CFA/VISHNO 2016

Détermination expérimentale des courbes de dispersion des Ondes Acoustiques de Surface (SAW) se propageant dans des multicouches métalliques déposées sur substrat de silicium

Y. Dammak^a, D. Mounier^b, N. Yaakoubi^a, J.-H. Thomas^c et M.-H. Ben Ghozlen^d ^aLAUM, Avenue Olivier Messiaen, 72085 Le Mans, France ^bIMMM - UMR CNRS 6283 - Université du Maine, Avenue Olivier Messiaen, 720085 Le Mans, France ^cLAUM / ENSIM, Rue Aristote, 72085 Le Mans, France ^dLaboratoire de Physique des Matériaux, Faculté des Sciences de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie

yosra.dammek.etu@univ-lemans.fr



575

L'étude présentée consiste à déterminer les courbes de dispersion des modes de Rayleigh se propageant dans des multicouches Ni/Cu et Ni/CST/Cu déposées sur silicium pour deux orientations cristallographiques (100) et (111). Les modes de Rayleigh sont excités par un laser impulsionnel subnanoseconde et détectés par une sonde laser interférométrique. Les courbes de dispersion mesurées sont comparées aux courbes calculées à partir du formalisme de Stroh. Une technique d'estimation de l'épaisseur des multicouches est également proposée.

1 Introduction

Le développement des micro et nano-technologies et l'amélioration des méthodes d'élaboration des couches minces (Physical Vapor Deposition PVD, Chemical Vapor Deposition CVD) a permis d'ouvrir la voie à la construction de nouveaux matériaux permettant d'améliorer la performance des composants et des dispositifs électroniques réalisés en couches minces.

Cette ingénierie conduit à la réalisation de structures multicouches ou à gradient continu qui doivent être optimisées pour répondre à une application.

Afin de connaitre les caractéristiques des films minces, qui diffèrent de celles des mêmes matériaux constituants à l'état massif, des méthodes de caractérisation (adaptées aux géométries et aux environnements souvent complexes où ils sont placés) sont utilisées dans le but de déterminer leurs épaisseurs et leurs paramètres élastiques.

La technique basée sur les ultrasons laser est une méthode non destructive qui est bien adaptée à ce genre d'études, le plus souvent en utilisant des ondes acoustiques guidées. Ces méthodes optiques apportent certains avantages comme l'absence de contact, une bonne résolution spatiale, une large bande passante et la possibilité d'inspecter des structures à hautes températures. Cependant, pour des épaisseurs de couche subnanométriques, leur utilisation nécessite de recourir à des ondes acoustiques à des fréquences de l'ordre du gigahertz.

Les études expérimentales et théoriques sur les ondes acoustiques présentent un grand intérêt dans les applications d'évaluation et de contrôle non-destructif (E-CND) [1, 2]. Les premières études de la propagation des ondes de Rayleigh à la surface d'un milieu semi-infini menées par Lord Rayleigh [3], ont montré que ces ondes ne présentent pas d'effet de dispersion puisque leur vitesse de propagation est indépendante de la fréquence [1, 4]. Cette vitesse ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau à la surface duquel l'onde se propage. Par contre la présence d'un film sur la surface d'un substrat semi-infini perturbe l'onde de Rayleigh qui devient dispersive. La connaissance des courbes de dispersion permet par résolution d'un problème inverse de remonter aux caractéristiques du film. La dispersion des ondes de surface dans les structures de type couche sur substrat a initialement été analysée par Bromwihich [5] et a largement été étudiée depuis [6, 7]. L'étude de la propagation des ondes de surface dans les structures multicouches est abordée souvent de manière théorique en utilisant la méthode classique de la matrice de transfert proposée par Thomson et Haskell [8, 9]. Cependant cette méthode intuitive présente des instabilités numériques lorsque l'épaisseur de la couche, le nombre des couches et les fréquences deviennent élevés. Ces questions d'instabilité ont donné lieu à d'intense recherches pour proposer différentes méthodes de modélisation de la propagation des ondes de surfaces dans les multicouches. La méthode de la matrice de rigidité récursive SMM (Stiffness Matrix

Method) développée par Rokhlin et Wang [10] combine les avantages d'éviter les instabilités numériques tout en conservant une simplicité d'implantation et des coûts de calcul comparables à ceux de la méthode de la matrice de transfert.

Conjointement à une étude numérique, nous présentons une étude expérimentale pour déterminer les courbes de dispersion des modes de Rayleigh dans des multicouches sur un substrat. Les mesures sont réalisées sur une bicouche et une tricouche déposées sur le silicium pour les orientations cristallographiques (100) et (111). Nous montrons les courbes de dispersion calculées pour ces structures étudiées. Nous présentons le principe de la méthode utilisée pour mesurer les courbes de dispersion. Nous présentons les courbes de dispersion expérimentales obtenues en les comparant aux courbes calculées. Enfin nous proposons une méthode pour estimer l'épaisseur du dépôt sur le substrat.

2 Etude théorique

L'approche numérique porte essentiellement sur la méthode ODE (Ordinary differential Equations) basée sur le concept de vecteur d'état qui transforme le système ordinaire d'équations différentielles en une équation aux valeurs propres. Cependant l'analyse de la propagation des ondes de Rayleigh dans les multicouches est résolue en utilisant la méthode SMM.

Les équations relatives à la relation fondamentale de la dynamique et la loi de Hooke seront développées dans un système de coordonnées (x_1, x_2, x_3) avec (x_1, x_3) le plan sagittal. Le plan (x_1, x_2) représente la surface libre pour $x_3 = 0$, la direction de guidage se confond avec l'axe x_1 . L'axe x_3 pointe vers le substrat (Voir Figure 1).



FIGURE 1 – Système d'axes pour l'étude des multicouches sur un substrat de silicium.

La solution du système d'équations obtenu de la combinaison de l'équation du mouvement et de la loi de Hooke, se met sous la forme $\xi(x_3) \exp[i(k_1x_1 - \omega t)]$, où k_1 est la composante invariante du vecteur d'onde suivant x_1 . On définit le vecteur déplacement et le vecteur contrainte $U=[u_1, u_2, u_3]^T$ et $T_{i3}=[t_{13}, t_{23}, t_{23}]^T$ respectivement. En les regroupant ensemble, on forme le vecteur d'état $\xi=[U, T_{i3}]$ dont les six composantes vérifient l'équation du mouvement et s'écrivent sous la forme d'un système d'équations différentielles ordinaires en x_3 [11, 12] :

$$\frac{\partial \xi(x_3)}{\partial x_3} = iA\xi. \tag{1}$$

On désigne par A le tenseur fondamental acoustique de dimension (6×6) qui dépend des propriétés mécaniques du matériau, du nombre d'onde et de la fréquence.

La résolution du système d'équations différentielles issu de l'Eq. (1) revient en réalité à rechercher les valeurs propres et les vecteurs propres de la matrice A. Après, il s'agit de déterminer les contraintes et les déplacements relatifs à chaque couche (*m*) qui sont reliés au moyen de la matrice de raideur K_m :

$$\begin{pmatrix} T_{m-1} \\ T_m \end{pmatrix} = K_m \begin{pmatrix} U_{m-1} \\ U_m \end{pmatrix}.$$
 (2)

Pour simplifier le calcul, la matrice de raideur K_m (6× 6) est subdivisée en 4 blocs K_{11} , K_{12} , K_{21} et K_{22} . La matrice de raideur globale K^T décrivant toute la structure multicouche est calculée récursivement à partir de la matrice K_m de chaque couche en supposant que les ondes de surface vérifient les conditions de continuité de déplacement et de contrainte à chaque interface séparant deux couches successives. Par application de la méthode récursive depuis la surface libre ($x_3 = -h$) du film jusqu'à la surface inférieure ($x_3 = 0$), la matrice de raideur totale K^T reliant les contraintes et les déplacements du multicouche est obtenue :

$$\begin{pmatrix} T_{-h} \\ T_0 \end{pmatrix} = K^T \begin{pmatrix} U_{-h} \\ U_0 \end{pmatrix}.$$
 (3)

La matrice de rigidité totale est également subdivisée en 4 blocs : K_{11}^T , K_{12}^T , K_{21}^T et K_{22}^T , la contrainte et le déplacement à la surface libre peuvent être déduits à partir de T_s et U_s , les vecteurs généralisés de contrainte et déplacement dans le substrat respectivement. Étant donné l'absence d'onde partielle retour dans le substrat (milieu semi-infini), le dimensionnement de la base de calcul est ainsi réduit de moitié.

$$T_{-h} = (K_T^{12} - K_T^{11} (K_T^{21})^{-1} K_T^{22}) U_s + K_T^{11} (K_T^{21})^{-1} T_s,$$
(4)

$$U_{-h} = (K_T^{21})^{-1} (T_s - K_T^{22} U_s).$$
(5)

Les vitesses de phase des ondes de Rayleigh correspondent aux minima de T_{-h} .

Les vitesses de phase du premier mode de Rayleigh se propageant dans les multicouches Ni/Cu/Si, Ni/CST/Cu/Si sont présentées aux Figures 2, 3 et 4. Deux orientations du substrat sont étudiés : (100) et (111). Les propriétés mécaniques des différents matériaux utilisés dans l'étude théorique sont regroupées dans le Tableau 1.

En comparant les vitesses de phase pour les deux substrats (100) et (111) (voir Figure 2), on constate que la vitesse de phase est légèrement supérieure pour le plan

TABLEAU 1 – Propriétés mécaniques des matériaux constituant les multicouches [13, 14].

	Constantes Elastiques [GPa]			0
Matériaux	<i>C</i> ₁₁	<i>C</i> ₁₂	C ₄₄	$[Kg/m^3]$
Cu	168,3	121,1	75,7	8960
Ni	250,8	150	123,5	8902
CST	205	134,05	97,21	8740
Si	165,7	63,9	79,56	2330



FIGURE 2 – vitesse de phase de premier mode Rayleigh dans des multicouche Ni/Cu/Si.

(100) en basses fréquences. Pour les quatre configurations, on remarque que l'insertion de la couche de Constantan affecte fortement la vitesse de phase du premier mode de Rayleigh (voir Figures 3 et 4). Le film de CST constitue alors un élément perturbateur des courbes de dispersion. Les ondes de surface sont alors plus affectées par les propriétés mécaniques près de la surface libre, tandis que les ondes de surface en basses fréquences contiennent essentiellement des informations sur les propriétés mécaniques du substrat.

3 Détermination expérimentale des courbes de dispersion

3.1 Dispositif optique

Dans notre expérience, l'excitation produisant l'onde de Rayleigh est réalisée au moyen d'un laser impulsionnel de longueur d'onde 1064 nm (laser de pompe), délivrant à une cadence de 4 kHz, des impulsions de durée 0,6 ns avec une énergie de 10 μ J. Les déplacements normaux à la surface dus au passage de l'onde de Rayleigh sont par la suite détectés au moyen d'un interféromètre de type Michelson homodyne stabilisé. Le laser de pompe et le laser de sonde continu à 532 nm sont focalisés par une même lentille asphérique de distance focale f=8 mm. Le faisceau de pompe est focalisé sur la surface de l'échantillon pour donner un spot de forme



FIGURE 3 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh dans les échantillons Ni/Cu et Ni/CST/Cu sur silicium (111).



FIGURE 4 – Courbes de dispersion du premier mode de Rayleigh dans les échantillons Ni/Cu et Ni/CST/Cu sur silicium (100).

elliptique, où le grand axe de l'ellipse est perpendiculaire à la direction de propagation de l'énergie. L'onde de Rayleigh est excitée dans le régime thermoélastique.

Pour détecter la propagation des modes guidés générés par une excitation impulsionnelle, le faisceau pompe est translaté par rapport à la zone de détection. Pour translater le spot de pompe elliptique perpendiculairement à son grand axe, l'orientation du miroir dichroïque qui réfléchit totalement le faisceau de pompe ($R \approx 100\%$ à 1064 nm) et translate totalement le faisceau sonde ($T \approx 100\%$ à 532 nm) est modifiée.

Avec ce dispositif, il est possible de translater le spot de pompe de $\pm 1 mm$. Les signaux vibratoires sont enregistrés par un oscilloscope numérique dont la bande passante est de 3 GHz. Chaque signal est enregistré pendant 0,2 μ s et échantillonné à une fréquence $f_e=10$ GHz. Le photodétecteur utilisé (New Focus 1601) est de bande passante 1 GHz, ce qui permet de mesurer des fréquences jusqu'à 1 GHz avec une résolution spectrale de 5 MHz. Le pas d'échantillonnage spatial Δx détermine le nombre d'onde maximal $k_{max} = \frac{\pi}{\Delta x}$. Pour avoir une bonne résolution spectrale en basses fréquences et atteindre des fréquences jusqu'à 1 GHz, des mesures sont faites avec différents pas : $\Delta x \simeq 1$, 5 et 10 μ m.



FIGURE 5 – Dispositif expérimental de génération-détection des ultrasons.

Le spot sonde est de forme circulaire avec un diamètre gaussien de $2w_0 = 1,5 \ \mu m$ (diamètre gaussien à $1/e^2$). Le spot pompe elliptique est de dimension $2w_2 \times 2w_1 = 700 \ \mu m \times 4 \ \mu m$. Le paramètre gaussien w_1 détermine l'étendue spectrale sur l'axe k des modes guidés excités.

3.2 Traitement des données expérimentales

La détermination des relations dispersives à partir des mesures expérimentales est obtenue classiquement par l'analyse fréquentielle des signaux [15].

Le déplacement normal à la surface, $U(x_1, t)$ d'une onde de surface se propageant suivant la direction x_1 peut s'exprimer par la relation :

$$U(x_1, t) = a(\omega) \exp(i(kx_1 - \omega t)), \tag{6}$$

où $a(\omega)$ représente l'amplitude de l'onde, qui dépend de la pulsation ω . L'onde de surface se propageant selon la direction x_1 présente des composantes qui varient en fonction du temps et de l'espace. En appliquant la transformée de Fourier (TF-2D) sur les données spatio-temporelle $U(x_1, t)$, on a accès au module de l'amplitude spectrale | $U(k, \omega)$ | dans le domaine (k, ω) :

$$U(k,\omega) = \iint U(x_1,t) \exp(-i(kx_1-\omega t))dx_1dt.$$
(7)

Le tracé des résultats de l'Eq. (7), dans le domaine nombre d'onde-fréquence (k, ω) permet de visualiser les courbes de dispersion directement (Figure 6).

La méthode spectrale n'est pas assez résolue en k pour déterminer les pulsations et les amplitudes complexes des modes superposés dans le signal vibratoire. On utilise la méthode de Matrix-Pencil (MP) [16]. Cette méthode consiste à appliquer la transformation de Fourier sur $U(x_1, t)$ par rapport à la variable d'espace x_1 , ce qui donne :

$$U(k,t) = TF_{x_1}[U(x_1,t)] = \int U(x_1,t) \exp(-ikx_1) dx_1.$$
 (8)

Le signal U(k, t) peut se décomposer en plusieurs modes élémentaires, il s'écrit alors sous forme d'une somme d' exponentielles complexes tel que :

$$U(k,t) = \sum_{n} a_n(k) \exp(i\omega_n(k)t).$$
(9)



FIGURE 6 – Représentation graphique des résultats de la TF-2D et de la méthode MP appliquées sur 40 signaux temporels associés au premier mode de Rayleigh se propageant suivant la direction < 110 > de la structure $Ni/Cu/Si(111), \Delta x \simeq 1 \mu m.$

Il est donc possible d'obtenir pour chaque valeur de k, l'ensemble des pulsations complexes $\omega_n(k) = \omega'_n(k) + i\omega''_n(k)$ ainsi que les amplitudes $a_n(k)$ de l'Eq. (9). Cette méthode robuste permet donc à la fois de déterminer la relation de dispersion, $\omega'_n(k)$ et la composante $\omega''_n(k)$ qui détermine l'amortissement du mode guidé 'n'. la Figure 6 montre les fréquences du premier mode de Rayleigh dans la structure Ni/Cu/Si(111) calculées à partir de la méthode de "Matrix-Pencil" pour les valeurs k correspondant aux mesures avec un pas d'échantillonnage spatial $\Delta x = 1 \ \mu$ m. Pour la gamme de fréquences jusqu'à 1 GHz, un seul mode de Rayleigh peut se propager dans la structure. Les fréquences $f_1(k)$, présentées par des croix blanches, sont calculées avec une précision meilleure que la résolution spectrale de la méthode utilisant la TF-2D.

3.3 Résultats expérimentaux

Les Figures 7, 8, 9 et 10 illustrent les courbes de dispersion du premier mode de l'onde de Rayleigh. Elles ont été déterminées expérimentalement par la méthode



FIGURE 7 – Courbes de dispersion (f,k) expérimentales du premier mode de Rayleigh obtenues à partir de la méthode MP pour trois direction de propagation (échantillon D).

"Matrix-Pencil" pour les échantillons Ni/Cu/Si(111)(A), Ni/Cu/Si(100) (B), Ni/CST/Cu/Si(111) (C) et Ni/CST/Cu/Si(100) (D). Les mesures recouvrent les trois directions $\phi = 0^{\circ}$, 45° et 60° pour les échantillons (A) et (C), et les directions $\phi = 0^{\circ}$, 45° et 90° pour les échantillons (B) et (D).



FIGURE 8 – Courbes de dispersion (V,f) expérimentales du premier mode de Rayleigh obtenues à partir de la méthode MP pour trois direction de propagation (échantillon D).



FIGURE 9 – Courbes de dispersion (f,k) expérimentales du premier mode de Rayleigh obtenues à partir de la méthode MP pour trois direction de propagation (échantillon C).

Les vitesses de l'onde de Rayleigh sont égales dans les directions $\phi = 0^{\circ}$ et $\phi = 90^{\circ}$ pour les échantillons *B* et *D* à cause de la symétrie du substrat de silicium d'orientation (100) (Figures 7 et 8). De même aussi les résultats pour les échantillons *A* et *C*, sont cohérents avec la symétrie d'axe trois dans les plans (111) (Figure 9).

4 Détermination d'épaisseur

Comme montré à la Figure 10, l'effet dispersif est d'autant plus prononcé que l'épaisseur des couches est importante, au delà de 200 MHz. Aux très basses fréquences lorsque la longueur d'onde de Rayleigh est très grande devant l'épaisseur totale des couches, sa vitesse de propagation est



FIGURE 10 – Influence de la couche d'alliage (CST) sur la dispersion du premier mode de Rayleigh dans l'échantillon Ni/Cu/Si(100).

uniquement déterminée par le substrat. Le meilleur accord entre les courbes théoriques et expérimentales dans la bande [0-100 MHz] (Figure 11) est obtenu par ajustement du pas d'échantillonnage à la valeur $\Delta x=11,5\mu m$.



FIGURE 11 – Courbes de dispersion théorique et expérimentale pour l'échantillon *A* dans la gamme de fréquence [0-200 MHz].

La figure 12 représente les courbes de dispersion cette fois dans la bande [200-400 MHz] à partir d'autres mesures. Le pas d'échantillonnage spatial plus petit a été ajusté de la même façon que précédemment. C'est l'examen de cette bande qui va nous permettre de déterminer l'épaisseur de dépôt par comparaison avec des courbes de référence : la figure 13 montre les courbes de dispersion numériques calculées pour différentes épaisseurs. A partir de cette figure, on trace pour la fréquence maximale mesurée (ici F=371 MHz), l'évolution du nombre d'onde en fonction de l'épaisseur (Figure 14). La variation relative de nombre d'onde δ par rapport à la variation de l'épaisseur globale de dépôt Ni/Cu pour la fréquence F, est alors calculée en considérant $h_{ref} = 300$ nm, comme épaisseur de référence et k_i le nombre d'onde du mode de Rayleigh pour une épaisseur de bicouche h_i :

$$\delta = \frac{k_{ref} - k_i}{k_{ref}}.$$
(10)

Cette variation δ est représentée à la figure 15.

A la fréquence F=371 MHz, d'après la figure 12, la variation δ du nombre d'onde entre les mesures et la théorie vaut 3%, ce qui correspond à une variation d'épaisseur négative par rapport à h_{ref} de Δh =-80 nm (Figure 15). L'épaisseur de la bicouche est alors évaluée à h = 220 nm. La figure 16 permet d'estimer l'incertitude sur cette valeur d'épaisseur, finalement donnée à 225 nm±2,5 nm.



FIGURE 12 – Courbes de dispersion théorique et expérimentale dans l'échantillon A dans la gamme de fréquence [200-400 MHz].



FIGURE 13 – Influence de l'épaisseur du bicouche *Ni/Cu* sur la courbe de dispersion numérique dans les bandes fréquentielles [200-450 MHz].

5 Conclusion

L'étude numérique combinant les méthodes SMM et ODE a permis de tracer les diagrammes de dispersion des multicouches Ni/Cu/Si et Ni/CST/Cu/Si pour différentes directions de propagation et pour différentes orientations du substrat. L'étude expérimentale réalisée au moyen d'un dispositif optique de génération et détection par sources laser sur ces échantillons a permis d'obtenir des courbes de dispersion avec une bonne adéquation avec les courbes numériques dans la bande [0-100 MHz]. Une méthode de détermination de l'épaisseur du dépôt a également été proposée et utilisée dans la bande fréquentielle [100-400 MHz]. La détermination des courbes de dispersion, par



FIGURE 14 – Influence de l'épaisseur du bicouche Ni/Cu sur le nombre d'onde à une fréquence F= 371 MHz.



FIGURE 15 – Variation relative de nombre d'onde en fonction de l'épaisseur de la bicouche Ni/Cu.

la méthode de "Matrix Pencil" ouvre la voie à l'évaluation de l'amortissement du mode par le biais de la partie imaginaire des fréquences et à celle des propriétés élastiques des multicouches.

Références

- I. A. Victorov, Rayleigh and Lamb Waves, Physical Theory and Applications, *Plenum press*, New York, (1967).
- [2] F. Faese, F. Jenot, M. Ouaftouh, Ondes de Rayleigh générées et détectées par laser – Applications à la détection de défauts, *ndt.net* (2012).
- [3] L. Rayleigh, On waves propagating along the plane of an elastic solid, *Proc. London Math. Soc.* 17, 4-11 (1885).
- [4] J. L. Rose, Ultrasonic Waves in solid Media, Cambridge University Press ISBN-10, (1999).
- [5] T. J. Bromwhich, On the influence of gravity on elastic waves, and, in particular, on the vibrations of an elastic globe, *Proc. London Math. Soc.* **30**, 98-120 (1898).



FIGURE 16 – Estimation de l'incertitude sur l'évaluation de l'épaisseur à partir des courbes numériques.

- [6] I. Ben Salah, A. Njeh, M. H. Ben Ghozlen, A Theoretical Study of the Propagation of Rayleigh Wave in a Functionally Graded Piezoelectric Material (FGPM), *Ultrasonics* 52, 306-314 (2012).
- [7] S. Mseddi, A. Njeh, D. Schneider, H. Fuess, M. H. Ben Ghozlen, X-ray Diffraction and Surface Acoustic Wave Analysis of BST/Pt/TiO₂/SiO₂/Si Thin film, *Journal Of Applied Physics* **110**, (2011).
- [8] W. T. Thomson, Transmission of Elastic waves Through a Stratified Solid Medium, *Journal of Applied Physics* 21, 89-93 (1950).
- [9] N. A. Haskell, The dispersion of Surface waves on Multilayered Media, B. Seismol. Soc. Am. 43, 377-393 (1953).
- [10] S. I. Rocklin, L. Wang, Stable Recursive Algorithme for Elastic Wave Propagation in Layered Anisotropic Media : Stiffness matrix Method, *Journal of the Acoustical Society of America* 112, 822-834 (2002).
- [11] A. H. Fahmy, E. L. Adler, Propagation of acoustic Surface waves in Multilayers : A Matrix Description, *Applied Physics Letters* 22, 495-497(1973).
- [12] E. L. Adler, SAW and pseudo-SAW properties using matrix methods, *IEEE Trans. Ultrasonic Ferroelect. Freq. Contr.* **41**, 876-882(1994).
- [13] R. F. S. Hearmon, Crystal and Solid State Physics, New Series, Group III, Springer, Berlin, 29, 709, (1992).
- [14] D. Lide, CRC Handbook of Chemistry and Physics, 88th Edition, (2007).
- [15] X. Zhang, T. Jackson, E. Lafond, Noncontact determination of elastic moduli by twodimensional Fourier transformation and laser ultrasonic technique, *Review of Scientific Instruments* 76, (2005).
- [16] Y. Hua, T.K. Sarkar, Matrix pencil method for estimating parameters of exponentially damped/undamped sinusoids in noise, Acoustics, Speech and Signal Processing IEEE Transactions, 38, 814-824, (1990).