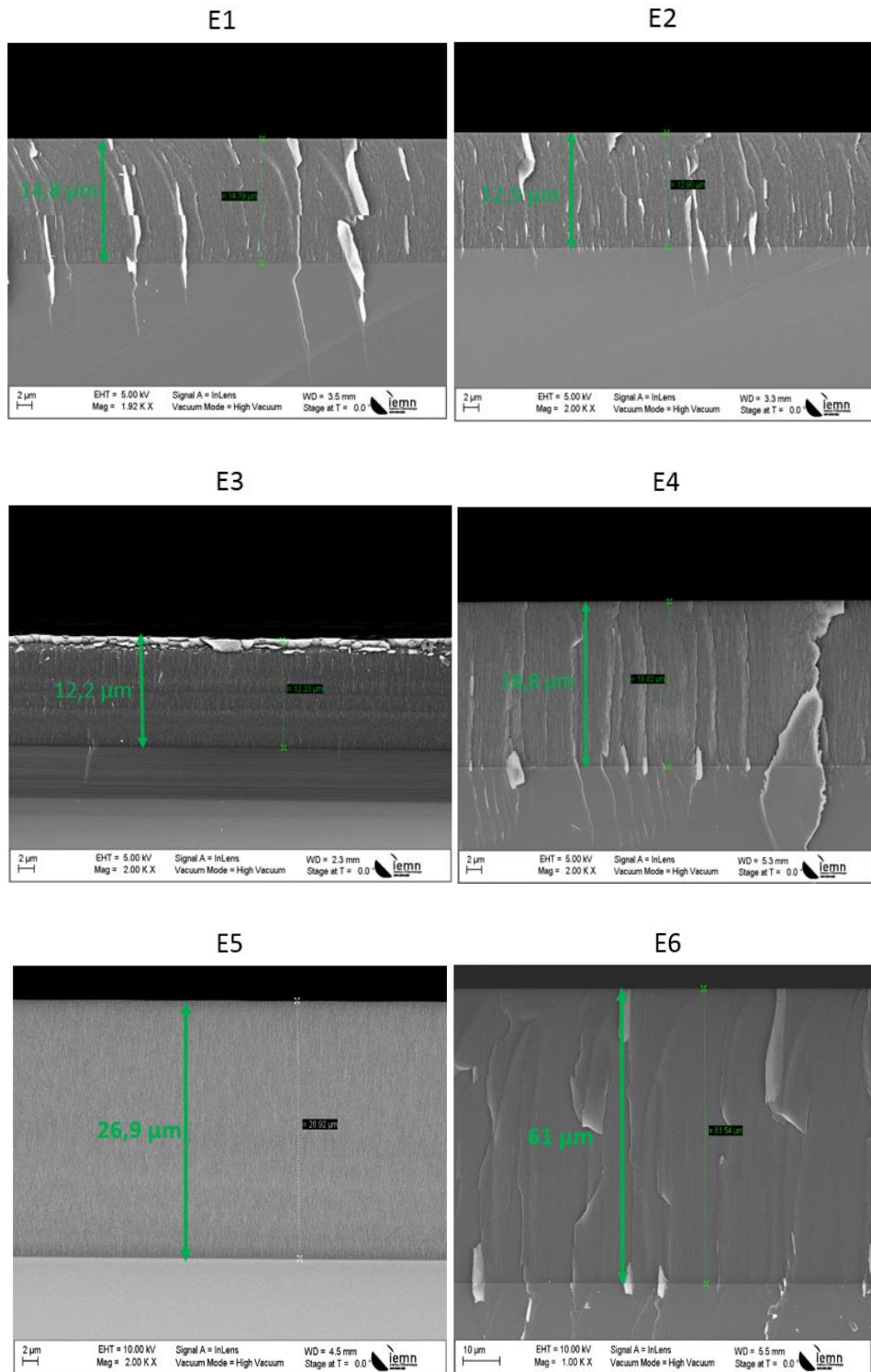


Figure 7.43 : Estimation des épaisseurs des couches poreuses par MEB correspondant aux échantillons de E1 à E6).

Le tableau 7.12 regroupe les épaisseurs déterminées à partir des observations MEB pour les sept échantillons.

Tableau 7.12 : Epaisseurs des couches de silicium poreux déterminées à partir des clichés MEB.

Echantillon	Densité de courant (mA/Cm ²)	Durée (s)	Epaisseur (µm) - MEB
E1	20	510	14.8
E2	50	225	12.9
E3	100	130	12.2
E4	200	100	18.8
E5	100	260	26.9
E6	100	650	61
E7	100	1300	90

7.13.2.1 Influence du temps d'anodisation sur l'épaisseur des couches de silicium poreux

Dans cette partie on fait varier le temps d'anodisation pour une densité de courant constante (100 mA/cm²), cette configuration correspond aux échantillons (E3, E5, E6 et E7), dans un électrolyte donné précédemment, et on mesure l'épaisseur de la couche du silicium poreux avec le MEB après clivage des wafers. On remarque l'évolution linéaire de l'épaisseur en fonction du temps d'anodisation (figure 7.44).

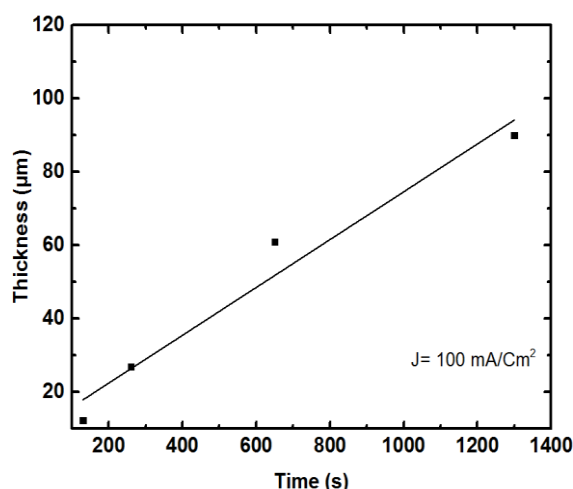


Figure 7.44 : Epaisseur du silicium poreux en fonction du temps d'anodisation pour une densité de courant de 100 mA/Cm² dans l'électrolyte composé de 27% d'HF, 35% d'éthanol et 38% d'eau Di.

7.14 Caractérisation mécanique par nanoindentation de couches de Silicium poreux nanostructurées

Les propriétés mécaniques du SiP ont été mesurées à l'aide d'un nanoindenteur MTS XP en mode CSM équipé d'un pénétrateur Berkovich en diamant. Un étalonnage de la pointe est effectué au moyen d'un échantillon de silice fondue de module d'Young connu (72 GPa). L'amplitude d'oscillation harmonique est de 2 nm pour une fréquence de 45 Hz. Les essais ont été réalisés à température ambiante. Les résultats de la nanoindentation sont très influencés par la rugosité de la surface d'un matériau. Pour cela, pour déterminer la dureté moyenne H (en GPa) et le module d'Young E moyen (en GPa), 9 essais d'indentation ont été effectués pour chaque échantillon avec une vitesse de déformation constante de

0.05 s⁻¹ jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 4000 nm (inférieure à 10 % de l'épaisseur totale pour chacun des échantillons caractérisés) [Bückle, 1973]. Par conséquent nous pouvons considérer dans ces conditions que l'influence du substrat massif en Silicium est négligeable sur les mesures de dureté et de module d'Young [Bückle, 1960], [Rahmoun, 2014].

7.14.1 Résultats et discussions

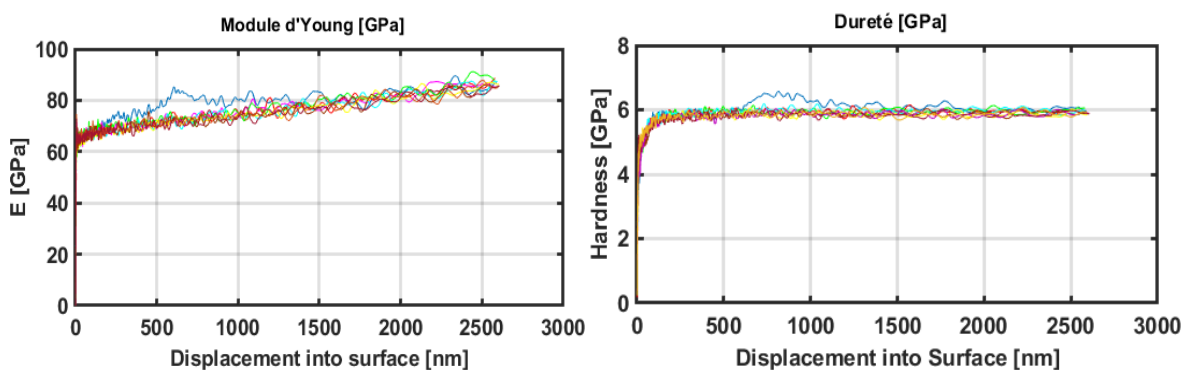
Les couches de silicium poreux sont préparées sur des wafers de silicium fortement dopés P⁺⁺ (résistivité 0.01 Ω.Cm) et d'orientation (100). Après le processus d'anodisation, les échantillons ont été bien rincés avec l'eau Di, ensuite un autre rinçage avec de l'alcool et enfin un séchage avec un flux de N₂. Ensuite, les échantillons sont laissés à température ambiante pendant une dizaine de jours, pour faire évaporer l'eau contenue dans les porosités colonnaires. Les caractéristiques des 7 échantillons sont regroupées sur le tableau 7.13.

Tableau 7.13 : Conditions expérimentales utilisées pour l'élaboration des couches de Silicium poreux.

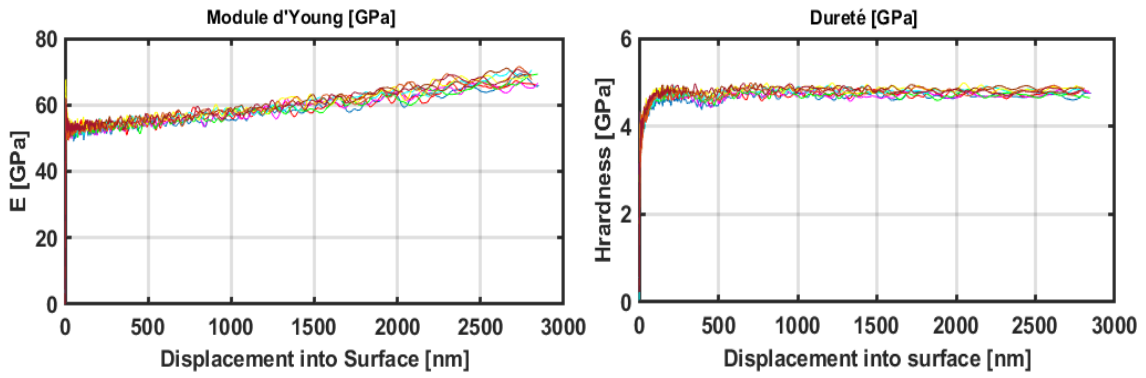
Echantillon	Densité de courant [mA/Cm ²]	Temps d'anodisation [s]	Epaisseur [μm]-MEB	Epaisseur [μm]-SAW	Porosité (%)
E1	20	510	14.8	12.5	32.62
E2	50	225	12.9	11.1	35.36
E3	100	130	12.2	10.4	46.37
E4	200	100	18.8	12.2	54.73
E5	100	260	26.9	19.5	50.6
E6	100	650	61	45.8	52.79
E7	100	1300	90	110	59.23

Ces échantillons sont caractérisés par la méthode de nanoindentation afin de déterminer le module d'Young (E) et la dureté (H) des différentes couches de Silicium poreux. La figure 7.45 illustre les évolutions de la dureté (H) et du module d'élasticité (E) en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans les couches de Silicium poreux correspondant à chaque échantillon.

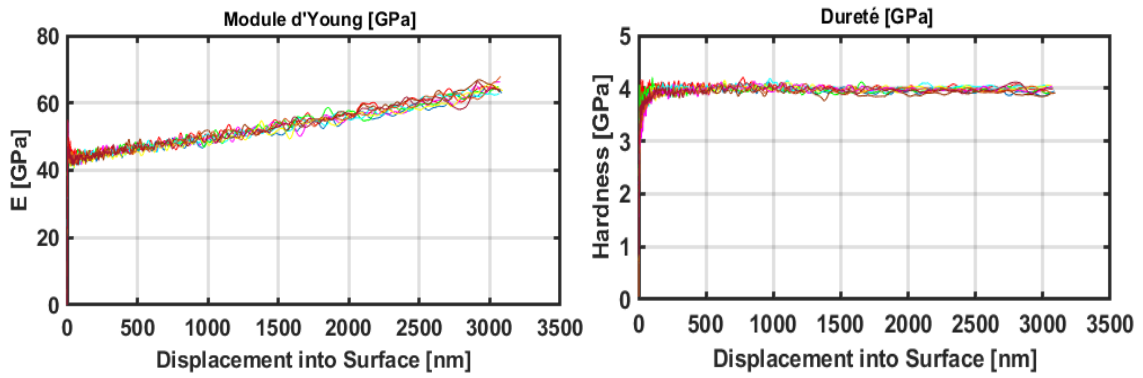
E1



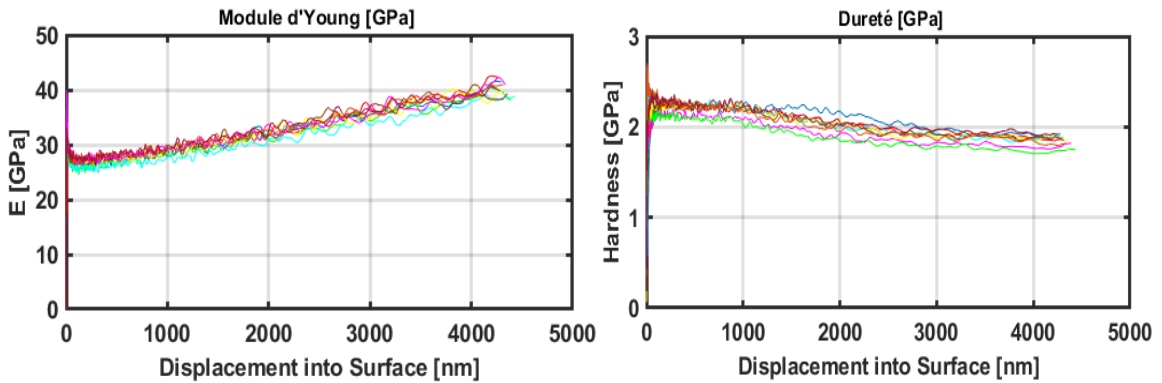
E2



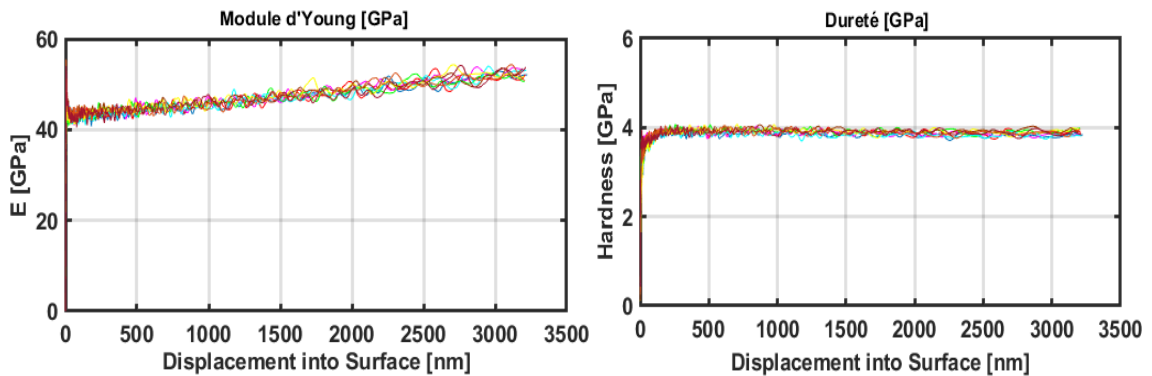
E3



E4



E5



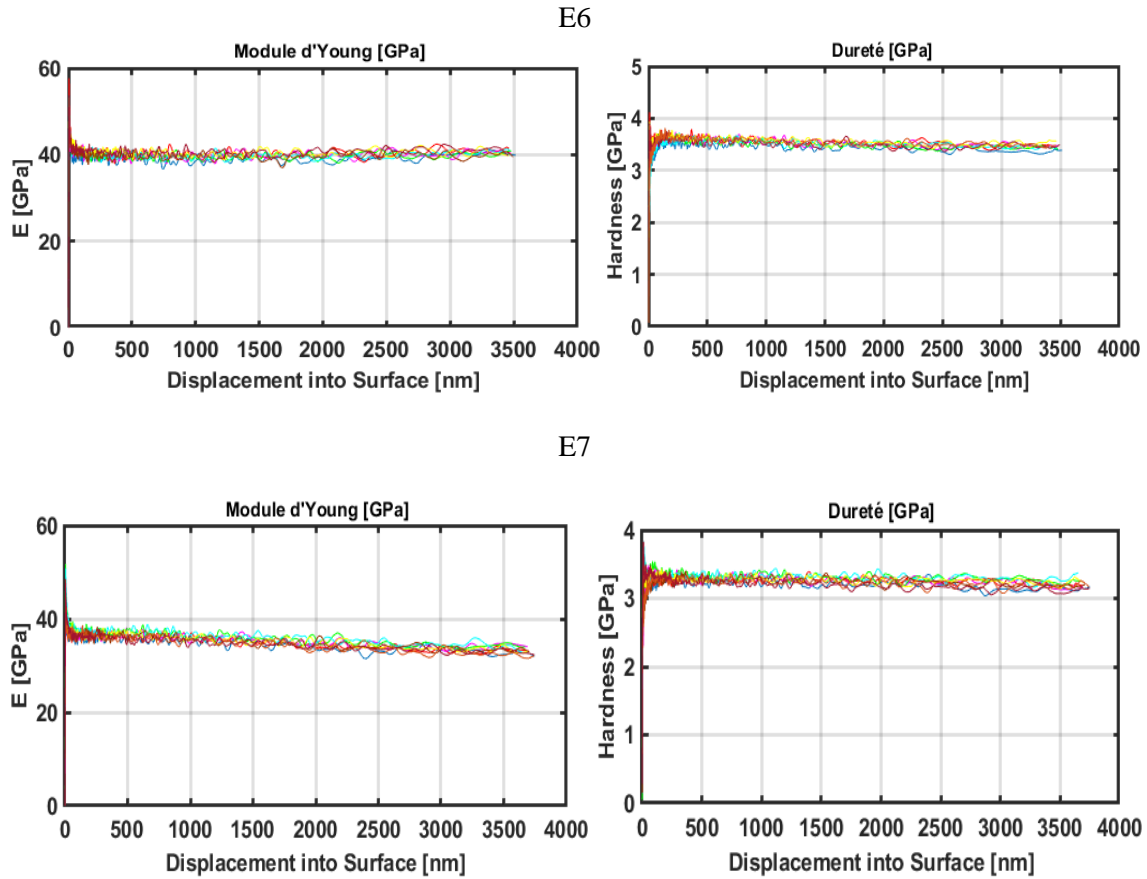


Figure 7.45 : Evolutions de la dureté et du module d'Young en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans les couches de Silicium poreux pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5, E6, et E7.

L'essai de nanoindentation est très influencé par les hétérogénéités et par la rugosité de la surface des couches poreuses [Esqué-de los Ojos, 2016]. Pour cette raison et afin d'assurer la reproductibilité de la mesure, il est nécessaire de réaliser un grand nombre d'indentation sur chaque échantillon, ce qui donne un faisceau de courbes plus au moins dispersées. Dans le cas de cette étude nous avons fixé neuf indentations par échantillon, ce qui est suffisant par rapport à la qualité de surface obtenue sur l'ensemble des échantillons.

7.14.2 Evolution de la dureté des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité

La figure 7.46, montre les résultats expérimentaux obtenus en termes de dureté (H). La figure 7.45, montre que les valeurs expérimentales de la dureté augmentent au début de la pénétration, ce comportement est observé sur l'ensemble des échantillons (E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7) jusqu'à atteindre le maximum aux alentours d'une profondeur de 400 nm. On observe que la dureté est inférieure à celle du silicium (100) non poreux (12 GPa). A mesure que la profondeur de pénétration continue d'augmenter, la dureté diminue légèrement et tend à atteindre une valeur asymptotique d'environ 5.9 GPa, 4.7 GPa, 3.9 GPa, 1.9 GPa, 3.9 GPa, 3.4 GPa et 3.2 GPa, respectivement pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7. Cette diminution de la dureté en fonction de la porosité peut être expliquée

par le fait que les couches poreuses deviennent plus fragiles (instables mécaniquement). La porosité a une grande influence sur les propriétés mécaniques des matériaux poreux. Comme le montre la figure 7.46 l'écart en termes de dureté entre le Silicium (100) massif et le silicium poreux augmente avec le taux de porosité. Les valeurs moyennes de dureté correspondant à chaque échantillon sont regroupées dans le tableau 7.14.

Tableau 7.14 : Dureté moyenne pour les 7 échantillons.

Echantillon	Densité de courant [mA/Cm ²]	Temps d'anodisation [s]	Porosité (%)	Dureté [GPa]
E1	20	510	32.62	5.9
E2	50	225	35.36	4.7
E3	100	130	48.5	3.9
E4	200	100	54.73	1.9
E5	100	260	46.37	3.9
E6	100	650	52.79	3.4
E7	100	1300	59.23	3.2

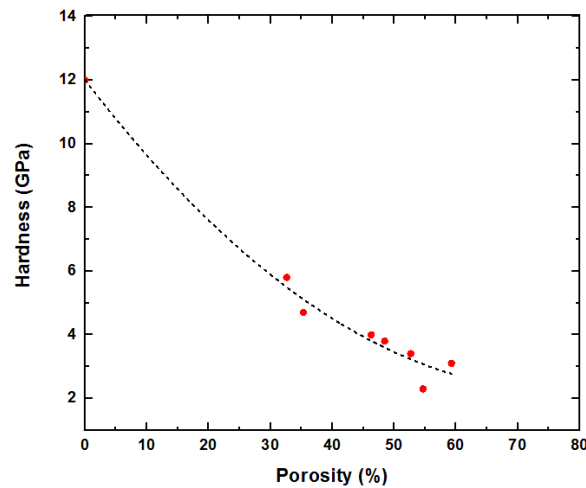


Figure 7.46 : Evolution de la dureté des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité par nanoindentation.

7.14.3 Evolution du module d'Young des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité

En plus de la dureté, la figure 7.45 permet d'observer aussi l'évolution du module d'Young des couches de silicium poreux avec la profondeur de pénétration de l'indenteur dans la couche. Pour les échantillons E1, E2, E3, E4 et E5, on observe une augmentation significative et progressive du module d'Young au fur et à mesure que l'indenteur pénètre dans la couche poreuse, ce phénomène peut être expliqué par l'influence des propriétés mécaniques du substrat, dans notre cas c'est le silicium (100) massif, et la densification de la couche poreuse (compactage) lors de la pénétration de l'indenteur [Xiang et al, 2006]. L'effet de densification de la couche poreuse lors de l'essai de nanoindentation est schématisé sur la figure 7.47.

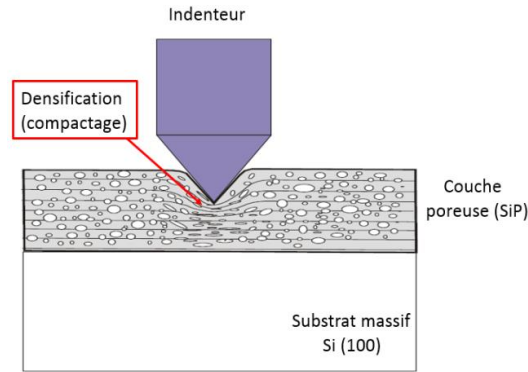


Figure 7.47 : Représentation schématique de la densification de la partie de la couche mince poreuse sous l'indenteur.

Les valeurs du module d'Young qui seront retenue pour les échantillons E1, E2, E3, E4 et E5, sont les moyennes des différents essais propre à chaque échantillon à une profondeur de pénétration de l'indenteur égale à 100 nm. Pour l'échantillon E6, on peut voir que le module d'Young est quasi constant avec la profondeur de pénétration de l'indenteur, l'effet du substrat est négligeable car l'épaisseur de la couche devient plus importante (61 μm) par rapport aux échantillon E1, E2, E3, E4 et E5, ou l'épaisseur de l'ordre de 14.8 μm , 12.9 μm , 12.2 μm , 18.8 μm et 26.9 μm , respectivement. Pour l'échantillon E7, on voit une diminution du module d'Young et de la dureté en fonction de la profondeur, ceci peut être expliqué par la présence d'un gradient de porosité dans la couche (la porosité augmente en allant de l'interface Air/SiP vers l'interface SiP/ Si (100)). Pour l'échantillon E4, on note une diminution de la dureté et du module d'Young avec la profondeur de pénétration, ainsi qu'un faible recouplement entre les 9 mesures réalisées sur le même échantillon (E4). Ce résultat peut être expliqué par la formation de fissures à l'extrémité de la pointe du pénétrateur et également à la limite extérieure de l'empreinte [Fakiri et al, 2018]. Un compactage est observé à ces points de rupture. La nucléation et la croissance de ces microfissures au cours de l'indentation libèrent la contrainte générée par le contact de l'indenteur, ceci provoque une diminution de la dureté et du module d'Young apparent.

La figure 7.48 montre des photographies MEB d'une empreinte dans un échantillon réalisé avec une densité de courant de 80 mA/Cm² pendant un temps t=3600 s, ayant une porosité de 68 % et une épaisseur de 206 μm , l'empreinte est réalisée à l'aide d'un pénétrateur Berkovich, plusieurs fissures significatives sont observées.

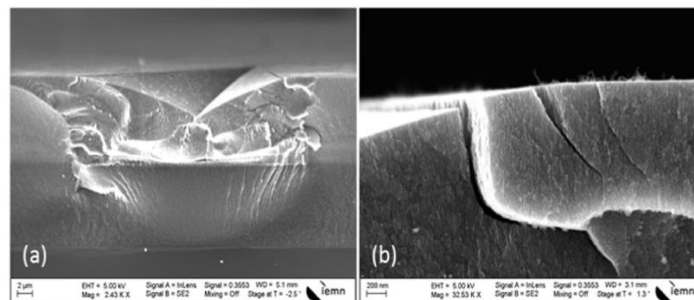


Figure 7.48 : Photographies MEB de : a) empreinte d'indentation et b) fissures sur la partie supérieure de la couche poreuse [Fakiri et al, 2018].

Les valeurs moyennes de module d'Young correspondant à chaque échantillon sont regroupées dans le tableau 7.15.

Tableau 7.15 : Module d'Young moyen pour les 7 échantillons.

Echantillon	Densité de courant [mA/Cm ²]	Temps d'anodisation [s]	Porosité (%)	Module d'Young [GPa]
E1	20	510	32.62	65
E2	50	225	35.36	52
E3	100	130	48.5	41
E4	200	100	54.73	37
E5	100	260	46.37	43
E6	100	650	52.79	40
E7	100	1300	59.23	35

La figure 7.49 montre une diminution du module d'Young en fonction de la porosité, ceci s'explique par le fait que les structures poreuses deviennent fragiles. La porosité a une grande influence sur les propriétés mécaniques des couches de silicium poreux.

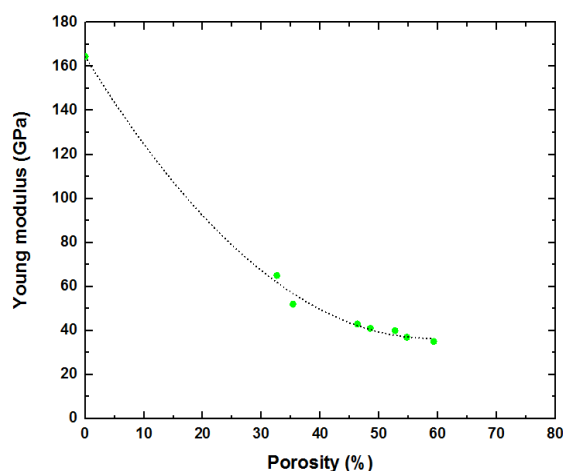


Figure 7.49 : Dureté et module d'Young des couches de silicium mésoporeux en fonction de la porosité.

7.15 Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la nanoindentation (Module d'Young)

Les couches de silicium mésoporeux sont difficiles à caractériser mécaniquement en raison de leur nature fragile. Dans cette étude, les couches de silicium mésoporeux sont caractérisés à la fois par la technique IDT-HFSAW et par la nanoindentation. La technique IDT-HFSAW a mesuré des modules d'Young de 60 GPa, 49.4 GPa, 33.4 GPa, 23 GPa, 35,2 GPa, 28.2 GPa et 18.8 GPa et 35 GPa pour les échantillons, E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7 respectivement, tandis que les résultats respectifs de la nanoindentation sont 65 GPa, 52 GPa, 41 GPa, 37 GPa, 43 GPa, 40 GPa et 35 GPa pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5, E6 et E7 respectivement. Ces résultats ont démontré une influence significative du substrat même à des profondeurs d'indentation inférieures à 10 % de l'épaisseur de la couche poreuse. Pour des porosités inférieures à 40%, les résultats obtenus par les deux méthodes sont très comparables. Cependant, pour

des porosités importantes (>40%), des différences plus significatives au fur et à mesure que la porosité augmente sont observées. Sur la figure 7.50 sont représentées les évolutions des modules d'Young en fonction de la porosité estimée par les deux techniques IDT-HFSAW et la nanoindentation.

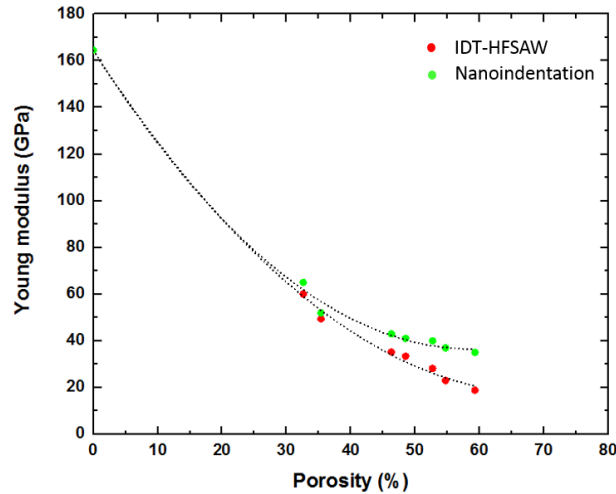


Figure 7.50 : Evolution du module d'Young en fonction de la porosité estimée par les deux techniques expérimentales, IDT-HFSAW et la nanoindentation.

De manière générale, les valeurs fournies par la nano indentation sont toujours supérieures à celles obtenues par la méthode IDT-HFSAW.

7.16 Corrélation entre les résultats obtenus avec la technique IDT-HFSAW et la microscopie électronique à balayage (MEB) (Épaisseur)

L'épaisseur des différentes couches poreuses retrouvée en utilisant la méthode acoustique IDT-HFSAW est comparée à la méthode de mesure destructive (MEB), voir tableau 7.16.

Tableau 7.16 : Résultat de l'optimisation pour l'épaisseur de la couche poreuse et comparaison avec les mesures destructives.

Echantillon	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7
IDT-HFSAW (µm)	12.5	11.5	10.4	12.2	19.5	45.8	110
MEB (µm)	14.8	12.9	12.2	18.2	26.9	61	90

La différence observée en terme d'épaisseur peut être due en partie au fait que la mesure destructive (MEB) est très locale, alors que la mesure acoustique est une moyenne sur une distance de propagation de plusieurs millimètres. En effet, le processus de gravure électrochimique (anodisation) provoque une variation locale de la profondeur de gravure, qui peut être important dans le cadre de fortes épaisseurs. Nous avons aussi observé expérimentalement des variations de la porosité en fonction de l'épaisseur, particulièrement pour les couches poreuses les plus épaisses (E5, E6, E7). Ceci peut être une explication de l'erreur d'estimation en terme d'épaisseur (différence entre MEB et SAW) car le modèle d'inversion utilisé jusqu'ici faisait l'hypothèse d'une porosité constante.

7.17 Conclusion

Dans ce travail, une méthode de caractérisation ultrasonore IDT-HFSAW du silicium poreux est développée. Elle a pour objectif de permettre la détermination simultanée de trois paramètres de la couche poreuse : la porosité moyenne, la profondeur de gravure (épaisseur de la couche poreuse) et le module d'Young. Pour cela, une étude de la propagation des ondes acoustiques de surface hautes fréquences (HFSAW) au sein d'un matériau bicouche Si poreux/Si est nécessaire.

D'après les études réalisées, il est clair que la méthode ultrasonore IDT-HFSAW est une méthode prometteuse avec un grand potentiel dans le domaine de la caractérisation des couches poreuses. Cette méthode a également une grande polyvalence puisqu'elle peut sélectivement cibler les propriétés les plus difficiles à estimer comme la densité et le coefficient de Poisson. La complexité des matériaux futurs mettra sans aucun doute l'accent sur les techniques de caractérisation, les avantages offerts par la technique IDT-HFSAW seront des atouts majeurs pour répondre aux exigences.

Cette étude a montré comment la technique IDT-HFSAW peut être une alternative efficace pour la caractérisation dimensionnelle et mécanique des couches poreuses grâce à la dispersion des ondes acoustiques de surface lors de la propagation plutôt qu'une déformation localisée. Ainsi, la technique IDT-HFSAW ouvre de nombreuses voies vers la caractérisation mécanique de films minces poreux. Comme les films minces continuent de tendre vers la plus petite échelle avec des morphologies plus complexes, IDT-HFSAW pourrait bien devenir une technique précieuse et indispensable.

Conclusion générale

Les films et les revêtements minces sont des éléments fondamentaux de l'ingénierie, leurs applications s'étendant à tous les domaines de la vie quotidienne. Les semi-conducteurs font l'objet d'un intérêt particulier, car leur existence peut être attribuée en grande partie au développement de matériaux sous forme de couches minces. Il existe de nombreuses propriétés, telles que les propriétés thermiques, mécaniques, optiques, chimiques et électriques, qui sont nécessaires et exigées pour les couches minces et les revêtements et la caractérisation de chacune à sa propre difficulté et enjeu. Cependant, les propriétés mécaniques nécessitent souvent une plus grande implication dans la mesure. En effet, la mesure mécanique exige par nature une certaine interaction physique avec l'échantillon à caractériser afin de créer un mouvement de particules pour une réponse mesurable. A l'échelle d'une couche mince, cela devient de plus en plus difficile en raison des contraintes de la faible épaisseur, des changements de comportement des matériaux, et des considérations morphologiques.

Le principal enjeu de ce travail de thèse a été de démontrer les potentialités d'une méthode de caractérisation ultrasonore originale, utilisant des MEMS, nommée dans ce travail IDT-HFSAW, adaptée et optimisée pour la caractérisation des propriétés mécaniques et dimensionnelles de structures de type couche sur substrat.

Les travaux présentés au cours des sept chapitres précédents s'inscrivent dans le cadre de la nécessité de développer une méthode de caractérisation ultrasonore non destructive permettant d'estimer de manière fiable les paramètres élastiques et géométriques des structures de type couches minces et revêtements fonctionnels très utilisés en particulier en microélectronique et en optique. La complexité de cette tâche est liée à la diversité des dépôts, des revêtements et des couches minces d'épaisseurs fines et ultrafines dont les caractéristiques intrinsèques sont variées (fragiles, faibles épaisseurs, transparents...).

La solution proposée dans cette étude repose sur l'utilisation de l'onde de surface de type Rayleigh sur une large gamme de fréquences. Ce choix s'explique par le fait que l'énergie véhiculée par l'onde de surface se trouve confinée au voisinage de la surface, ce qui la rend particulièrement sensible aux caractéristiques des couches. Dans le cas de structure de type couche sur substrat, l'onde de surface devient dispersive, en d'autres termes, la vitesse de phase varie en fonction de la fréquence de l'onde. En exploitant cette dispersion de l'onde de surface, il est possible de caractériser ces structures. En effet, c'est en exploitant une variation importante de vitesse qu'il devient possible d'obtenir, par inversion, des précisions intéressantes sur les caractéristiques mécaniques et l'épaisseur des couches. C'est pourquoi afin d'obtenir une variation de vitesse de plusieurs centaines de mètres par seconde il faut pouvoir exploiter les ondes de surface sur une grande gamme de fréquences. Ce qui impose de pouvoir exciter et détecter les ondes de surface sur une large gamme de fréquences.

Nous avons donc mis en œuvre des transducteurs interdigités large bande de type chirp, permettant la génération d'ondes acoustique de surface sur une large gamme de fréquences allant de 20 à 260 MHz. Dans la littérature scientifique, en dehors des travaux antérieurs réalisés à l'IEMN, nous retrouvons assez peu d'articles concernant l'utilisation des transducteurs interdigités pour la caractérisation et le CND. Dans ce travail de thèse, nous nous distinguons assez nettement de ces travaux car nous sommes non pas intéressés à la détection de défauts et de fissures mais à la caractérisation des propriétés élastiques et géométriques des couches ultraminces, poreuses et des couches sol-gel. De plus, pour limiter l'altération des surfaces des couches minces et des revêtements, nous avons privilégié un simple contact entre les transducteurs interdigités déportés et les structures à tester via un couplant ce qui donne bien évidemment la possibilité d'utiliser les transducteurs avec les mêmes facilités que les transducteurs classiques. Ces transducteurs sont donc parfaitement compatibles pour le contrôle non destructif de couches minces et revêtements fragiles et peuvent s'appliquer à de nombreux cas de figures. Enfin, les ondes de Rayleigh que nous avons exploitées se situent dans une gamme spectrale assez peu envisagée par les techniques ultrasonores avec contact et sans immersion de la structure analysée, car nous avons généré et détecté des ondes en hautes fréquence sur une très large gamme (20 – 260 MHz). Par ailleurs, nous avons modélisé et optimisé les transducteurs pour élargir les bandes passantes de 20-125 MHz à 90-260 MHz. L'excitation de type chirp (temporel) sur un transducteur chirp (spatial) permet d'optimiser la bande passante des transducteurs et augmenter les niveaux de l'amplitude engendrés par ces derniers. Cette solution pertinente nommée technique à double chirp spatio-temporel a permis d'obtenir directement un spectre large bande correspondant aux bandes de fonctionnement recherchées et surtout des niveaux de déplacements des ondes de surface suffisants pour la caractérisation des couches minces métalliques et les revêtements fonctionnels.

Dans le premier chapitre, nous avons présenté quelques exemples d'applications des couches minces pour l'électronique et l'optique et les principales méthodes de caractérisation mécaniques destructives et non destructives utilisant les ondes acoustiques de surface. Ensuite, nous avons expliqué les raisons du choix des transducteurs interdigités large bande pour caractériser les couches et les revêtements minces. Nous avons terminé le premier chapitre en précisant l'intérêt des transducteurs interdigités à large bande de fonctionnement pour l'application visée et les avantages qu'ils présentent.

Au second chapitre, nous avons étudié la propagation des ondes de surface dans les structures du type couche sur substrat. Après avoir rappelé les équations fondamentales de l'acoustique, une brève présentation des principaux types d'ondes élastiques guidées dans une structure de type couche sur substrat. Nous nous sommes intéressés en particulier à la propagation d'une onde de type Rayleigh et son intérêt pour la caractérisation de structures de type couche sur substrat. Les courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh pour différentes configurations de couche déposée sur un substrat ont été obtenues à l'aide d'un programme développé au laboratoire.

Le troisième chapitre a été consacré à la modélisation et à la technologie de réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface. Nous avons détaillé la manière dont sont généralement conçus les transducteurs interdigités au travers des différentes techniques de dépôts d'électrodes et de couches minces, mais également comment s'effectue la génération des ondes acoustiques de surface sur un substrat piézoélectrique tel que le Niobate de Lithium. Ensuite, nous avons réalisé plusieurs séries de transducteurs interdigités que nous avons caractérisés électriquement et acoustiquement. Nous avons mesuré, par interférométrie laser, les amplitudes des déplacements générés par les transducteurs interdigités large bande. Enfin, nous avons pu aboutir à la réalisation d'une série d'IDT fonctionnels dans la gamme de fréquences 90-260 MHz, ce qui a permis de les mettre en œuvre pour la caractérisation de structures couche mince sur substrat. Cela a montré d'une part la pertinence des méthodes de modélisations utilisées mais aussi la bonne maîtrise des procédés de réalisation des dispositifs. Enfin, nous avons pu montrer que la technique à double chirp spatio-temporelle basée sur des transducteurs interdigités était une solution intéressante pour obtenir directement un spectre large bande correspondant aux bandes de fonctionnement recherchées tout en assurant des niveaux de déplacements des ondes de surface suffisants pour les applications visées.

Dans le quatrième chapitre, les paramètres élastiques des échantillons analysés se présentant sous la forme d'une couche d'or d'épaisseur variant entre 50 et 400 nm déposée sur substrat de silicium ont pu être déterminés en même temps que l'épaisseur des couches en tenant en compte l'anisotropie du substrat de silicium (111). Nous avons utilisé la méthode d'inversion à partir des courbes de dispersions expérimentales des ondes de surface dans les couches. Pour la résolution du problème inverse, nous avons fait correspondre les vitesses calculées théoriquement à celles mesurées expérimentalement en ajustant les paramètres élastiques de la structure analysée déduites à partir du modèle théorique. Afin d'estimer de manière précise les vitesses de phase mesurées avec peu de temps en termes de traitement des données et de calculs, nous avons utilisé la transformée de Slant Stack. Cette technique rapide et efficace a permis de déterminer les vitesses se propageant dans un milieu dit « dispersif » avec une grande précision. L'intérêt ici a été de montrer les potentialités de la méthode que nous avons intitulée IDT-HFSAW consistant en l'exploitation de la dispersion des ondes acoustiques de surface hautes fréquences générées par IDT pour caractériser ces structures. Les mesures d'épaisseur ont pu être confirmées par comparaison à des mesures réalisées à l'aide d'un profilomètre de haute précision. Les résultats ont permis de mettre en évidence les potentialités de la méthode proposée pour la caractérisation non destructive de structures de type couche sur substrat.

Le cinquième chapitre a été consacré à la caractérisation ultrasonore par la méthode IDT-HFSAW de structures de type couches ultraminces uniformes et discontinues (îlots) déposées sur un substrat de silicium. Nous avons montré que cette technique est efficace pour une large gamme de films ultraminces, en particulier les films discontinus à densité variable et donc des propriétés élastiques variables. La

méthode IDT-HFSAW a montré son potentiel à caractériser des couches ultraminces de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres (5 nm à 50 nm).

Dans le sixième chapitre, nous avons étudié le rôle d'un processus dit de "durcissement par flux d'ammoniac" sur les propriétés mécaniques et dimensionnelles (épaisseur) de couches minces Sol-gel. Les optiques revêtues d'une couche mince sol-gel antireflets sont des éléments très importants du Laser Méga Joule (LMJ) qui est une installation majeure du programme Simulation dont le but est d'étudier le comportement des matériaux dans des conditions extrêmes de température et de pression. Nous avons mis en évidence le retrait (changement d'épaisseur) de la couche mince sol-gel antireflet lors du post-procédé de durcissement. En plus du changement de l'épaisseur nous avons pu montrer que le renforcement mécanique des couches sol-gel était corrélé au retrait de la couche mince sol-gel antireflet. Contrairement à la méthode acoustique picoseconde, La méthode IDT-HFSAW a montrée sa capacité à caractériser des couches transparentes sans avoir recours à déposer une couche mince métallique pour amorcer la propagation des ondes acoustiques ultrasonores.

Dans le dernier chapitre, la capacité de la méthode IDT-HFSAW à caractériser des couches de silicium mésoporeux a été démontrée par l'étude de différents échantillons constitués de couches de silicium mésoporeux réalisées par anodisation électrochimique de wafers de silicium (100). Une certaine atténuation en hautes fréquences a été observée, mais pas suffisamment pour diminuer la capacité de la mesure. Cette étude a démontré directement comment les propriétés mécaniques et dimensionnelles des couches minces de silicium mésoporeux avec leur nature délicate et rugueuse pourraient être étudiées et ainsi fournir une base solide pour les études futures sur d'autres matériaux poreux.

Il ressort des études présentées dans ce document que la caractérisation des couches minces et des revêtements est un problème en constante évolution, avec un flux constant de nouvelles structures nécessitant des modifications ou de nouvelles méthodes de caractérisation. Les anciennes méthodes peuvent perdre leur applicabilité et de nouvelles méthodes peuvent voir le jour, mais les connaissances acquises en cours de route sont essentielles à l'adaptation et au progrès continus des méthodes de caractérisation.

Comme perspectives, d'autres mesures seront effectuées afin de tester la sensibilité de cette méthode sur des échantillons de silicium poreux présentant différents types de porosité (taux, tailles, formes) et aussi de tenir compte de la présence d'un gradient de propriétés sur toute l'épaisseur des couches de silicium mésoporeux. Un modèle multicouche de la zone poreuse sera proposé afin de prendre en compte la variation de porosité avec la profondeur. L'épaisseur de la couche poreuse sera divisée en plusieurs couches, dont chaque couche à une porosité propre.

Annexes

Annexe 1

Microscopie Acoustique

L'imagerie en mode C, par plans parallèles à la surface, a été la première développée mais rapidement, la nature plutôt qualitative des observations a cédé le pas à une analyse quantitative. Analysons la complexité des phénomènes. Le capteur focalisé génère un faisceau acoustique fortement convergent qui va frapper la surface de l'objet. Tout comme en optique, on assiste à une conversion de modes, les plus classiques étant les modes réfléchis et transmis, mais il en existe en acoustique bien d'autres, connus sous l'appellation de modes de surface et d'interface. Tous ces modes vont avoir un comportement et une interaction différente avec le matériau à observer. C'est un peu ce que traduit la figure 1.24 en montrant la génération et la détection de tels modes de surface sous une incidence θ_R . Ces ondes de surface (qui sont généralement des ondes de Rayleigh) sont évanescentes et une part de leur énergie est réémise sous forme d'ondes de volume dans le liquide tout au cours de leur propagation.

D'un point de vue physique, l'image acoustique de surface obtenue avec un microscope acoustique est une imagerie interférentielle entre deux types d'ondes issues du faisceau incident provenant de deux trajets différents : les ondes paraxiales réfléchies spéculairement (c'est-à-dire en incidence normale) par l'objet, notées A sur la figure 1.24 et les ondes de surface se propageant à la surface du matériau, générées par une autre partie du faisceau incident (notée B). La superposition de ces deux ondes s'effectue au niveau du transducteur après sélection des faisceaux de retour par la lentille acoustique. Leur différence de marche due à des trajets assez différents va donner lieu à une interférence appelée signature acoustique $V(z)$, composée d'une succession de maximums et de minimums lorsque l'objet est déplacé vers la lentille selon son axe z (fig 8.1).

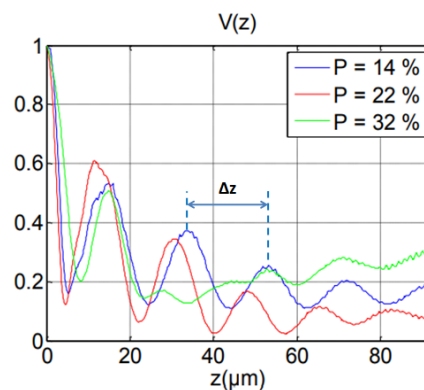


Figure 8.1 : Exemples de signatures acoustiques expérimentales à 600 MHz.

Achenbach et ses collègues ont utilisé les ondes de Rayleigh générées par un microscope acoustique pour déterminer les constantes élastiques de films minces déposés sur des substrats anisotropes à partir de la mesure $V(z)$ [Achenbach et al, 1995]. La méthode est basée sur une procédure d'inversion dans

laquelle les meilleures estimations des constantes élastiques sont placées dans un modèle théorique de $V(z)$ pour calculer les vitesses et l'amplitude de l'onde de Rayleigh rayonnante. Les valeurs des constantes élastiques sont ensuite comparées à celles mesurées expérimentalement. La différence est utilisée pour ajuster les constantes élastiques et le processus est répété jusqu'à la convergence obtenue par la méthode des moindres carrés. La présence de contraintes peut également être mesurée lorsque cette dernière modifie la vitesse de phase de l'onde acoustique de surface à partir des constantes élastiques du troisième ordre [Sklar et al, 1995]. La mesure des périodicités Δz du signal acoustique $V(z)$ permet la détermination de la vitesse de propagation des ondes de surface à une fréquence de travail donnée du microscope, et de calculer les paramètres élastique (E, ν).

Annexe 2

Acoustique picoseconde

En pratique, les faisceaux pompe et sonde proviennent d'une même impulsion laser. L'impulsion de pompe et l'impulsion de sonde pourraient venir de lasers différents, mais il est difficile de synchroniser deux lasers avec une très bonne précision et sans introduire d'incertitude sur les mesures. C'est pourquoi, un cube séparateur est utilisé afin de séparer en deux parties le faisceau d'origine. Le schéma classique du montage optique pompe-sonde est présenté à la figure 8.2.

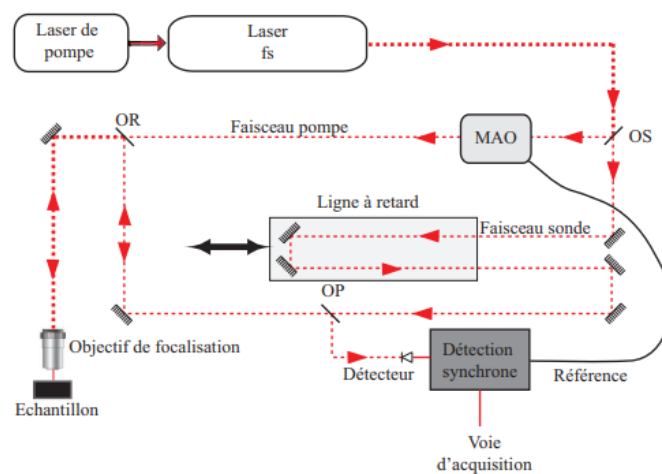


Figure 8.2 : Montage pompe-sonde homodyne pour l'acoustique picoseconde [A.Abbas, 2013]. Une seule impulsion est scindée en deux pour former la pompe et la sonde. La différence de longueur entre le trajet des impulsions pompes et le trajet des impulsions sondes pour arriver à l'échantillon est ajustable à l'aide d'une ligne de translation mécanique. OS : optique séparatrice, OR : optique de recombinaison, OP : optique de prélèvement, MAO : modulateur acousto-optique.

Le principe d'un banc de mesure pompe-sonde homodyne est représenté sur la figure 1.27. Dans ce type de montage, une impulsion laser ultracourte est scindée en deux à l'aide d'une optique séparatrice (OS) pour former l'impulsion pompe et l'impulsion sonde. Ces deux impulsions parcourent alors deux chemins optiques, dont la différence est ajustable à l'aide d'une ligne à retard mécanique, jusqu'à une optique de recombinaison (OR) où elles sont recombinaison. Les impulsions pompe et sonde sont alors

focalisées sur l'échantillon à étudier à l'aide d'un objectif de microscope. Après sa réflexion sur l'échantillon, l'impulsion sonde est orientée vers le photodétecteur à l'aide d'une optique de prélèvement (OP), qui génère un signal proportionnel à l'intensité de la sonde, c'est-à-dire à la quantité de sonde réfléchiée par l'échantillon. Afin d'accroître le rapport signal sur bruit (S/B) des signaux, une détection synchrone est utilisée : un élément acousto-optique (MAO) module le faisceau pompe à une fréquence ajustable. Cette fréquence sert de référence à une détection synchrone qui démodule le signal, lequel est ensuite numérisé par le système d'acquisition.

Dans le milieu de la recherche, l'acoustique picoseconde permet de caractériser la topographie et les propriétés élastiques de couches minces métalliques ou diélectriques. Elle permet aussi de quantifier la qualité des matériaux, comme des verres, en y étudiant l'atténuation des ondes acoustiques qui s'y propagent. L'acoustique picoseconde permet aussi d'étudier les modes propres de structures nanométriques, afin d'en déduire des informations relatives à leurs propriétés intrinsèques ou à leurs propriétés de couplage avec leur environnement. Des chercheurs tentent par exemple de quantifier l'adhésion de nanoparticules lorsque celles-ci sont posées sur un substrat, pour connaître avec exactitude l'énergie nécessaire à leur manipulation. Dans le cadre de structures périodiques, comme des super-réseaux, l'étude des modes acoustiques permet de caractériser la période du réseau ou le nombre des couches qui le composent.

Un exemple de courbes expérimentales obtenues à l'aide de cette méthode est donné à la figure 8.3. Le changement de réflectivité est dû à deux effets physiques majeurs [Vollmann et al, 2002]. Premièrement, l'effet le plus important provient de la dilatation thermique causée par l'impulsion pompe. Ce changement est visible dès que l'impulsion atteint la surface (à zéro picoseconde sur la courbe), puis décroît progressivement. Deuxièmement, les légers changements de réflectivité observés sont causés par l'effort mécanique induit par l'arrivée des échos à la surface de l'échantillon. Les trois courbes présentes sur la figure 8.3 montrent que l'épaisseur de la couche détermine le temps de vol de l'onde sur un aller-retour à l'intérieur du film mince. En éliminant l'effet de la dilatation thermique, on peut quantifier l'impédance acoustique du substrat ou d'une couche en mesurant l'amplitude des échos.

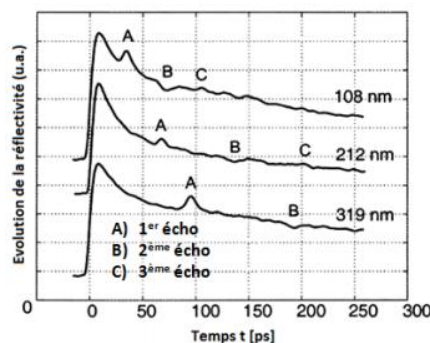


Figure 8.3 : Evolution de la réflectivité pour trois échantillons composés d'une couche d'aluminium d'épaisseur 108 nm, 212 nm ou 319 nm déposée sur substrat de saphir [Vollmann et al, 2002].

Annexe 3

Le faisceau est alors réfléchi par la surface libre (air/antireflet) et par l'interface antireflet/substrat. Le faisceau est aussi en partie guidé dans la couche et donne lieu à des réflexions multiples R_0 à la surface libre et $R_1, R_2 \dots R_n$ à l'interface. Le coefficient de réflexion entre deux milieux 0 et 1 s'écrit :

$$r_{01} = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1} \quad \text{Eq (6.3)}$$

En incidence normale, le faisceau en $R1$ subit une différence de marche par rapport à R_0 de :

$$\delta = 2n_c e_c \quad \text{Eq (6.4)}$$

Pour réaliser un antireflet, il faut que les interférences entre faisceaux réfléchis soient destructives, donc déphasées de (π) . Cette condition est respectée si l'épaisseur optique est égale à :

$$e_c n_c = \left(\pi + \frac{1}{2}\right) \frac{\lambda_0}{2} \quad \text{Eq (6.5)}$$

Ce premier résultat donne la première condition sur l'épaisseur optique pour obtenir des interférences destructives. L'autre condition à respecter vise à minimiser l'intensité du champ réfléchi E_r à l'infini, dont l'expression est :

$$E_r = E_0 r_{ac} + E_0 (1 - r_{ac}) r_{cs} (1 - r_{ca}) e^{2i\pi\delta/\lambda_0} + E_0 (1 - r_{ac}) r_{cs} r_{ca} r_{cs} (1 - r_{ca}) e^{4i\pi\delta/\lambda_0} + [\dots] \quad \text{Eq (6.6)}$$

Où $r_{ac} = \frac{n_a - n_c}{n_a + n_c}$

d'où

$$E_r = E_0 r_{ac} + E_0 (1 - r_{ac}) \sum_{n=1}^{+\infty} r_{cs}^n r_{ca}^{n-1} e^{\frac{2i\pi n \delta}{\lambda_0}} = E_0 r_{ac} + E_0 \frac{(1 - r_{ac})(1 - r_{ca})}{r_{ca}} \sum_{n=1}^{+\infty} r_{cs}^n r_{ca}^n e^{\frac{2i\pi n \delta}{\lambda_0}}$$

Eq (6.7)

Définir R_{cs}

Comme $r_{ca} = -r_{ac}$, il est possible d'écrire :

$$\frac{E_r}{E_0} = \frac{1}{r_{ac}} - \frac{(1 - r_{ac}^2)}{r_{ac}} \sum_{n=0}^{+\infty} r_{cs}^n r_{ca}^n e^{2i\pi n \delta / \lambda_0} \quad \text{Eq (6.7)}$$

$$= \frac{1}{r_{ac}} - \left(\frac{1 - r_{ac}^2}{r_{ac}}\right) \left(\frac{1 - \left(r_{cs} r_{ca} e^{\frac{2i\pi\delta}{\lambda_0}}\right)^{n+1}}{1 - r_{cs} r_{ca} e^{2i\pi\delta/\lambda_0}}\right) \quad \text{Eq (6.8)}$$

Lorsque $n \rightarrow +\infty$

$$\frac{E_r}{E_0} = \frac{1}{r_{ac}} - \left(\frac{1 - r_{ac}^2}{r_{ac}}\right) \left(\frac{1}{1 - r_{cs} r_{ca} e^{\frac{2i\pi\delta}{\lambda_0}}}\right) \quad \text{Eq (6.9)}$$

Pour des interférences destructives, on a $E_r = 0$ et en respectant les conditions vues en équations (6.4) et (6.5), $e^{2i\pi\delta/\lambda_0} = -1$

Donc : $\frac{1}{r_{ac}} = \frac{(1 - r_{ac}^2)}{r_{ac}} \frac{1}{1 - r_{cs} r_{ac}}$ Eq (6.10)

D'où : $1 - r_{ac}^2 = 1 - r_{cs} r_{ac}$ Eq (6.11)

Ce qui donne :

$$r_{ac} = r_{cs} \quad \text{Eq (6.12)}$$

En reprenant Eq (6.3) :

$$\frac{n_a - n_c}{n_a + n_c} = \frac{n_c - n_s}{n_c + n_s} \quad \text{Eq (6.13)}$$

Annexe 4

Banc d'anodisation (Cuves d'électrolyse)

Le banc d'anodisation désigne l'ensemble du matériel permettant la fabrication de Si poreux : il se compose principalement d'un générateur de courant (ou de tension) et d'une cuve appelée « cellule d'anodisation ».

Les cellules d'anodisation

Les figures 8.4 et 8.5 représentent respectivement les cellules d'anodisation « simple bain » et « double bain » pour la fabrication du silicium poreux. Dans la cellule « simple bain », une face du wafer de silicium est en contact avec une anode de cuivre et l'autre face avec un électrolyte dans laquelle plonge une électrode de platine ou d'or (cathode). Dans la cellule « double bain », les deux faces sont en contact avec des électrolytes dans lesquelles plongent deux électrodes. L'établissement d'un courant entre les deux électrodes déclenche le processus d'anodisation.

Cellule d'anodisation simple bain

Cette cellule d'anodisation en Teflon utilise un contact électrique métallique sur la face arrière du wafer de silicium. Cette même face arrière est isolée de la solution HF/Ethanol par un joint torique. Ainsi, seule la face avant est exposée à l'attaque par les électrolytes. Le diamètre du joint torique commande le diamètre de la couche de silicium poreux obtenue (Figure 8.4).

Dans cette configuration, des couches uniformes et homogènes sont obtenues pour les wafers de très faible résistivité (typiquement $\rho < 0.02 \Omega \cdot Cm$) qui autorise un contact ohmique de bonne qualité sur la face arrière. Cette cellule présente l'intérêt d'une rapidité de mise en œuvre et permet l'obtention de couches de silicium poreux uniformes et homogènes. Elle permet également une bonne maîtrise de l'épaisseur et de la porosité des couches par un contrôle du courant d'anodisation et du temps d'exposition.

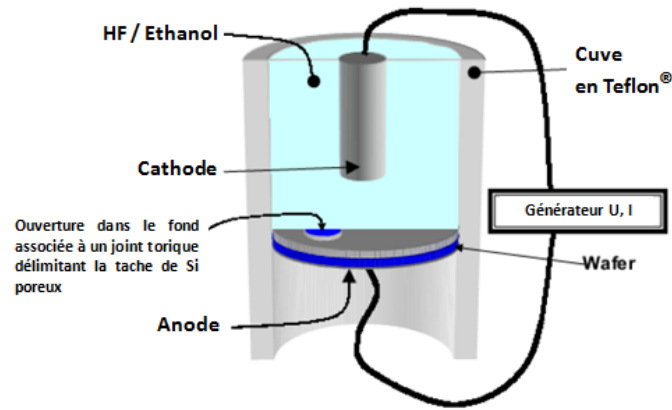


Figure 8.4 : Vue schématique en coupe d'une cellule d'anodisation simple pour la réalisation de zones de silicium poreux.

Cellule d'anodisation à double réservoir

L'anodisation pulsée double-face du silicium monocristallin se fait dans une cellule à double réservoir ce qui permet d'obtenir des couches de silicium poreux sur toute l'épaisseur du substrat en inversant périodiquement la polarisation du courant.

Le silicium est placé dans une cellule d'anodisation à double réservoir (figure 8.5). Deux masques en téflon définissent de part et d'autre la surface de silicium à anodiser. Deux électrodes en platine permettent de faire circuler le courant d'anodisation à travers l'électrolyte/le substrat/ l'électrolyte. Ce genre de cellule est particulièrement intéressant pour la fabrication de Si poreux traversant (porosification complète du substrat de Si) car il évite de graver l'électrode en platine comme dans le cas de la cellule simple bain. De plus, l'appui mécanique symétrique par les joints toriques, évite toute courbure de la plaquette de Si.

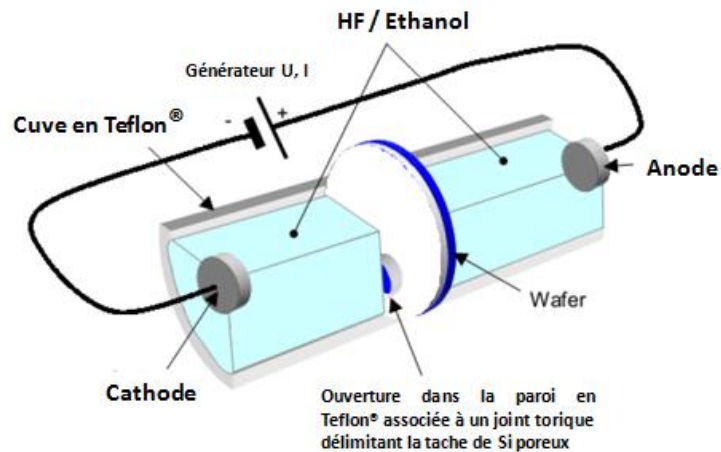


Figure 8.5 : Schéma de la cellule d'anodisation à double bain.

Références bibliographiques

- [Abbas, 2013], Allaoua Abbas, « Développement d'un dispositif pompe-sonde hétérodyne : application à l'imagerie en acoustique picoseconde », Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2013.
- [Abdelkader, 2007], Hafdallah Abdelkader, « Étude du Dopage des Couches Minces de ZnO Élaborées par Spray Ultrasonique », thèse magister, Constantine (2007).
- [Al-Naemi, 2006], F. I. Al-Naemi, J. P. Hall, et A. J. Moses, « FEM modelling techniques of magnetic flux leakage-type NDT for ferromagnetic plate inspections », *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 304, no 2, p. e790-e793, sept. 2006.
- [Aloui, 2012], Lyacine Aloui, « dépôt chimique en phase vapeur d'Al, Cu et Fe en vue d'élaboration de films composés de phases intermétalliques », thèse de doctorat, université de Toulouse 2012.
- [Ambrozinski, 2014], Lukasz Ambrozinski, Bogdan Piwakowski, Tadeusz Stepinski, « Evaluation of dispersion characteristics of multimodal guided waves using slant stack transform », *NDT&E International Journal*, 68: s. 88-97, (2014).
- [André, 1999] M. L. André, "The French megajoule laser project (LMJ)", *Fusion Engineering and Design*, 44, 43-49 (1999).
- [Auld et Moulder, 1999], B. A. Auld et J. C. Moulder, « Review of Advances in Quantitative Eddy Current Nondestructive Evaluation », *Journal of Nondestructive Evaluation*, vol. 18, no 1, p. 3-36, mars 1999.
- [Auld, 1973], B. A. Auld, *Acoustic Fields and Waves in Solids*, Vol.1, Wiley-Interscience, New York, 1973.
- [Avice, 2017], Jérémy Avice, Gwenaëlle Vaudel, Christophe Boscher, Philippe Belleville, Vitali Gusev, Guillaume Brotons, Hervé Piombini, Pascal Ruello, « Sonder les propriétés élastiques de matériaux nanostructurés par acoustique picoseconde », *Instrumentation, Mesure, Métrologie – n° 1-4/2017*, 175-182.
- [Avice, 2018], Jérémy Avice. Etudes des propriétés physico-chimiques de revêtements sol-gel par spectroscopie, optoacoustique et endommagement laser. *Matériaux*. Université du Maine, 2018.
- [Baba, 2013], Kamal Baba, « Développement et optimisation du procédé Spray Plasma de dépôt de couches minces d'oxyde de zinc - Application aux cellules photovoltaïques », thèse de doctorat, Université paris 13, 2013.
- [Ballandras, 1991], S. Ballandras, « Sensibilité des oscillateurs à quartz à ondes de surface aux contraintes et gradients thermiques », thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, (1991).

- [Ballantine, 1997], D. S. Ballantine, R. M. White, S. J. Martin, A. J. Ricco, G. C. Frye, E. T. Zellers and H. Wohltjen, « Acoustic Wave Sensors: Theory, Design and Physico-Chemical Applications », Academic Press, San Diego, (1997).
- [Barnes, 2003], Barnes, W., Dereux, A. & Ebbesen, T. Surface plasmon subwavelength optics. *Nature* 424, 824–830 (2003).
- [Barrett, 1951], E. P. Barrett, L. G. Joyner, et P. P. Halenda, « The Determination of Pore Volume and Area Distributions in Porous Substances. I. Computations from Nitrogen Isotherms », *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 73, no 1, p. 373-380, janv. 1951.
- [Belleville et Floch, 1994], P. F. Belleville et H. G. Floch, « Ammonia hardening of porous silica antireflective coatings », San Diego, CA, oct. 1994, p. 25.
- [Benelmadjat, 2007] Benelmadjat Hannane, "élaboration et caractérisation des composites dopés par des agrégats nanométriques de semi-conducteurs", thèse magister, Constantine (2007).
- [Bergmann, 1948], L. BERGMANN, « Ultrasonics and Their Scientific and Technical Applications », John Wiley Sons, New York, 1948.
- [Birleanu et Pustan, 2016], C. Birleanu and M. Pustan, "The effect of film thickness on the tribomechanical properties of the chrome-gold thin film," in 2016 Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS (DTIP), Budapest, Hungary, May 2016, pp. 1–6.
- [Biryukov, 1995] S. V. Biryukov, Y. V. Gulyaev, V. V. Krylov, V. P Plessky, "Surface Acoustic Waves in Inhomogeneous Media" Springer, 1995, pp. 1-14.
- [Bisi, 2000], O. Bisi, S. Ossicini, et L. Pavesi, « Porous silicon: a quantum sponge structure for silicon based optoelectronics », *Surface Science Reports*, vol. 38, no 1-3, p. 1-126, avr. 2000.
- [Boscher, 2017], Christophe Boscher, Jérémy Avice, Philippe Belleville, Herve Piombini, Karine Vallé, « Étude du durcissement ammoniac de couche mince sol-gel », *Instrumentation, Mesure, Métrologie – n° 1-4/2017*, 165-174.
- [Bourse, 2012], Gérard Bourse, Wei-Jiang Xü, Anne Mouftiez, Loic Vandevoorde, Mohamed Ourak, « Interfacial adhesion characterization of plasma coatings by $V(z)$ inversion technique and comparison to interfacial indentation », *NDT & E International*, Janvier 2012, Pages 22-31.
- [Bowden et Tabor, 1966], F. P. Bowden et D. Tabor, « Friction, lubrication and wear: a survey of work during the last decade », *Br. J. Appl. Phys.*, vol. 17, no 12, p. 1521-1544, déc. 1966.
- [Bruneau et Potel, 2006], M. Bruneau et C. Potel, *Matériaux et acoustique*. Paris: Hermès Science publications : Lavoisier, 2006.
- [Bückle, 1960], H. Buckle, l'essai de microdureté et ses applications, Pub. Scientifiques et Techniques du ministère de l'air, NT90, Paris, 1960.

- [Bückle, 1973], H. Bückle, in: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), *The Science of Hardness Testing and its Research Applications*, ASME, Metals Park, OH, 1973, pp. 153-491.
- [Buttard, 1998], D. Buttard, D. Bellet, G. Dolino, et T. Baumbach, « Thin layers and multilayers of porous silicon: X-ray diffraction investigation », *Journal of Applied Physics*, vol. 83, no 11, p. 5814-5822, juin 1998.
- [Campbell et Fauchet, 1986], I. H. Campbell et P. M. Fauchet, « The effects of microcrystal size and shape on the one phonon Raman spectra of crystalline semiconductors », *Solid State Communications*, vol. 58, no 10, p. 739-741, juin 1986.
- [Campbell, 1998], C. K. Campbell, « Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications », Academic Press, 113 -122, (1998).
- [Campbell, 2012], Colin Campbell. *Surface acoustic wave devices and their signal processing applications*. Elsevier, 2012.
- [Canham, 1990], L. T. Canham, « Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 57, no 10, p. 1046-1048, sept. 1990.
- [Cao, 2006], Y. Cao, S. Allameh, D. Nankivil, S. Sethiaraj, T. Otiti, et W. Soboyejo, « Nanoindentation measurements of the mechanical properties of polycrystalline Au and Ag thin films on silicon substrates: Effects of grain size and film thickness », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 427, no 1-2, p. 232-240, juill. 2006.
- [Capelle, 2011], M. Capelle, J. Billoue, P. Poveda, et G. Gautier, « N-Type Porous Silicon Substrates for Integrated RF Inductors », *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 58, no 11, p. 4111-4114, nov. 2011.
- [Cheng, 2008], L. Cheng et al., « Intravitreal properties of porous silicon photonic crystals: a potential self-reporting intraocular drug-delivery vehicle », *British Journal of Ophthalmology*, vol. 92, no 5, p. 705-711, mai 2008.
- [Chilla, 2001], E. Chilla, A.V. Osetrov, and R. Koch, *Phys. Rev. B* 63, 113308 (2001).
- [Compoint, 2015], COMPOINT F., FALL D., PIOMBINI H., BELLEVILLE P., MONTUILLLOUT Y., DUQUENNOY M., OUAFTOUH M., JENOT F., PIWAKOWSKI B., SANCHEZ C. Sol-gel-processed hybrid silica-PDMS layers for the optics of high-power laser flux systems, *J. Mater. Sci.* 51, 11 (2016) 5031-5045.
- [Compoint, 2015], François Compoint. *Developpement de revêtements optiques hybrides organiques-inorganiques pour limiter l'endommagement laser*. université françois – rabelais de tours, 2015.
- [Crean et Waintal, 1986], G. M. Crean et A. Waintal, « Average Rayleigh-wave velocity of a computer-simulated crystallographic plane », *J Appl Crystallogr*, vol. 19, n° 3, p. 181-187, juin 1986.

- [Cullis, 1997], A. G. Cullis. Structure and crystallinity of porous silicon, Properties of porous silicon. INSPEC, the IEE, London, 1997, 99 - 105 p.
- [Dammak, 2017], Y. Dammak, Caractérisation numérique et expérimentale par ultrasons de matériaux à gradient fonctionnel, 2017.
- [Deboucq, 2011], DEBOUCQ J., DUQUENNOY M., OUAFTOUH M., JENOT F., CARLIER J., OURAK M. Development of interdigital transducer sensors for non-destructive characterization of thin films using high frequency Rayleigh waves , Rev. Sci. Instrum., 82, 6 (2011) 064905-1-7.
- [Deboucq, 2012], J. Deboucq, « Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contrainte par ondes de surface haute fréquence générées par capteur MEMS de type IDTSAW », thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, (2012).
- [Degtyar, 1995], A. D. Degtyar et S. I. Rokhlin, « Absolute stress determination in orthotropic materials from angular dependences of ultrasonic velocities », *Journal of Applied Physics*, vol. 78, n° 3, p. 1547-1556, août 1995.
- [Demnati, 2011], I. Demnati, « Développement et caractérisation de revêtements bioactifs d'apatite obtenus par projection plasma à basse énergie: application aux implants biomédicaux », 2011.
- [Duquennoy, 1995], M. Duquennoy, M. Ourak, W.J. Xu, B. Nongaillard, M. Ouaftouh, « Observation of $V(z)$ curves with multiple echoes », *NDT & E International*, 1995, Pages 147-153.
- [Duquennoy, 2012], DUQUENNOY M., OUAFTOUH M., DEBOUCQ J., LEFEBVRE J.E., JENOT F., OURAK M. Influence of a superficial field of residual stress on the propagation of surface waves - Applied to the estimation of the depth of the superficial stressed zone , *Appl. Phys. Lett.*, 101, 23 (2012) 234104-1-3.
- [Duquennoy, 2013], DUQUENNOY M., OUAFTOUH M., DEBOUCQ J., LEFEBVRE J.E., JENOT F., OURAK M.. Characterization of micrometric and superficial residual stresses using high frequency surface acoustic waves generated by interdigital transducers *J. Acoust. Soc. Am.*, 134, 6 (2013) 4360-4371.
- [Duquennoy, 2014], M. Duquennoy, M. Ouaftouh, J. Deboucq, J. E. Lefebvre, F. Jenot, et M. Ourak, « Characterization of Micrometric and Localised Residual Stresses on Amorphous Materials Using Dispersion of Surface Acoustic Waves », *AMR*, vol. 996, p. 392-397, août 2014.
- [Ehbrecht, 1997], M. Ehbrecht, B. Kohn, F. Huisken, M. A. Laguna, et V. Paillard, « Photoluminescence and resonant Raman spectra of silicon films produced by size-selected cluster beam deposition », *Phys. Rev. B*, vol. 56, no 11, p. 6958-6964, sept. 1997.

- [Espinosa et Prorok, 2003], H. D. Espinosa et B. C. Prorok, « Size effects on the mechanical behavior of gold thin films », *Journal of Materials Science*, vol. 38, no 20, p. 4125-4128, oct. 2003.
- [Esqué-de los Ojos, 2016], D. Esqué-de los Ojos, E. Pellicer, and J. Sort, “The Influence of Pore Size on the Indentation Behavior of Metallic Nanoporous Materials: A Molecular Dynamics Study,” *Materials*, vol. 9, no. 5, p. 355, May 2016.
- [Everett, 2013], M. E. Everett, *Near-Surface Applied Geophysics*. Cambridge: Cambridge University Press, 2013.
- [Faëse, 2013], Frédéric Faëse. *Génération d’ondes acoustiques de surface par différentes sources lasers : applications à la caractérisation sans contact de défauts*. Autre. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013.
- [Fakiri, 2018], S. Fakiri, A. Montagne, K. Rahmoun, A. Iost, and K. Ziouche, “Mechanical properties of porous silicon and oxidized porous silicon by nanoindentation technique,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 711, pp. 470–475, Jan. 2018.
- [Fall, 2016] D. Fall et al., « Surface acoustic wave characterization of optical sol-gel thin layers », *Ultrasonics*, vol. 68, p. 102-107, mai 2016.
- [Fall, 2016], D. FALL, « Développement d’une technique à double Chirp spatio-temporel basée sur des capteurs SAW-IDT. Application à la caractérisation de couches minces et de revêtements fonctionnels », thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013.
- [Fall, 2017], D. Fall, M. Duquennoy, M. Ouafthouh, N. Smagin, B. Piwakowski, et F. Jenot, « Generation of broadband surface acoustic waves using a dual temporal-spatial chirp method », *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 142, n° 1, p. EL108-EL112, juill. 2017.
- [Fall, 2018], FALL D., DUQUENNOY M., OUAFTOUH M., SMAGIN N., PIWAKOWSKI B., JENOT F., «Optimization of interdigital transducers for the generation of surface acoustic waves over a large bandwidth (20-125 MHz) » *Sens. Actuator A-Phys.* 273 (2018) 303-310 (available online march 3, 2018 ; published April 15, 2018).
- [Farnell et Adler, 1972], FARNELL, G. W. & ADLER, E. L. 1972. Types and properties of surface waves. In: MASON, W. P. & THURSTON, R. N. (eds.) *Physical Acoustics*. New York: Academic Press.
- [Farnell, 1978], G. W. Farnell, “Types and properties of surface waves”, in *Acoustic surface waves* (A. A. Oliner Ed.), Springer-Verlag, New York, 1978, pp. 13-59.
- [Fauchet, 1991], P. M. Fauchet, « The Raman Line Shape of Semiconductor Nanocrystals », in *Light Scattering in Semiconductor Structures and Superlattices*, D. J. Lockwood et J. F. Young, Éd. Boston, MA: Springer US, 1991, p. 229-245.

- [Faurie, 2006], Faurie D, Castelnaud O, Renault P O, Patriarche G, Brenner R, Le Bourhis E and Goudeau P, « Elastic properties of polycrystalline gold thin films: Simulation and X-ray diffraction experiments », *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no 7, p. 4300-4304, déc. 2006.
- [Ferrieu, 1992], F. Ferrieu, A. Halimaoui, et D. Bensahel, « Optical characterisation of porous silicon layers by spectrometric ellipsometry in the 1.5–5 eV range », *Solid State Communications*, vol. 84, no 3, p. 293-296, oct. 1992.
- [Fourez, 2013], S. Fourez, « Caractérisation des couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers », thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2013.
- [Fried, 1996], M. Fried et al., « Characterization of different porous silicon structures by spectroscopic ellipsometry », *Thin Solid Films*, vol. 276, no 1-2, p. 223-227, avr. 1996.
- [Gedge et Hill, 2012], M. Gedge et M. Hill, « Acoustofluidics 17: Theory and applications of surface acoustic wave devices for particle manipulation », *Lab Chip*, vol. 12, no 17, p. 2998, 2012.
- [Ghosh, 2012], Dhriti Sundar Ghosh, “Ultrathin Metal Transparent Electrodes for the Optoelectronics Industry” Universitat Politecnica de Catalunya Barcelona, April 2012.
- [Glenzer, 1995], S. H. Glenzer, B. J. MacGowan, P. Michel, N. B. Meezan, L. J. Suter, S. N. Dixit, J. L. Kline, G. A. Kyrala and D. K. Bradley, *Symmetric Inertial Confinement Fusion Implosions at Ultra-High Laser Energies*, American Institute of Physics, 2,3933 (1995).
- [Guillemot, 2010], François Guillemot. Couches poreuses de silice structurées par des latex : structure, propriétés mécaniques et applications optiques. Matériaux. Ecole Polytechnique, 2010.
- [Guiot, 2001], E. Guiot, S. Benayoun, G. Nouet, M. Djouadi, P. Masri, et M. Lambertin, « Formation and growth of c-BN films in various conditions: improvement of the adherence », *Diamond and Related Materials*, vol. 10, no 3-7, p. 1357-1362, mars 2001.
- [Halimaoui, 1995], A. Halimaoui, « Porous silicon: material processing, properties and applications », in *Porous Silicon Science and Technology: Winter School Les Houches*, 8 to 12 February 1994, J.-C. Vial et J. Derrien, Éd. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1995, p. 33-52.
- [Hartmann, 1982], C.S. Hartmann, P.V. Wright, R.J. Kansy and E.M. Garber, « An analysis of SAW interdigital transducers with internal reflections and the application to the design of single-phase unidirectional transducer », *Proc. IEEE Ultrasonics Symp.*, pp.40-45, (1982).
- [Herino, 1987], Herino, R.; Bomchil, G.; Barla, K.; Bertrand, C.; Ginoux, J. L. Porosity and Pore Size Distributions of Porous Silicon Layers. *J. Electrochem. Soc.* 1987, 134 (8), 1994– 2000.

- [Hess, 2009], Hess P (2009) Determination of linear and nonlinear mechanical properties of diamond by laser based surface acoustic waves. *Diamond Relat Mater* 18:186–190.
- [Hopcroft, 2010], M. A. Hopcroft, W. D. Nix, et T. W. Kenny, « What is the Young's Modulus of Silicon? », *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 19, n° 2, p. 229-238, avr. 2010.
- [<http://www.transport-interreg.eu/LE-PROJET/>]
- [Hurley, 1999], D.C. Hurley, « Nonlinear propagation of narrow-band Rayleigh waves excited by a comb transducer », *J. Acoust. Soc. Am.*, Vol 106, p1782–1788, (1999).
- [Hurley, 2001], D. C. Hurley, V. K. Tewary, et A. J. Richards, « Thin-film elastic-property measurements with laser-ultrasonic SAW spectrometry », *Thin Solid Films*, vol. 398-399, p. 326-330, nov.2001.
- [ImageJ, 2013], ImageJ website: <http://imagej.nih.gov/ij/>, (2013).
- [Ingebrigtsen, 1969], K.A. Ingebrigtsen, « Surface waves in piezoelectrics », *J. Appl. Phys.*, Vol. 40, p2681-2686, (1969).
- [Islam et Kumar, 2001], Md. N. Islam et S. Kumar, « Influence of crystallite size distribution on the micro-Raman analysis of porous Si », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, no 6, p. 715-717, févr. 2001.
- [Kadi, 2020], T. Kadi, M. Duquennoy, K. Ziouche, M. Ouaftouh, et N. Smagin, « Dispersion of IDT-induced high-frequency surface acoustic waves – Application to the mechanical and dimensional characterization of mesoporous silicon », in 2020 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Las Vegas, NV, USA, sept. 2020, p. 1-4.
- [Kadi, 2020], T. Kadi, M. Duquennoy, M. Ouaftouh, N. Smaginet F. Jenot, « Development of High Frequency Interdigital Transducers for NDT of Thin Films », in e-Forum Acusticum 2020, Lyon, Dec.2020, p. 2653-2659.
- [Kadi, 2021] T. Kadi, M. Duquennoy, D. Fall, N. Smagin, B. Piwakowski, M. Ouaftouh et F. Jenot, « Dimensional and mechanical characterization of metallic thin films based on the measurement of surface acoustic waves dispersion with Slant Stack transform », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 31, no 10, p. 105009, oct. 2020.
- [Kalkman, 2001], A. J. Kalkman, A. H. Verbruggen, et G. C. A. M. Janssen, « Young's modulus measurements and grain boundary sliding in free-standing thin metal films », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, no 18, p. 2673-2675, avr. 2001.
- [Kelly, 2003], K. L. Kelly, E. Coronado, L. L. Zhao, and G. C. Schatz, “The optical properties of metal nanoparticles: the influence of size, shape, and dielectric environment,” *J. Phys. Chem. B* 107(3), 668–677 (2003).
- [Kundu, 2004], T. Kundu, *Ultrasonic nondestructive evaluation: engineering and biological material characterization*. Boca Raton, Fla: CRC Press, 2004.

- [Kushibiki 1981] Kushibiki, J.I., Ohkubo, A. and Chubadri, N. 'Linearly focused acoustic beams for acoustic microscopy' *Electron Lett* 17 (1981) pp 520-522 13.
- [Kushibiki 1985] Kushibiki, J.I. 'Material characterization by line-focus-beam acoustic microscope' *IEEE Trans Sonics Ultrason* SU-32 (1985) pp 189-212.
- [Lampert, 1984], C. M. Lampert, « Electrochromic materials and devices for energy efficient windows », *Solar Energy Materials*, vol. 11, n° 1-2, p. 1-27, oct. 1984.
- [Landau et Levich, 1942], L. D. Landau, B. G. Levich, "Dragging of a Liquid by a Moving Plate", *Acta Physicochim. URSS* 17, 41 (1942).
- [Lee et El-Sayed, 2006], K.-S. Lee et M. A. El-Sayed, « Gold and Silver Nanoparticles in Sensing and Imaging: Sensitivity of Plasmon Response to Size, Shape, and Metal Composition », *J. Phys. Chem. B*, vol. 110, no 39, p. 19220-19225, oct. 2006.
- [Lehmann, 1993], V. Lehmann, « The Physics of Macropore Formation in Low Doped n-Type Silicon », *J. Electrochem. Soc.*, vol. 140, no 10, p. 2836-2843, oct. 1993.
- [Li et Bhushan, 2002], X. Li et B. Bhushan, « A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications », *Materials Characterization*, vol. 48, no 1, p. 11-36, févr. 2002.
- [Li et Shen, 2011], X. Li et J. Shen, « The stability of sol–gel silica coatings in vacuum with organic contaminants », *J Sol-Gel Sci Technol*, vol. 59, n° 3, p. 539-545, sept. 2011.
- [Li, 2012], X. Li, M. Gross, B. Oreb, et J. Shen, « Increased Laser-Damage Resistance of Sol–Gel Silica Coating by Structure Modification », *J. Phys. Chem. C*, vol. 116, n° 34, p. 18367-18371, août 2012.
- [Libby, 1971], H. L. Libby, *Introduction to electromagnetic nondestructive test methods*. New York: Wiley-Interscience, 1971.
- [Lindl, 1995] J. Lindl, « Development of the indirect-drive approach to inertial confinement fusion and the target physics basis for ignition and gain », *Physics of Plasmas*, vol. 2, n° 11, p. 3933-4024, nov. 1995.
- [Link, 1999], S. Link, C. Burda, Z. L. Wang, and M. A. El-Sayed, "Electron dynamics in gold and gold–silver alloy nanoparticles: The influence of a nonequilibrium electron distribution and the size dependence of the electron–phonon relaxation," *J. Chem. Phys.* 111(3), 1255–1264 (1999).
- [Lu, 2011], P. Lu, X. Xiao, M. Lukitsch, A. Sachdev, et Y. K. Chou, « Interface characterizations of diamond-coated tools by scratch testing and simulations », *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, n° 7, p. 1860-1866, déc. 2011.
- [Lysenko, 2005], V. Lysenko et al., « Study of Porous Silicon Nanostructures as Hydrogen Reservoirs », *J. Phys. Chem. B*, vol. 109, no 42, p. 19711-19718, oct. 2005.

- [Maier, 2007], S. A. Maier, *Plasmonics: Fundamentals and Applications*. New York, NY: Springer US, 2007.
- [Mawhinney, 1997], D. B. Mawhinney, J. A. Glass, et J. T. Yates, « FTIR Study of the Oxidation of Porous Silicon », *J. Phys. Chem. B*, vol. 101, no 7, p. 1202-1206, févr. 1997.
- [Méry, 2007], E. Méry, C. Malhaire, B. Remaki, et D. Barbier, « Electrical study of microfluidic channels isolated with chemically modified porous silicon », *phys. stat. sol. (c)*, vol. 4, no 6, p. 2098-2102, mai 2007.
- [Meyerhofer, 1978], D. Meyerhofer, « Characteristics of resist films produced by spinning », *Journal of Applied Physics*, vol. 49, n° 7, p. 3993-3997, juill. 1978.
- [Miquel et Volant, 2016], J.-L. Miquel, E. Volant, "Overview of the Laser Megajoule First Experiments", *Proc. IAEA IFE1/1* (2016).
- [Morgan, 1985], D. P. Morgan, "Surface-wave devices for signal processing," Elsevier, Amsterdam, 1985.
- [Muller, 1957], E.A.W. Müller, *Précis de magnétoscopie*, Dunod Paris (1957).
- [Namdeo, 2013], A. K. Namdeo et H. B. Nemade, « Simulation on Effects of Electrical Loading due to Interdigital Transducers in Surface Acoustic Wave Resonator », *Procedia Engineering*, vol. 64, p. 322-330, 2013.
- [Neubrand et Hess, 1992], A. Neubrand et P. Hess, « Laser generation and detection of surface acoustic waves: Elastic properties of surface layers », *Journal of Applied Physics*, vol. 71, no 1, p. 227-238, janv. 1992.
- [Neugebauer, 1960], C. A. Neugebauer, « Tensile Properties of Thin, Evaporated Gold Films », *Journal of Applied Physics*, vol. 31, no 6, p. 1096-1101, juin 1960.
- [Nishino, 1994], H. Nishino, Y. Tsukahara, Y. Nagata, T. Koda, et K. Yamanaka, « Surface Acoustic Waves Generation by Phase Velocity Scanning of Laser Interference Fringes and Its Application to Nondestructive Materials Evaluation », in *Nondestructive Characterization of Materials VI*, R. E. Green, K. J. Kozaczek, et C. O. Ruud, Éd. Boston, MA: Springer US, 1994, p. 307-315.
- [Njeh, 2002], A. Njeh, T. Wieder, D. Schneider, H. Fuess, and M. H. Ben Ghazlen, *Z. Naturforsch.* 57a, 58 (2002).
- [Ozdemir et Gole, 2007], S. Ozdemir et J. Gole, « The potential of porous silicon gas sensors », *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 11, no 5-6, p. 92-100, oct. 2007.
- [Paillard, 1999], D. V. Paillard, P. Puech, M. A. Laguna, R. Carles, B. Kohn, F. Huisken. Improved one-phonon confinement model for an accurate size determination of silicon nanocrystals. *Journal of Applied Physics*, 86(4):1921–1924, 1999.
- [Parisini, 2000], A. Parisini et al., « TEM characterisation of porous silicon », *Micron*, vol. 31, no 3, p. 223-230, juin 2000.

- [Pastureaud, 2002], Th. Pastureaud, « Etude de nouvelles structures pour la conception et la fabrication de filtres à ondes acoustiques guidées Haute Fréquence », thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, (2002).
- [Pharr et Olivier, 1990], G. M. Pharr, W. C. Oliver, et D. R. Clarke, « The mechanical behavior of silicon during small-scale indentation », JEM, vol. 19, no 9, p. 881-887, sept. 1990.
- [Piwakowski, 2004], B. Piwakowski, M. Goueygou, A. Fnine, F. Buyle-Bodin, « P- τ Transformation as the efficient tool for determination of the velocity dispersion characteristics in complex structures », 16th World Conference on Nondestructive Testing WCNDT 2004, Montreal Canada 2004, 8 pages, CD ROM 16th WCNDT2004 proceedings, (2004).
- [Piwakowski, 2012], O. Abraham, B. Piwakowski, G. Villain, O. Durand “Non-contact, automated surface wave measurements for the mechanical characterization of concrete” in Construction and Building Materials , Volume 37, 904-915, (2012).
- [Poilane, 1998], 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.
- [Raether, 1988], H. Raether, Surface plasmons on smooth and rough surfaces and on gratings. Berlin: Springer, 1988.
- [Rahmoun , 2014], K. Rahmoun et al., “Vickers microhardness of oxidized and nonoxidized porous silicon,” in 2014 North African Workshop on Dielectric Materials for Photovoltaic Systems (NAWDMPV), Tlemcen, Algeria, Oct. 2014, pp. 1–6.
- [Rayleigh, 1885], L. Rayleigh. On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic.London: Proc. London Math. Soc, 1885.
- [Riikonen, 2012], J. Riikonen et al., « Surface Chemistry, Reactivity, and Pore Structure of Porous Silicon Oxidized by Various Methods », Langmuir, vol. 28, no 28, p. 10573-10583, juill. 2012.
- [Rose, 1999], J. L. ROSE, « Ultrasonic Waves in solid Media », Cambridge University Press, ISBN-10 : 0521640431, ISBN-13 : 978-0521640435, 1999.
- [Royer et Dieulesaint, 1984], D. Royer et E. Dieulesaint, « Rayleigh wave velocity and displacement in orthorhombic, tetragonal, hexagonal, and cubic crystals », The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 76, no 5, p. 1438-1444, nov. 1984.
- [Royer et Dieulesaint, 1996], D. Royer et E. Dieulesaint, Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée-ondes élastiques dans les solides. Masson: Paris, 1996.
- [Royer, 1996] Royer D., Dieulesaint E. Ondes élastiques dans les solides Tome 1, Propagation libre et guidée, Ed. Masson, (1996)

- [Royer, 1999], D. Royer, E. Dieulesaint, Ondes élastiques dans les solides. Tome 1 : Propagation libre et guidée, Dunod, ISBN-10 : 2225834415, ISBN-13 : 978-2225834417, 1999.
- [Ruello et al, 2017], P. Ruello *et al.*, « Link between mechanical strength and laser damage threshold for antireflective coating made by sol-gel », in *Laser-Induced Damage in Optical Materials 2017*, Boulder, United States, nov. 2017, p. 43.
- [Sailor, 2011], M. J. Sailor, Porous Silicon in Practice: Preparation, Characterization and Applications. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [SCHIØTZ et JACOBSEN, 2003], J. SCHIØTZ, K.W. JACOBSEN, A maximum in the strength of nanocrystalline copper, *Science*, 301, 5638, pp. 1357–1359, 2003.
- [Schwarzer et Pharr, 2004], N. Schwarzer et G. M. Pharr, « On the evaluation of stresses during nanoindentation with sharp indenters », *Thin Solid Films*, vol. 469-470, p. 194-200, déc. 2004.
- [Scriven, 1988], L. E. Scriven, « Physics and Applications of DIP Coating and Spin Coating », *MRS Proc.*, vol. 121, p. 717, 1988.
- [Shao et al, 2006], J. Shao et al., « Modulated photoluminescence spectroscopy with a step-scan Fourier transform infrared spectrometer », *Review of Scientific Instruments*, vol. 77, no 6, p. 063104, juin 2006.
- [Shull, 2002], P. J. Shull, Éd., *Nondestructive evaluation: theory, techniques, and applications*. New York: M. Dekker, 2002.
- [Smith et Collins, 1992], R. L. Smith et S. D. Collins, « Porous silicon formation mechanisms », *Journal of Applied Physics*, vol. 71, no 8, p. R1-R22, avr. 1992.
- [Stöber et al, 1968], W. Stöber, A. Fink, et E. Bohn, « Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 26, n° 1, p. 62-69, janv. 1968.
- [Takali, 2009], F. TAKALI, Y. WALI et M. H. BEN GHOZLEN, « Repérage des Ondes de Plaque dans une Structure Piézoélectrique », 5th International Conference: SETIT, 2009.
- [Tancrell, 1969], R.H. Tancrell, M.B. Schulz, H.H. Barrett, L. Davies and M.G. Holland, « Dispersive delay lines using ultrasonic surface waves », *Proc. IEEE*, Vol. 57, 1211-1213, (1969).
- [Tauc, 1987], J. Tauc, H.J. Maris et C. Thomsen. Optical generator and detector of stress pulses , 1987. Brevet US 4,710,030.
- [Thomsen, 1984], C. Thomsen, J. Strait, Z. Vardeny, H. J. Maris, J. Tauc, et J. J. Hauser, « Coherent Phonon Generation and Detection by Picosecond Light Pulses », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 53, no 10, p. 989-992, sept. 1984.

- [Thomsen, 1986], C. Thomsen, H. T. Grahn, H. J. Maris, et J. Tauc, « Surface generation and detection of phonons by picosecond light pulses », *Phys. Rev. B*, vol. 34, no 6, p. 4129-4138, sept. 1986.
- [Tiersten, 1969], H. F. Tiersten, « Elastic Surface Waves Guided by Thin Films », *Journal of Applied Physics*, vol. 40, no 2, p. 770-789, févr. 1969.
- [Tolmachev, 2000], V. A. Tolmachev, « An adsorption ellipsometric method for studying porous films and coatings », *Russ Microelectron*, vol. 29, no 5, p. 331-344, sept. 2000.
- [Varguez, 2008], P. Varguez, F. Avil s, and A. I. Oliva, “Mechanical properties of gold nonmetric film onto a polymeric substrate”, *Surface and Coatings Technology* **202**, 1556-1563 (2008).
- [Viktorov, 1967], I. A. VIKTOROV, « Rayleigh and Lamb Waves, Physical Theory and Applications», Plenum press, New York, 1967.
- [Vlassak et Nix, 1994], J. J. Vlassak et W. D. Nix, « Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 42, no 8, p. 1223-1245, août 1994.
- [Vollmann, 2002], J. Vollmann, D. M. Profunser, et J. Dual, « Sensitivity improvement of a pump–probe set-up for thin film and microstructure metrology », *Ultrasonics*, vol. 40, no 1-8, p. 757-763, mai 2002.
- [Wang, 2010], Guojun Wang. Piezoelectric energy harvesting utilizing human locomotion. PhD thesis, University of Minnesota, 2010.
- [Warner, 1968], A. W. Warner, M. Onoe, et G. A. Coquin, « Determination of Elastic and Piezoelectric Constants for Crystals in Class (3 m) », *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 42, no 6, p. 1223-1231, déc. 1967.
- [Wasa et al, 2011], K. Wasa, M. Kitabatake, et H. Adachi, *Thin films material technology: sputtering of compound materials*. Berlin; London: Springer, 2011.
- [Whitehouse, 2003], D. J. Whitehouse, “Handbook of Surface and Nanometrology”, IOP Publishing, 2003, pp. 255-422.
- [Williams et Carter, 1996], Williams, D.B. and Carter, C.B. (1996) *Transmission Electron Microscopy – A Textbook for Materials Science*. Plenum Press, New York and London, 729 pp.
- [Wortman, 1965], J. J. Wortman et R. A. Evans, « Young’s Modulus, Shear Modulus, and Poisson’s Ratio in Silicon and Germanium », *Journal of Applied Physics*, vol. 36, n° 1, p. 153-156, janv. 1965.
- [Wu et al, 1997], X. L. Wu et al., « Raman scattering of C60 molecules embedded in porous silicon », *Physics Letters A*, vol. 225, no 1-3, p. 170-174, janv. 1997.
- [www-lmj.cea.fr] [http ://www-lmj.cea.fr/](http://www-lmj.cea.fr/)

- [Xiang et al, 2006], Y. Xiang, X. Chen, T. Y. Tsui, J.-I. Jang, and J. J. Vlassak, “Mechanical properties of porous and fully dense low- κ dielectric thin films measured by means of nanoindentation and the plane-strain bulge test technique,” *Journal of Materials Research*, vol. 21, no. 2, pp. 386–395, Feb. 2006.
- [Xu et Rowcliffe, 2002], Z.-H. Xu et D. Rowcliffe, « Deriving mechanical properties of soft coatings using nanoindentation: an application of mechanism-based strain gradient plasticity », *Surface and Coatings Technology*, vol. 157, no 2-3, p. 231-237, août 2002.
- [Yalal-aithammouda, 2007], M. Yala-aithammouda, Etude et réalisation de microcapteur de flux thermique en technologie silicium, thèse de doctorat de l’université de Lille 1, (2007).
- [Yilmaz, 1987], Yilmaz O, « Seismic Signal Processing », *Society of Exploration Geophysicists*, (1987).
- [Yoldas, 1980], B. E. Yoldas, « Investigations of porous oxides as an antireflective coating for glass surfaces », *Appl. Opt.*, vol. 19, n° 9, p. 1425, mai 1980.
- [Ziouche et al, 2010], K. Ziouche, P. Godts, Z. Bougrioua, C. Sion, T. Lasri, et D. Leclercq, « Quasi-monolithic heat flux microsensor based on porous silicon boxes », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 164, n° 1-2, p. 35-40, nov. 2010.
- www.neyco.fr

Contribution au développement d'une méthode à ondes acoustiques de surface hautes fréquences dédiée à la caractérisation ultrasonore des structures à couches minces et au silicium mésoporeux

Ce travail rentre dans le cadre de la caractérisation des couches minces, de revêtements et de surfaces fonctionnelles (épaisseur, constantes élastiques, porosité...). Parmi les méthodes de caractérisation potentielles, les méthodes ultrasonores employant des ondes de surface (SAW) sont particulièrement intéressantes. En effet, les SAW de type Rayleigh se propagent à la surface d'un matériau et l'énergie véhiculée par ces ondes est confinée sous la surface sur une profondeur de l'ordre d'une longueur d'onde. Dans le cas de structures de type couche sur substrat, les SAW deviennent dispersives. En exploitant cette dispersion sur une large bande de fréquences, des variations importantes de vitesses peuvent être obtenues et il devient alors possible en les exploitant, par inversion, de caractériser ces structures avec des précisions intéressantes sur les caractéristiques mécaniques et dimensionnelle des couches. D'autre part, les couches peuvent être fragiles, transparentes et avec une morphologie complexe, c'est pourquoi, des transducteurs interdigités (IDT) sont envisagés. Ils présentent deux avantages : ils peuvent être déportés et ils peuvent être larges bandes. Pour optimiser ce type de transducteurs, et en particulier leur bande passante, il est nécessaire d'étudier différentes configurations sachant qu'il est notamment possible de faire varier le nombre d'électrodes, les dimensions des électrodes, leurs formes et leurs espacements. Enfin, pour exciter ces ondes de surface dans une large gamme de fréquence avec des niveaux de déplacement suffisants pour la caractérisation des couches minces et revêtements, la technique à double Chirp spatio-temporel basée sur des transducteurs SAW-IDT est privilégiée. Dans ce travail de thèse, les potentialités de cette approche ont été montrées en caractérisant premièrement des structures à couches minces métalliques d'épaisseurs de 50 nm et plus, ensuite des couches ultraminces continues et discontinues (îlots) d'épaisseurs 5 à 20 nm, ainsi que les revêtements transparents de type sol-gel. La possibilité de caractériser des couches de silicium méso-poreux a été aussi démontrée.

Mots-clés : Caractérisation Ultrasonore – Dispersion des Ondes de Surface – Contrôle Non Destructif – Transducteur Interdigité – Couche mince – Epaisseur – Module d'Young – Porosité – Silicium méso-poreux – Couche Sol-gel – îlots d'or

Contribution to the development of a high frequency surface acoustic wave method dedicated to the ultrasonic characterization of thin film structures and mesoporous silicon

This work is within the scope of characterization of thin layers, coatings and functional surfaces (thickness, elastic constants, porosity,...). Among the characterization methods, the ultrasonic methods using surface acoustic waves are particularly interesting. Indeed, the propagation of these waves is close to the surface of material and the energy is concentrated within a layer under the surface of about one wavelength thick. In the case of layer-on-substrate structures, SAWs become dispersive. By exploiting this dispersion over a wide frequency band, significant variations in SAW propagation velocity can be obtained and it becomes possible to characterize these structures with interesting precision on the mechanical and dimensional characteristics of the layers. On the other hand, the layers can be fragile, transparent and with a complex morphology. This explains why the choice of using IDT transducers for the generation of SAWs was considered. They have two advantages. Firstly, they are wide band and secondly they are used in the same way as conventional ultrasonic contact transducers. For the optimization of these SAW-IDT, particularly their band-width, it is necessary to study various IDT configurations by varying the number of electrodes, dimensions of the electrodes, their shapes and finger spacings. Finally, to generate SAW over a wide frequency range with sufficient displacement amplitude in order to characterize thin films and coatings, a time-space double chirp technique based on SAW-IDT transducers was preferred. We have shown the potentialities of this approach by first characterizing metallic thin film structures with thicknesses of 50 nm and more, then continuous and discontinuous ultra-thin films (islands) with thicknesses of 5 to 20 nm as well as transparent sol-gel coatings. The possibility of characterizing mesoporous silicon layers has also been demonstrated.

Keywords : Ultrasonic Characterization – Dispersion of Surface Acoustic Waves – Non Destructive Testing – Interdigital Transducer – Thin Layer – Thickness – Young Modulus – Porosity – Mesoporous Silicon – Sol-gel Layer – Islands of gold