

N° d'ordre : 41400

# Thèse

Présentée à

**l'Université Lille 1**

**Université des Sciences et Technologies de Lille**

par

**Fabrice CASSET**

pour l'obtention du titre de

**Docteur de l'université**

**Spécialité : Micro et nano-technologies, acoustique et télécommunications**

**Caractérisation par acoustique picoseconde des propriétés mécaniques du PZT déposé en couches minces pour des applications MEMS**

Présentée et soutenue publiquement le 16 Juin 2014

Membres du jury :

Lionel	BUCHAILLOT	Président
Bernard	PERRIN	Rapporteur
Brice	GAUTIER	Rapporteur
Cédric	CHAPPAZ	Examineur
Emmanuel	DEFAY	Encadrant de thèse
Arnaud	DEVOS	Directeur de thèse







## Remerciements

Tout d'abord je voudrais remercier, malheureusement un peu tard, Pascal Ancey, qui m'a accueilli dans son équipe à ST en 2003. Il m'a permis de vivre des années immensément riches en discussions professionnelles ou personnelles, projets, idées... Si j'ai pu faire cette thèse, c'est grandement grâce à lui. Son décès fin 2013 m'a profondément touché. Ta gentillesse et ta disponibilité me manquent.

Ensuite un grand merci à Arnaud Devos d'avoir accepté de diriger ma thèse, mais surtout de m'avoir fait partager ta passion pour l'acoustique picoseconde. J'ai été conquis par le chercheur, le pédagogue et par l'homme. J'ai beaucoup appris et ce qui ne gâche rien au plaisir, je me suis bien marré ! Merci pour ton formidable accueil à chaque fois que je venais à l'ISEN, la formation continue sur les bières et toutes les bonnes soirées passées (ah ton filet mignon de porc au maroilles, chapeau !), avec en point d'orgue le repas de banquet de Laser Ultrasonics dans la baie de Yokohama...

Bien entendu un grand merci également à Emmanuel Defaÿ qui a suivi ma thèse coté CEA. Je n'ai pas toujours été capable de suivre ton fourmillement d'idées et tes nombreuses propositions d'études. Mais à n'en pas douter, ta rigueur et ton savoir m'ont permis d'apprendre beaucoup sur le PZT et sur la thèse ou la recherche en général. Merci pour ta patience, notamment lors de la rédaction du manuscrit.

Je remercie l'ensemble du jury : Bernard Perrin et Brice Gautier pour avoir accepté d'être rapporteurs de mon travail de thèse, Lionel Buchillot et Cédric Chappaz pour avoir examiné mes travaux.

Reste énormément de personnes à remercier que ce soit du côté de l'ISEN, de ST ou du CEA.

Merci à toutes les personnes du CEA ayant contribué directement ou indirectement à ces résultats. Entre autre, Marc Aid et Philippe Robert et Stéphane Fanget qui m'ont soutenu dans cette démarche. Gwen mon fournisseur officiel d'échantillons PZT, Christel et Brigitte les expertes techno, Christine secrétaire ultra efficace au CEA, Matthieu pour les discussions sur le PZT, Julie pour le PZT mono, Alexandre pour la gestion des commandes MENAPIC, Philippe pour les mesures au vibromètre (et les missions à Lille !), Amy pour ta gentillesse, Marie (un layout appelé GNOL ?), JS, Sofiane, Remy (j'ai fini de rédiger avant toi !)...

Un grand grand merci aux Lillois pour votre accueil à chacune de mes venues. Malgré le temps, vous gardez le sourire !! Sabrina (toujours partante pour le p'tit godet et pour mettre l'ambiance : sans toi les missions à Lille ne seraient pas si drôles !), Patrick (Paris est magique et longue vie à MENAPIC !), Loulou (merci pour le temps passé à m'aider à régler la manip qui « marchait mieux la semaine dernière » et pour m'avoir ouvert les yeux sur « 30 millions d'amis »), Fred, JF, PA, Max, Solène, Oliwer (thésard éphémère)...

Et bien sûr merci à mes collègues et amis de ST. Pierre (merci pour toutes ces années à partager le même box, ce fut un plaisir, même s'il vaut mieux savoir la fin des blagues avant de les commencer !). Sylvain (et Raoul...), David (un puits de science sur les nains primordiaux), Cédric, Jean-François, Remy (les historiques du groupe), Yoan (le dernier résonateur-man de Crolles), AlexiSSS (comment vont tes deux enfants ?), Cédric (tu ne voudrais pas raconter « Spartakus » en première partie, avant ma soutenance ?), Fabienne (toujours de bonne humeur, gentillesse et solidarité CEA !), Mélanie (qui doit rencontrer Sabrina d'après Arnaud...), Laurent-Luc (organisateur officiel de repas d'équipe), Perceval (enfin Jean-Claude quoi !), David pour les mesures de nanoindentation, Evelyne (secrétaire ultra efficace à ST), Benjamin, Thomas, François (la nouvelle génération), Jean, Nicolas, Sandrine, Christophe, Olga, Julien, Alisée, Simon, Yann, Julien, Matthieu...l'équipe 3D quoi !

Et merci à tous ceux que j'ai malencontreusement oublié...

Evidemment un grand merci à tous mes amis et ma famille pour leur soutien durant ces 3 années. Des gros bisous à Béa et mes deux enfants Hugo et Guizée.

## Résumé

Les MEMS sont aujourd'hui une réalité économique et sont d'ores et déjà utilisés dans un grand nombre d'objets de notre quotidien. Ces composants peuvent utiliser un actionnement piézoélectrique, notamment à base de PZT déposé en couches minces, du fait de son fort coefficient piézoélectrique. Pour dimensionner au mieux et de manière prédictive ces MEMS à base de PZT, il est important de connaître les propriétés mécaniques du PZT, matériau complexe. Nous avons utilisé l'acoustique picoseconde, technique qui permet de sonder la matière avec des ondes acoustiques générées par des impulsions laser ultra-courtes. Elle permet de transposer à l'échelle nanométrique le principe du sonar. Lors de cette thèse nous avons étudié le PZT en couches minces par acoustique picoseconde. Nous avons pu extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson sans faire l'approximation de l'un ou de l'autre. Nous avons également étudié la relaxation des parois de domaines, en mettant en œuvre des mesures d'acoustique picoseconde en fréquence. A l'aide des propriétés mécaniques du PZT, issues des mesures d'acoustique picoseconde, nous avons pu extraire le coefficient piézoélectrique par la comparaison de modèles et de mesures sur une poutre encastree-libre avec un actionneur à base de PZT. Enfin, nous avons appliqué ces données d'entrée au dimensionnement de dalles haptiques utilisant des actionneurs PZT. Le très bon accord entre la caractérisation de ces dispositifs et les modèles mis en place prouve l'apport de l'acoustique picoseconde pour le dimensionnement de MEMS.

Mots clefs : MEMS, PZT, Acoustique picoseconde, Propriétés mécaniques.

## **Abstract: Mechanical properties characterization of thin-film PZT for MEMS applications using picosecond ultrasonics**

MEMS components are today an economic reality and are already used in many mass market applications. These devices can use a piezoelectric actuation, in particular based on thin-film PZT due to its high piezoelectric coefficient. To perform predictive design of high performances components based on PZT actuators, mechanical properties of the PZT are required. We used the picosecond ultrasonic technique which probes thin layers with high frequency acoustics waves generated by ultra-short laser pulses. It allows the transposition of the sonar principle at nanometric scale. During this PhD, we studied thin-film PZT using picosecond ultrasonics. We extracted both Young's modulus and Poisson ratio without an approximation of one or the other. We also studied wall domain relaxation using picosecond ultrasonic measurement at various frequencies. Using PZT mechanical properties obtained from picosecond ultrasonics, we extracted the PZT piezoelectric coefficient, from the comparison between PZT-based cantilever measurement and numerical modeling. Finally, we applied these data for the design of haptic plates using thin-film PZT actuators. The good agreement between haptic plate measurements and modelization proves all the benefit of picosecond ultrasonics for MEMS design.

Key words : MEMS, PZT, Picosecond Ultrasonics, mechanical properties



# Sommaire

<b>Sommaire</b> .....	<b>9</b>
<b>Introduction générale</b> .....	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 : Des microsystèmes à l'acoustique picoseconde colorée</b> .....	<b>17</b>
1.1. Introduction .....	17
1.2. Les microsystèmes piézoélectriques.....	18
1.3. Le PZT déposé en couches minces .....	23
1.3.1. Structure cristalline du PZT .....	23
1.3.2. Piézoélectricité, pyroélectricité, ferroélectricité et électrostriction .....	25
1.3.3. Equations de la piézoélectricité .....	27
1.3.4. Module d'Young et coefficient de Poisson .....	28
1.4. L'acoustique picoseconde colorée.....	30
1.4.1. Principe de base de l'acoustique picoseconde .....	31
1.4.2. Génération des impulsions acoustiques .....	32
1.4.3. Détection optique .....	35
1.4.4. Accordabilité en longueur d'onde.....	40
1.4.5. Génération d'ondes transverses par un réseau de plots.....	42
1.4.6. Extraction du module d'Young et du coefficient de Poisson à partir des mesures d'acoustique picoseconde .....	46
1.5. Conclusion.....	48
<b>Chapitre 2 : Etude du PZT déposé en couches minces par acoustique picoseconde</b> .....	<b>49</b>
2.1. Introduction .....	49
2.2. Etude de la vitesse longitudinale du PZT .....	50
2.2.1. Echantillons étudiés .....	51
2.2.2. Mesure de la vitesse longitudinale .....	51
2.2.3. Extraction du module d'Young à partir de l'hypothèse sur le coefficient de Poisson ..	60
2.3. Etude de la vitesse transverse du PZT.....	62
2.3.1. Technologie de mise en œuvre des échantillons.....	63
2.3.2. Mesure de la vitesse de Rayleigh dans le système Pt/PZT .....	64
2.3.3. Mesure de la vitesse de Rayleigh dans le système Al/PZT.....	69
2.3.4. Extraction de la vitesse transverse du PZT.....	73
2.4. Calcul des propriétés élastiques du PZT .....	73
2.4.1. Calcul du module d'Young et du coefficient de Poisson.....	73
2.4.2. Comparaison avec la nanoindentation .....	75

2.4.3.	Calcul des coefficients de la matrice de raideur élastique dans le cas de l'anisotropie du PZT	77
2.5.	Etude de la vitesse longitudinale en fonction de la tension appliquée	78
2.5.1.	Principe de la mesure et mode opératoire	78
2.5.2.	Mesures et exploitation des résultats en tension	79
2.6.	Influence de la fréquence d'excitation sur la vitesse longitudinale	81
2.6.1.	Les parois de domaines	81
2.6.2.	Principe de la mesure en fréquence	83
2.6.3.	Mise en œuvre expérimentale	84
2.6.4.	Mesures en fréquence et comparaison à la simulation	86
2.6.5.	Synthèse de l'étude de la vitesse longitudinale du PZT en fonction de la fréquence	90
2.7.	Synthèse sur la caractérisation du PZT par acoustique picoseconde	92
<b>Chapitre 3 : Exemples d'application aux actionneurs PZT déposés en couches minces</b>		<b>95</b>
3.1.	Introduction	95
3.2.	Extraction du coefficient piézoélectrique $e_{31,f}$	96
3.2.1.	Précision de la longueur de cantilever par étude de la fréquence de résonance	96
3.2.2.	Extraction du coefficient $d_{31}$ par étude de la déflexion de la poutre et calcul du $e_{31,f}$	98
3.3.	Dimensionnement de plaques haptiques	100
3.3.1.	Technologie de base	100
3.3.2.	Actionnement par effet bilame	101
3.3.3.	Généralités sur l'haptique et l'effet squeeze film	102
3.3.4.	Dimensionnement de plaques haptiques	106
3.3.5.	Caractérisations électromécaniques	114
3.4.	Conclusion	124
<b>Conclusions et perspectives</b>		<b>125</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>129</b>
<b>Annexes</b>		<b>141</b>
A.	Mesure de l'indice optique du PZT	141
a.	Extraction de l'indice du PZT par acoustique picoseconde	141
b.	Comparaison à la mesure d'indice par ellipsométrie	143
B.	Coupe MEB pour préciser les épaisseurs des couches de PZT	144
C.	Mesure de la vitesse acoustique longitudinale par acoustique picoseconde	147
a.	Q154P-P010 : <111> - 173nm	147
b.	P571A-P05 : <111> - 348nm	148
c.	P571A-P04 : <111> - 525nm	148
d.	P571A-P06 : <111> - 1036nm	149

e.	$\mu$ S3935P-P13 : $\langle 111 \rangle$ - 2192nm.....	150
f.	P571A-P05 : $\langle 111 \rangle$ - 348nm .....	151
g.	P571A-P04 : $\langle 111 \rangle$ - 525nm .....	151
h.	P571A-P06 : $\langle 111 \rangle$ - 1036nm .....	152
i.	U718P-P01 : $\langle 100 \rangle$ - 160nm .....	153
j.	U718P-P06 : $\langle 100 \rangle$ - 335nm .....	153
k.	U718P-P07 : $\langle 100 \rangle$ - 518nm .....	154
l.	$\mu$ S4680P-P6 (100) – 1.87 $\mu$ m .....	155
m.	U718P-P09 : $\langle 100 \rangle$ - 2087nm .....	156
n.	U718P-P06 : $\langle 100 \rangle$ - 335nm .....	157
o.	U718P-P08 : $\langle 100 \rangle$ - 1013nm .....	158
p.	PZT « Grad Free ».....	158
q.	PZT Monocristallin .....	159
D.	Mesure par acoustique picoseconde en tension .....	164
E.	Etude Brillouin en fréquence : Mesures Rouge - Bleu .....	170
F.	Haptique : Designs retenu masque SNT01 .....	172
	<b>Dissémination.....</b>	<b>173</b>



## Introduction générale

Les MEMS, pour *Micro Electro Mechanical Systems*, sont des systèmes électromécaniques micrométriques développés depuis les années 60. Ils sont fabriqués par les technologies collectives de la microélectronique et peuvent présenter une grande complexité du fait de leur aspect multi-physique, mêlant électronique, mécanique et parfois fluide, thermique... Ces composants envahissent petit à petit notre environnement. Ils sont présents dans nos téléphones portables, les imprimantes, nos automobiles et bien sûr les consoles de jeux... Les MEMS peuvent permettre d'améliorer les fonctions existantes mais aussi d'en rendre possible de nouvelles. Ils sont en tout cas d'ores et déjà entrés dans une dimension industrielle et sont par exemple commercialisés par *STMicroelectronics*, *Bosch*, *Texas Instruments* ou encore *Hewlett Packard*. Leur dimensionnement intervenant préalablement à une coûteuse étape de réalisation technologique, c'est naturellement un enjeu majeur que de pouvoir prévoir le plus précisément et le plus tôt possible leur comportement. Pour cela, **la mise en place de modèles prédictifs est requise. Ces modèles requièrent, au minimum, une connaissance pointue des propriétés mécaniques des matériaux utilisés. C'est dans cette optique, qu'au travers de cette thèse, nous avons étudié les propriétés mécaniques du  $\text{Pb}(\text{Zr}_x, \text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$  (ou PZT), qui est un matériau clé pour la mise en mouvement des MEMS.**

Les MEMS utilisent un transducteur qui va convertir le plus souvent, une énergie électrique en une énergie mécanique afin d'actionner le MEMS. Cet actionneur peut être électrostatique. Si ce type d'actionnement est compact et robuste, de fortes tensions sont nécessaires pour obtenir de forts déplacements. De plus l'actionnement électrostatique pâtit d'une non linéarité limitante, la *pull-in* et d'un problème de fiabilité lié à la migration de charges électrostatiques. L'actionneur peut être thermique, qui permet d'obtenir de fortes forces et de forts déplacements. Mais le thermique induit souvent une consommation énergétique non négligeable et l'actionnement du MEMS induit une dissipation de chaleur dans l'environnement immédiat du composant. Une autre solution consiste en un actionnement magnétique. Dans ce cas, l'intégration de l'actionneur est complexe et le rayonnement magnétique peut dégrader les composants alentours, tels que les transistors. Reste l'actionnement piézoélectrique. L'effet piézoélectrique a été découvert en 1880 et depuis, profitant des avancées des technologies de la microélectronique, nous avons constaté l'émergence de matériaux piézoélectriques aux performances de premier ordre, pouvant être déposés en couches minces. Ainsi les couches piézoélectriques peuvent désormais s'insérer aisément dans les procédés de réalisation des MEMS. Ce type d'actionnement permet la réalisation d'actionneurs compacts, permettant d'obtenir de grandes amplitudes de déformation de la structure mécanique sous des tensions d'actionnement modérées.

En particulier, le PZT est un matériau piézoélectrique connu depuis longtemps à l'échelle macroscopique et les céramiques de PZT sont réputées pour leur fort coefficient piézoélectrique. De nombreux développements ont permis de développer le PZT en couches minces. Aujourd'hui, il est utilisé comme actionneur dans un grand nombre de composants, allant des MEMS pour les applications radiofréquences (RF), aux capteurs, en passant par les têtes d'imprimantes à jet

d'encre. Nous commencerons donc le premier chapitre de cette thèse en donnant quelques exemples, issus de la bibliographie, de MEMS piézoélectriques et plus particulièrement utilisant le PZT déposé en couches minces.

Malgré son utilisation grandissante, le PZT n'en reste pas moins un matériau complexe. Sa structure cristalline et son diagramme de phase sont relativement bien connus ; et ses propriétés piézoélectriques sont de mieux en mieux mesurées. Nous présenterons donc sommairement ce matériau afin de comprendre son comportement en tant qu'actionneur. Par contre, une rapide recherche dans l'état de l'art nous permet de mettre en évidence que ses propriétés mécaniques sont très dépendantes du procédé de mise en œuvre et restent encore à être précisées. Ainsi, **une des contributions de cette thèse sera de caractériser les propriétés mécaniques du PZT, à savoir son module d'Young et son coefficient de Poisson.**

Pour ce faire, nous utiliserons l'**acoustique picoseconde**. Dans un milieu élastique, la propagation des ondes acoustiques dépend des constantes d'élasticité du matériau. Il est ainsi possible d'accéder aux modules d'élasticité, dont le module d'Young et le coefficient de Poisson, à partir de la mesure de la vitesse du son dans le matériau. Cette technique, découverte en 1984 par l'équipe de H.J. Maris à *Brown University* (USA), a déjà prouvé son apport pour la métrologie des couches minces, notamment lors du développement des résonateurs BAW (*Bulk Acoustic Waves*) conjointement mené entre le CEA et *STMicroelectronics*. Elle est basée sur la génération d'ondes acoustiques dans la matière à partir d'impulsions lumineuses ultra-courtes, issues d'un laser impulsif. Nous présenterons donc dans la dernière partie du premier chapitre, le principe de cette technique de mesure ainsi que les principaux phénomènes que nous utiliserons pour la caractérisation du PZT déposé en couches minces.

Pour mesurer les propriétés mécaniques du PZT, nous avons caractérisé un grand nombre d'échantillons de ce matériau. Les résultats de caractérisation ainsi que leur analyse et discussion font l'objet du Chapitre 2. Nous verrons que la mesure de la vitesse acoustique longitudinale nous permet d'approximer le module d'Young du PZT à partir d'une hypothèse sur son coefficient de Poisson. Une des limites de l'acoustique picoseconde réside dans le fait que l'on ne peut générer classiquement que des ondes acoustiques longitudinales. Or, pour avoir accès au module d'Young et au coefficient de Poisson des films minces, il est nécessaire de mesurer également la vitesse acoustique transverse. Nous verrons que cela est possible en utilisant un réseau carré, périodique de plots métalliques nanostructurés à la surface de l'échantillon. Nous présenterons les échantillons mis en œuvre et montrerons que cette seconde catégorie de mesures nous a permis d'extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson du PZT, sans nécessiter l'approximation de l'un ou de l'autre. L'acoustique picoseconde nous a permis d'étudier l'effet de l'épaisseur du PZT sur son module d'Young. Et ces résultats seront discutés. Nous sommes allés plus loin, en mesurant une différence de vitesse acoustique entre un PZT majoritairement orienté (100) et (111). Cela nous a permis de mettre en évidence l'anisotropie du PZT. Néanmoins, pour la suite du travail réalisé, nous avons gardé l'hypothèse d'isotropie de notre matériau d'actionneur, dans un souci de simplification.

Lorsque le PZT est utilisé comme actionneur, un champ électrique est amené à lui être appliqué. Ainsi, les propriétés mécaniques et notamment le module d'Young que nous cherchons à mesurer, seront d'autant plus pertinentes que l'on s'approche des conditions réelles d'utilisation. Nous avons étudié l'influence d'un champ électrique appliqué au PZT sur sa vitesse acoustique longitudinale. Ce

travail a déjà été réalisé avec succès sur l'AlN qui présente pourtant un coefficient piézoélectrique très inférieur à celui du PZT. Nous verrons que malgré de nombreuses mesures, nous n'avons pas pu observer le phénomène recherché, sûrement du fait de conditions opératoires non optimum. Les perspectives de ce travail seront données au Chapitre 2.

Les mesures effectuées en acoustique picoseconde utilisent des impulsions acoustiques générées à plusieurs dizaines de Gigahertz. Il est possible que l'utilisation d'impulsions acoustiques à hautes fréquences nous donne une information biaisée des propriétés de notre matériau, notamment du fait de la relaxation des parois des domaines de polarisation au sein du matériau. L'utilisation d'un transducteur en or, au-dessus du PZT, nous a permis d'étudier la vitesse acoustique longitudinale en fonction de la fréquence de génération de l'onde acoustique. La confrontation des mesures d'acoustique picoseconde avec la modélisation nous a permis de mettre en évidence la relaxation des parois de domaines entre 10 et 40 GHz. De ces mesures, nous concluons le Chapitre 2 en extrayant le module d'Young du PZT à partir de la vitesse acoustique longitudinale basse fréquence, représentative du comportement du matériau d'actionneur.

Le Chapitre 3 porte sur l'utilisation du module d'Young et du coefficient de Poisson extraits par acoustique picoseconde, pour le dimensionnement de MEMS piézoélectriques. Doté des propriétés mécaniques de notre matériau, nous avons tout d'abord extrait le coefficient piézoélectrique du PZT en confrontant des mesures réalisées sur une poutre encastree-libre actionnée par du PZT aux modèles analytiques. Ce travail, reporté au début du Chapitre 3, nous permet de **mettre en évidence l'apport de l'acoustique picoseconde pour la caractérisation précise et complète du PZT déposé en couche minces**. Enfin, nous avons utilisé ces caractéristiques du PZT pour les appliquer au dimensionnement prédictif de MEMS piézoélectriques. Nous avons travaillé sur une plaque vibrante pour des **applications de restitution haptique**. Une interface haptique est un objet ou une technologie permettant à l'utilisateur d'interagir avec son environnement par le sens du toucher. Nous commencerons donc par un rapide état de l'art sur les principales réalisations issues de l'état de l'art dans ce domaine. L'effet *squeeze-film*, engendrant un effet haptique du fait de la modification du coefficient de frottement d'une plaque vibrante, selon son état d'actionnement, nous paraît le plus prometteur. Nous présenterons le dimensionnement de plaques haptiques actionnées à l'aide de PZT déposé en couches minces, ainsi que la caractérisation des démonstrateurs. La post-simulation de ces objets nous permettra de **mettre en place des modèles prédictifs, prouvant l'apport de l'acoustique picoseconde pour le dimensionnement prédictif de nos MEMS piézoélectriques**.



# Chapitre 1 : Des microsystèmes à l'acoustique picoseconde colorée

## 1.1. Introduction

L'histoire des MEMS commence dès 1959 à Caltech par la conférence de RP. Feynman, « There is plenty of room at the bottom » : la recherche à l'échelle microscopique voit le jour. Bien avant cela, la première démonstration de l'effet piézoélectrique direct est faite par Pierre et Jacques Curie en 1880. Depuis, les MEMS sont entrés dans notre quotidien, et les MEMS piézoélectriques sont en plein essor. Cet essor est accompagné de l'émergence de matériaux piézoélectriques tels que le PZT qui présente un des plus forts coefficients piézoélectriques connus pour un matériau déposé en couches minces. Nous commencerons donc ce chapitre par un bref état de l'art sur les MEMS à base de PZT.

Nous poursuivrons par une présentation de ce matériau piézoélectrique, mais aussi ferroélectrique. Nous verrons notamment que sa structure cristalline est complexe et que ses propriétés dépendent de sa mise en œuvre. Si certaines de ses propriétés commencent à être connues, ses propriétés mécaniques doivent encore être caractérisées avec précision. En particulier, l'objectif de cette thèse est de mesurer le module d'Young et le coefficient de Poisson du PZT couche mince.

Pour arriver à nos fins, nous nous sommes intéressés à l'acoustique picoseconde. C'est une technique qui permet de sonder la matière avec des ondes acoustiques générées par des impulsions laser ultra-courtes. Elle permet de transposer à l'échelle nanométrique le principe du sonar. Nous présenterons donc dans ce chapitre, le principe général de l'acoustique picoseconde, les phénomènes de base assurant la génération et la détection des ondes acoustiques dans la matière. Nous nous focaliserons sur les phénomènes que nous utiliserons pour caractériser par la suite le PZT déposé en couches minces, tels que les échos, les oscillations Brillouin et les sauts de réflectivité. Nous montrerons que l'acoustique picoseconde peut nous permettre d'extraire « simplement » le module d'Young de la couche étudiée, à partir de la vitesse acoustique longitudinale et de l'hypothèse sur le coefficient de Poisson. Mais nous verrons surtout que cette technique nous permettra d'extraire les deux paramètres recherchés à partir de la mesure de la vitesse acoustique transverse en plus de la vitesse acoustique longitudinale.

## 1.2. Les microsystèmes piézoélectriques

Les MEMS intéressent les industriels depuis de nombreuses années et pour de nombreuses applications (Figure 1). Ces composants possèdent en effet des performances potentielles de premier ordre. Par exemple, leur fort rapport surface sur volume autorise une surface active importante, pour la détection ou l'actionnement, pour un poids et un encombrement réduit. Leur facteur de qualité, c'est-à-dire le rapport entre l'énergie emmagasinée et l'énergie dissipée, est potentiellement fort, du fait des qualités intrinsèques de certains de leurs matériaux constitutifs comme le silicium. Ils peuvent permettre d'améliorer les fonctions existantes (micro-miroirs par exemple pour l'optique adaptative) mais aussi d'en rendre possible de nouvelles (*lab-on-chip*). Ils présentent de nombreux avantages tels qu'une faible consommation énergétique, la miniaturisation des fonctions existantes du fait de leurs dimensions micrométriques, l'intégration au plus proche de l'électronique. La baisse du coût de revient des composants, liée aux technologies de fabrication collectives servant à réaliser les MEMS, est également un argument de poids.

Les MEMS sont entrés depuis longtemps dans notre quotidien. Certains de ces composants sont aujourd'hui matures et commercialisés (Figure 2). Ils peuvent être les accéléromètres dans les airbags de nos voitures (*Analog Devices*) ou les têtes d'éjection de l'encre de nos imprimantes (*EPSON*). Ils peuvent constituer la station inertielle de nos manettes de jeu ou de nos téléphones portables (accéléromètre et gyroscope *STMicroelectronics* dans la *Wii* ou gyroscope dans l'*iPhone 4*), les microphones des prothèses auditives (*Analog Devices*), des capteurs de pression (*Bosch*, *STMicroelectronics*), des micro-pompes à insuline (*Debiotech*), des pico-projecteurs (*TI*, *Hitachi*)...

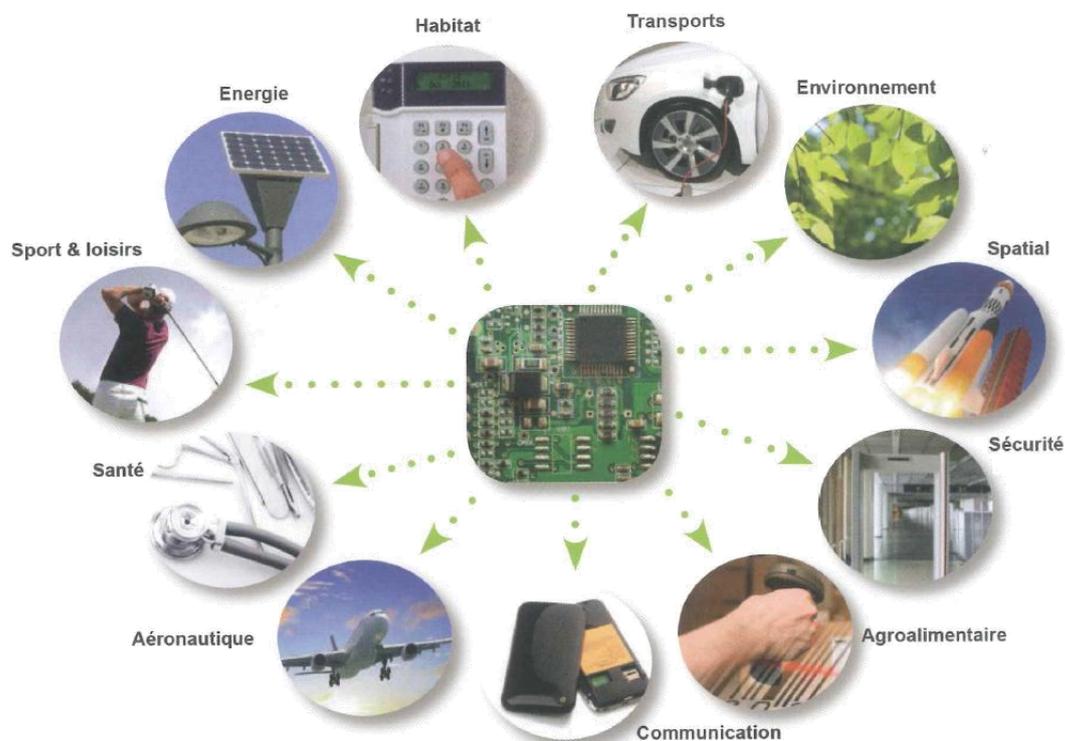


Figure 1: Exemples de champs d'application pour les MEMS [85].

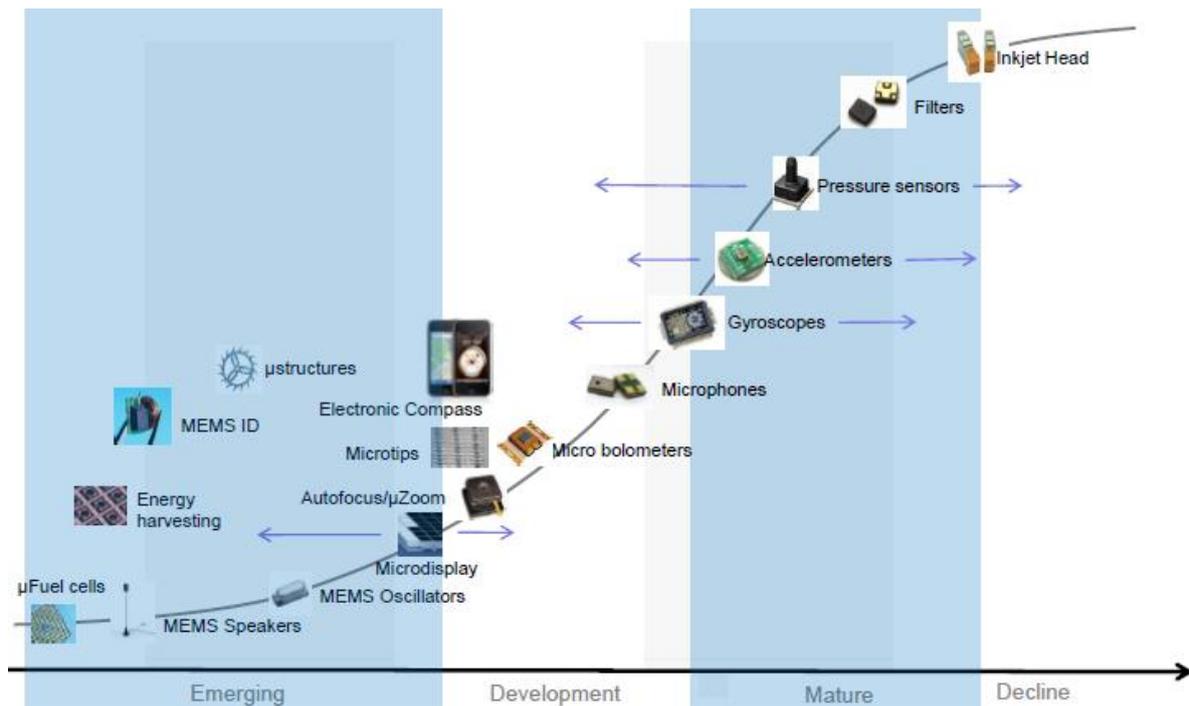


Figure 2: Différentes phases de développement des MEMS – Mise en évidence de MEMS matures et commercialisés [1].

En parallèle de l'essor des MEMS, de nouveaux matériaux ont fait leur apparition, tels que les matériaux piézoélectriques. Nous pouvons citer le nitrure d'aluminium (AlN) qui est un matériau utilisé notamment pour la réalisation de filtres [2] ou d'oscillateurs de référence [3] pour des applications radiofréquences (RF). L'AlN possède un coefficient piézoélectrique limité, de l'ordre de  $e_{31,f} \approx -1$  à  $-2$  C/m<sup>2</sup>. Néanmoins, il présente un fort facteur de qualité ( $Q \approx 1\ 000$  à  $2$  GHz) induisant de faibles pertes à hautes fréquences, ce qui le rend très adapté pour ces applications RF. Des filtres à base d'AlN sont aujourd'hui commercialisés, par exemple par AVAGO.

L'oxyde de zinc (ZnO) est un matériau piézoélectrique qui est également utilisé dans les composants MEMS. Il possède un coefficient piézoélectrique du même ordre de grandeur que l'AlN. Ainsi, il est adapté pour être utilisé comme élément sensible pour des applications de capteur [88, 89]. Il peut également être le transducteur en couche mince permettant d'actionner et de détecter la résonance d'un résonateur électromécanique. Un facteur de qualité de  $11\ 600$  à  $16.9$  MHz a par exemple été mesuré en 2000 sur un résonateur à onde de volume à base de ZnO [87].

Le  $Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$  (PZT) est un matériau piézoélectrique connu depuis longtemps à l'échelle macroscopique et les céramiques de PZT sont réputées pour leur fort coefficient piézoélectrique. On peut reporter par exemple la céramique 3203 HD de *Motorola*, possédant un coefficient piézoélectrique  $e_{31,f}$  de l'ordre de  $-26$  C/m<sup>2</sup> [28]. Ces céramiques sont donc utilisées comme actionneurs pour de nombreuses applications telles que les miroirs pour projecteurs [90], l'imagerie ultrasonore [92], ou les plaques haptiques [91]. De nombreux développements ont été menés pour développer le PZT en couches minces, avec un intérêt évident pour faciliter l'intégration de ce matériau dans les procédés de la microélectronique, pour réduire le coût des composants (pas d'étape de report de la céramique) et pour obtenir des dispositifs fonctionnant à basse tension.

Aujourd'hui le PZT couche mince peut être utilisé comme transducteur pour de nombreux composants MEMS du fait de son fort coefficient piézoélectrique ( $e_{31,f} \approx -15$  à  $-25$  C/m<sup>2</sup>).

De nombreuses références issues de l'état de l'art font état de composants MEMS utilisant un actionneur à base de PZT déposé en couches minces. On peut reporter des composants pour applications RF, comme des micro-interrupteurs pour lesquels l'actionneur en PZT va permettre de faire passer l'élément mobile de l'interrupteur de son état ouvert à son état fermé, par effet bilame (Figure 3 [4] et Figure 4 [5]). Le PZT permet d'obtenir des interrupteurs commutant à basse tension, par exemple de l'ordre de 5V [5].

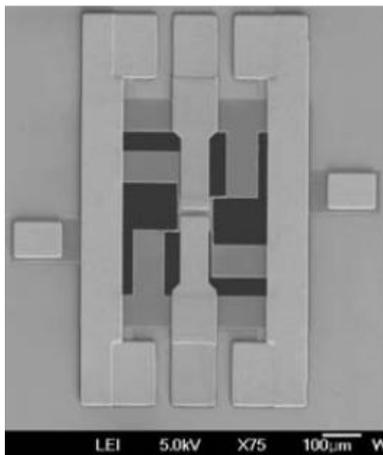


Figure 3: Micro interrupteur LG avec actionneur PZT [4].

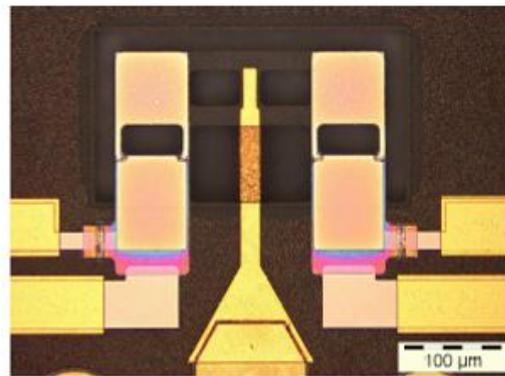


Figure 4: Micro interrupteur LETI avec actionneur PZT [5].

Les résonateurs électromécaniques sont des composants importants de l'architecture RF. Ils peuvent potentiellement remplacer les quartz pour les applications de base de temps ou être utilisés comme filtres [6] (Figure 5). Le PZT est utilisé comme transducteur afin d'exciter et de détecter la résonance de l'élément vibrant en silicium sur lequel il est implémenté. L'utilisation du PZT comme actionneur permet de s'affranchir de la forte résistance motionnelle souvent induite par l'actionnement électrostatique classiquement utilisé, tout en conservant de forts facteurs de qualité. Le PZT peut également être utilisé dans un capteur de pression résonant [17, 81]. Dans ce cas, il s'agit de suivre la fréquence de résonance d'une membrane PZT/silicium en fonction de la pression exercée sur la membrane.

Profitant des avantages des technologies collectives de la microélectronique, des possibilités de co-intégration apparaissent, par exemple par la réalisation simultanée de filtres et d'interrupteurs MEMS à base de PZT [7] (Figure 6). Ce type d'intégration ouvre la voie à de nouvelles architectures RF accordables en fréquence.

Les procédés technologiques de la microélectronique sont bien adaptés pour la réalisation de matrice de composants. Ainsi, on retrouve des références faisant état d'actionneurs PZT implémentés dans des systèmes d'imagerie photo-acoustique (Figure 7 [8]) ou de haut-parleurs digitaux (Figure 8 [9]). Dans le cas du haut-parleur, l'actionneur à base de PZT va donner une

impulsion à la membrane sur laquelle il se trouve, par effet bilame, afin de générer une onde acoustique. Dans le cas du système d'imagerie photo-acoustique, le transducteur détectera au contraire l'onde acoustique venant impacter la membrane.

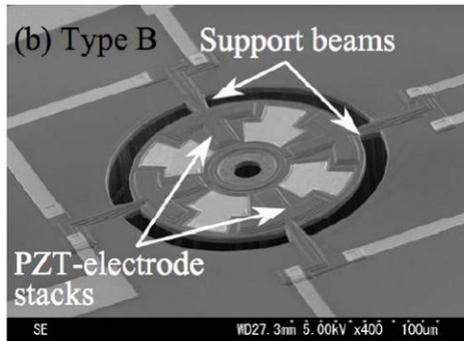


Figure 5: Résonateur électromécanique silicium avec transducteurs à base de PZT pour l'excitation et la détection de la vibration [17].

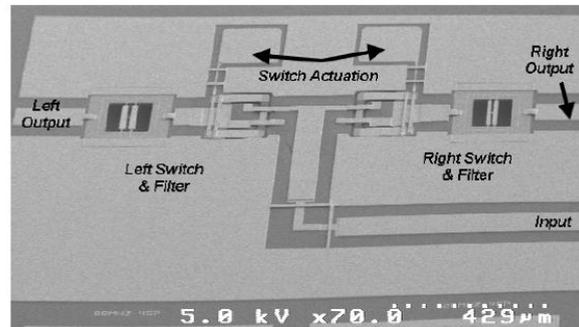


Figure 6: Exemple de cointégration de filtres et d'interrupteurs à base de PZT [7].

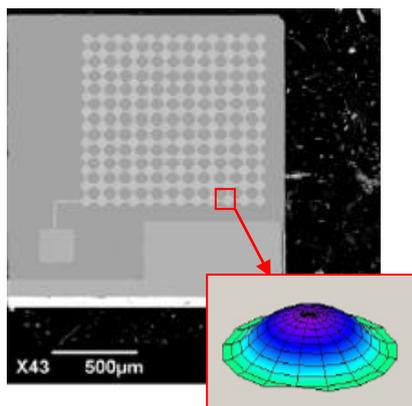


Figure 7: Vue MEB de dessus d'une matrice de membrane avec actionnement PZT – Encadré : simulation FEM de la déformée de la membrane [8].

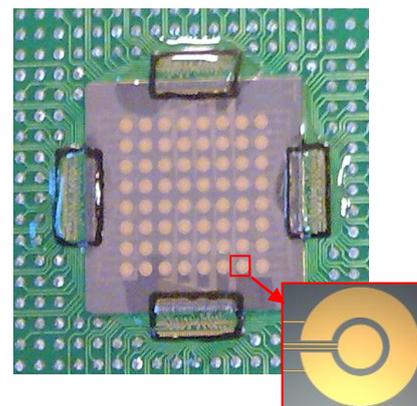


Figure 8: Vue de dessus d'une matrice de 64 membranes avec actionneurs PZT (vue en encadré) [9].

Doté d'un fort coefficient piézoélectrique le PZT est le matériau adéquat pour les applications qui requièrent de forts déplacements. Ça peut être le cas en robotique, et notamment dans la référence [10], où les auteurs montrent un déplacement angulaire de  $150^\circ$  à l'aide d'actionneurs piézoélectriques. Ces performances rendent possibles la réalisation d'insectes robots tels que schématisés à la Figure 9.

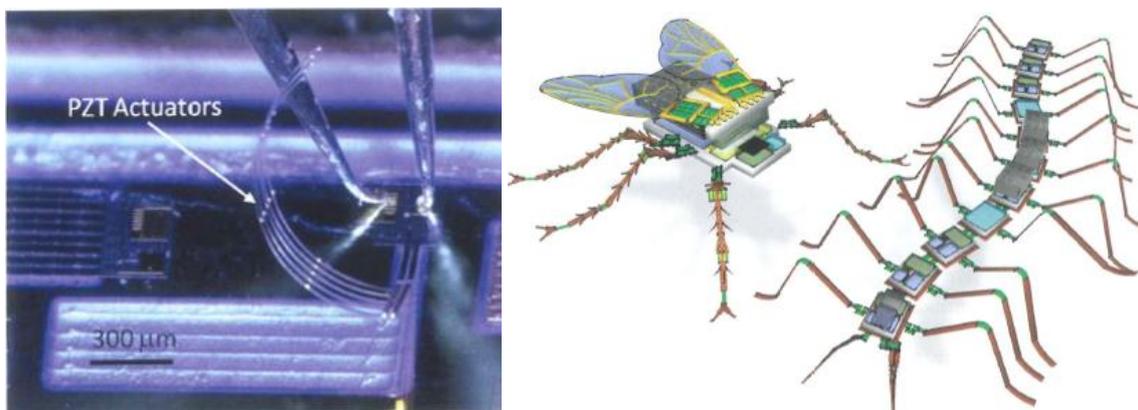


Figure 9: Actionneurs PZT pour des applications robotiques [10].

L'actionnement piézoélectrique et plus particulièrement à base de PZT déposé en couche mince est particulièrement bien adapté pour les têtes d'imprimantes à jet d'encre [14, 93]. En effet, par rapport aux technologies d'actionnement concurrentes (thermique, électrostatique), l'actionneur PZT n'est pas dépendant de l'encre délivrée et peut travailler à hautes températures. La Figure 10 donne un exemple de principe de propulsion des gouttes d'encre à l'aide d'un actionneur PZT couche mince. Par effet bilame, l'actionneur PZT fait défléchir la membrane qui va alors pousser l'encre pour l'éjecter. Un tel système a permis la réalisation d'impressions à haute résolution avec des volumes de gouttes pouvant être contrôlés précisément, de 0.5 à 20 pL, en fonction de l'actionnement [93]. Le PZT couche mince ouvre la voie à de nouvelles imprimantes haute résolution.

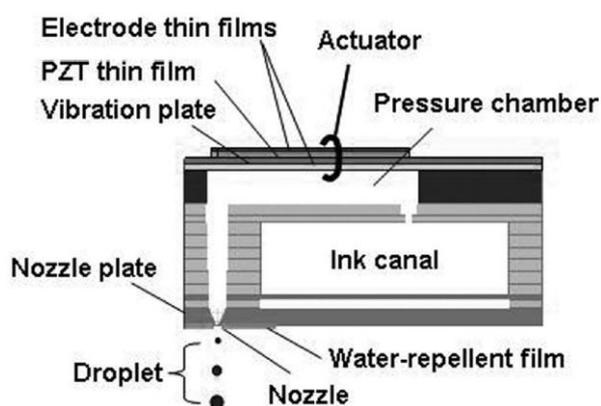


Figure 10: Système de propulsion de goutte à l'aide d'un actionneur à base de PZT couche-mince [93].

Bien d'autres applications sont reportées dans la bibliographie. Sans être exhaustif, nous pouvons lister des actionneurs à base de PZT pour des micro-miroirs [11], des accéléromètres [12], des valves [13], des capteurs infrarouges [82], des micromoteurs [83]... Enfin notons une dernière réalisation à base de PZT, consistant en un actionneur bimorphe fonctionnant dans le plan du substrat (Figure 11) [15]. Les auteurs obtiennent un déplacement dans le plan de 7.5 μm sous 25 V. L'amplitude de déplacement reste limitée, néanmoins l'originalité de ce dispositif à base de PZT fonctionnant dans le plan a retenu notre attention.

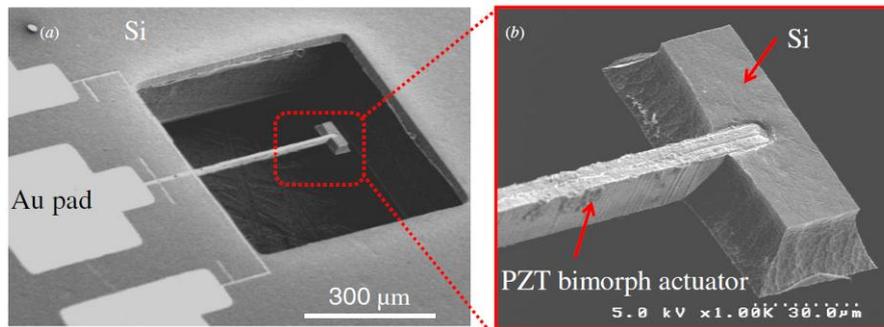


Figure 11: Photographie MEB d'un actionneur bimorphe latéral [14].

Ce rapide état de l'art nous confirme tout le potentiel du PZT qui est la brique de base d'un grand nombre de composants pour de multiples applications. Nous allons désormais présenter, dans la prochaine section, les propriétés et particularités de ce matériau.

### 1.3. Le PZT déposé en couches minces

Le PZT présente la particularité d'être piézoélectrique, mais également ferroélectrique. Nous allons présenter la structure cristalline du PZT et ses propriétés de base. Comme nous allons le voir, ce matériau est complexe. Nous nous focaliserons sur son module d'Young et son coefficient de Poisson. Ces paramètres sont fortement dépendants du procédé de mise en œuvre, il en résulte que leur caractérisation est indispensable afin de préciser ce matériau pour, au final, dimensionner au mieux les MEMS à base de PZT.

#### 1.3.1. Structure cristalline du PZT

Le  $\text{Pb}(\text{Zr}_x, \text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$  présente une structure cristalline de type pérovskite. Ses propriétés et particularités sont détaillées dans [16]. Nous notons en particulier que sa maille cristalline sera différente selon la température de cristallisation et le rapport des concentrations Zr/Ti.

Elle sera **cubique**, comme le schématise la Figure 12, si cette température est supérieure à la température de Curie, qui correspond à la transition entre la phase ferroélectrique et la phase paraélectrique. Dans la **phase paraélectrique**, les mailles cubiques n'ont pas de moment dipolaire permanent. La polarisation rémanente macroscopique est nulle.

Lorsque la température est inférieure à la température de Curie on pourra distinguer plusieurs cas fonction du rapport Zr/Ti :

- Elle sera **quadratique** lorsque  $x < 0.45$ . Dans ce cas, le titane est dominant par rapport au zirconium. La déformation de la maille cubique en quadratique induit un moment dipolaire permanent.
- Elle sera **rhomboédrique** lorsque  $x > 0.45$ , induisant une dominance du zirconium. De nouveau, la déformation de la maille induit un moment dipolaire permanent.

- Il existe également une zone **antiferroélectrique** (AF), caractéristique du  $\text{PbZrO}_3$ , c'est-à-dire en absence de Ti. Chaque maille présente dans ce cas un moment dipolaire de direction opposée à celle de la maille voisine, induisant une polarisation macroscopique nulle et l'absence d'effet piézoélectrique.
- Lorsque  $0.45 < x < 0.5$ , la phase est appelée **morphotropique**. Cette phase est complexe car c'est une région où il y a coexistence des phases quadratique, rhomboédrique et d'une phase monoclinique [79]. Il est accepté que cette dernière phase soit responsable d'une plus grande facilité de polarisation que les autres phases. **Sa présence explique pourquoi les propriétés ferroélectriques et piézoélectriques du PZT se retrouvent exaltées en phase morphotropique. Naturellement, cette phase sera recherchée pour disposer de couches minces de PZT possédant les meilleurs coefficients piézoélectriques.**

Ces différentes phases apparaissent sur le diagramme de phase reporté sur la Figure 13 [18].

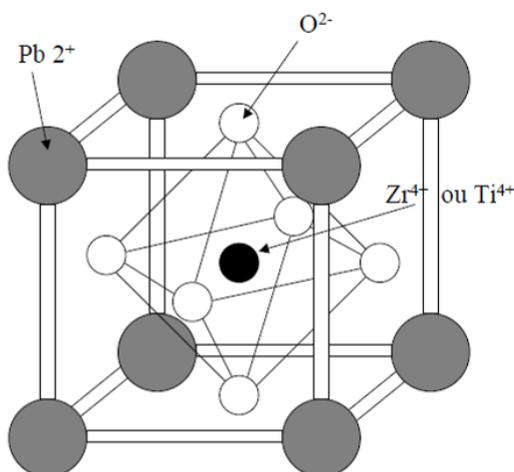


Figure 12: Schématisation de la maille pérovskite cubique du PZT [16].

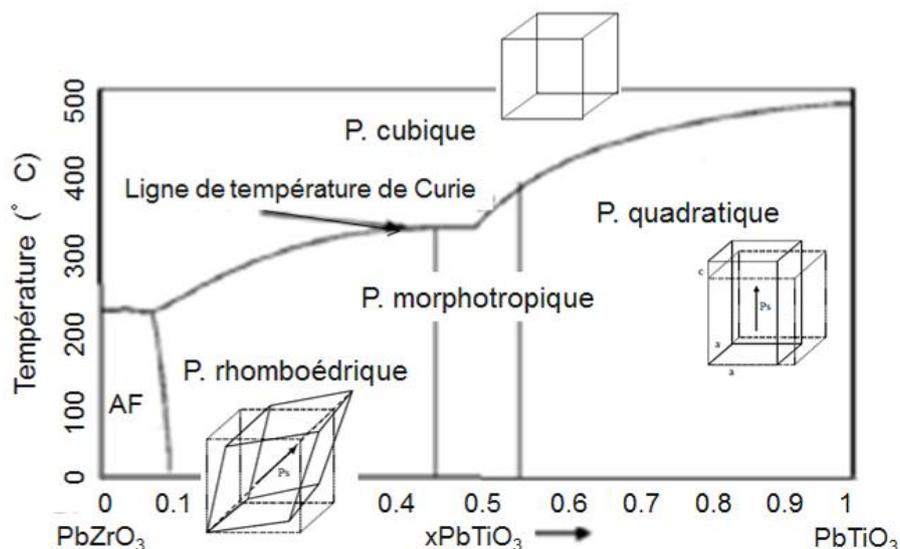


Figure 13: Diagramme de phase du PZT, à partir de [18] et schématisation de la déformation de la maille pérovskite cubique donnant les phases quadratique et rhomboédrique [16].

### 1.3.2. Piézoélectricité, pyroélectricité, ferroélectricité et électrostriction

Les matériaux isolants ou diélectriques, pour lesquels un champ électrique peut prendre naissance à l'intérieur de la matière, peuvent posséder différentes propriétés que nous allons définir sommairement. De plus amples informations peuvent être trouvées dans [16] et [19].

Un cristal est **piézoélectrique** lorsque sa polarisation varie proportionnellement à la contrainte ou à la déformation mécanique qui lui est appliquée et inversement. D'un point de vue microscopique, une action mécanique sur les atomes induit un déplacement de ces derniers qui engendre un moment dipolaire. Le quartz est par exemple un matériau piézoélectrique.

Parmi les matériaux piézoélectriques, certains sont pyroélectriques. La **pyroélectricité** est définie par une polarisation spontanée dans une direction cristalline donnée (l'axe polaire) au sein de chaque maille élémentaire, car le barycentre des charges positives ne coïncide pas avec celui des charges négatives, même lorsqu'aucune contrainte mécanique n'est appliquée. Il en résulte une polarisation électrique même en l'absence de chargement mécanique, comme par exemple dans l'AlN ou le ZnO. La dénomination « *pyro* » vient du fait que l'apparition ou la disparition de charges, aux extrémités du cristal pyroélectrique, est induite par une variation de température.

Certains cristaux pyroélectriques sont **ferroélectriques**. Ils ont la propriété de posséder une polarisation électrique rémanente et stable qui peut être inversée par l'application d'un champ électrique extérieur suffisamment fort : le champ coercitif (correspondant à des tensions de l'ordre de quelques volts par micromètre pour le PZT déposé en couches minces). Le PZT fait partie de ces matériaux dans une certaine gamme de température.

Toutes ces propriétés apparaissent si le cristal ne possède pas de centre de symétrie, au contraire de l'**électrostriction** pour laquelle le cristal est centrosymétrique (Figure 14-a). Dans ce cas, l'application d'une tension va induire l'apparition d'un moment dipolaire puisque les charges vont être attirées par leur opposé, comme le montre la Figure 14-b. A ce moment, la structure perd son centre de symétrie, et un effet piézoélectrique induit peut survenir. Ainsi le matériau va subir une elongation selon l'axe d'application du champ électrique et une contraction dans le sens perpendiculaire (Figure 14-c). Une des particularités de ce phénomène réside dans le fait qu'en inversant le signe de la tension, le même phénomène est observé [16]. La déformation résultante est proportionnelle au carré du module du champ électrique : on dit qu'il s'agit d'un effet du second ordre. C'est en ceci qu'on le distingue de l'effet piézoélectrique, proportionnel au champ électrique, qui est un effet du premier ordre.

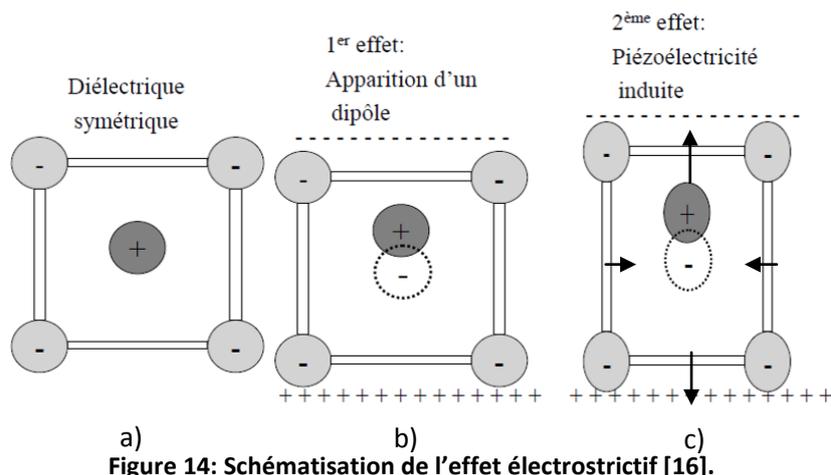


Figure 14: Schématisation de l'effet électrostrictif [16].

Pour obtenir des amplitudes de déformation importantes à l'aide d'un actionneur PZT, il est préférable d'appliquer aux actionneurs de fortes tensions qui engendrent des champs électriques supérieurs au champ coercitif. Ces tensions vont induire une polarisation dans le sens du champ électrique. Or la déformation résultante de l'effet piézoélectrique sera toujours de même signe lorsque le champ électrique et la polarisation seront alignés. Ainsi, son comportement s'apparentera à un comportement électrostrictif. Nous verrons par la suite que ce comportement va directement impacter le fonctionnement et le dimensionnement de nos actionneurs.

La Figure 15-a et la Figure 15-b schématisent les déformations dans le plan, respectivement des matériaux purement piézoélectriques d'une part comme le quartz et ferroélectriques d'autre part comme le PZT, lorsque nous appliquons une tension selon l'épaisseur de ces matériaux (coefficient piézoélectrique  $e_{31}$ ). Nous notons que la courbe de déformation du matériau ferroélectrique présente une forme quadratique, liée au caractère électrostrictif du matériau lorsque le champ appliqué dépasse le champ coercitif. Le basculement de la polarisation ne survenant pas aux mêmes champs électriques en fonction du sens de variation de la tension électrique engendrant ces champs, nous constatons une hystérésis sur la courbe de la Figure 15-b. Nous retrouvons sur cette courbe les tensions  $V_c$  correspondant à la tension coercitive déduite du champ coercitif introduit précédemment.

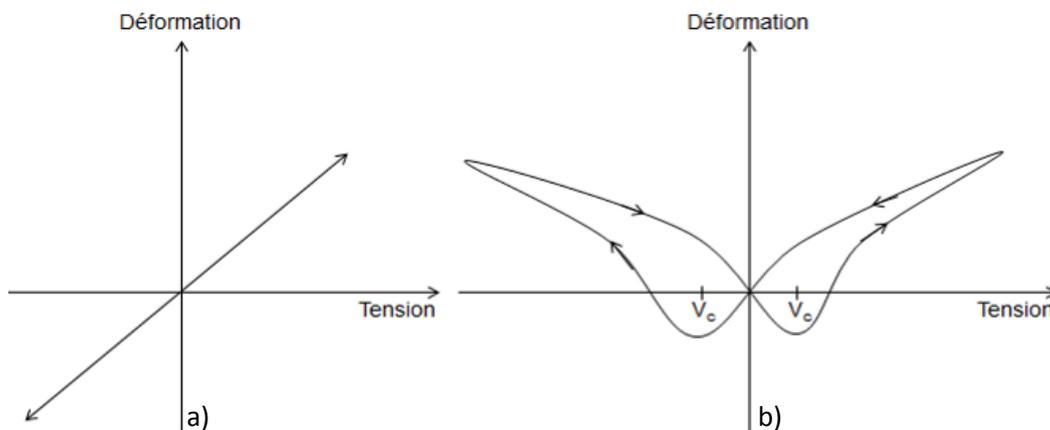


Figure 15: Courbes schématiques de déformation des matériaux piézoélectrique (a) et ferroélectrique (b) en fonction de la tension appliquée au matériau considéré.

### 1.3.3. Equations de la piézoélectricité

Les équations de la piézoélectricité sont décrites dans [16]. Pour notre part, nous ne donnerons que leur notation simplifiée sous forme de matrice, en utilisant une notation réduite [19]. L'Équation 1 et l'Équation 3 décrivent l'effet piézoélectrique indirect, correspondant respectivement à l'apparition d'une déformation ( $S_p$ ) ou d'une contrainte ( $T_p$ ) suite à l'application d'un champ électrique ( $E_k$ ). L'Équation 2 et l'Équation 4 décrivent l'effet piézoélectrique direct traduisant l'apparition de charges électriques ( $D_i$  étant le déplacement électrique) lorsque l'on applique respectivement une contrainte ( $T_q$ ) ou une déformation ( $S_q$ ) au matériau.

$$S_p = s_{pq}^E T_q + d_{kp} E_k \quad \text{Équation 1}$$

$$D_i = d_{iq} T_q + \varepsilon_{ik}^T E_k \quad \text{Équation 2}$$

$$T_p = c_{pq}^E S_q - e_{kp} E_k \quad \text{Équation 3}$$

$$D_i = e_{iq} S_q + \varepsilon_{ik}^S E_k \quad \text{Équation 4}$$

Avec  $s_{pq}^E$  et  $c_{pq}^E$  étant respectivement les coefficients d'élasticité et de raideur élastique à champ constant et  $\varepsilon_{ij}^T$  et  $\varepsilon_{ik}^S$  étant les permittivités diélectriques respectivement à contrainte et à déformation constante.

Nous utilisons les coefficients piézoélectriques,  $e$  ( $[C.m^{-2}]$ ), décrivant la proportionnalité entre la charge et la déformation, ou  $d$  ( $[m.V^{-1}]$ ) décrivant la proportionnalité entre la charge et la contrainte. Le tableau suivant indique la taille des différentes matrices utilisées.

Symbole	Définition	Taille de la matrice
S	Déformation	$6 \times 1$
T	Contrainte $[N.m^{-2}]$	$6 \times 1$
E	Champ électrique $[V.m^{-1}]$	$3 \times 1$
D	Déplacement électrique $[C.m^{-2}]$	$3 \times 1$
s	Matrice d'élasticité $[m^2.N^{-1}]$	$6 \times 6$
c	Matrice de raideur élastique $[N.m^{-2}]$	$6 \times 6$
$\varepsilon$	Permittivité diélectrique $[F.m^{-1}]$	$3 \times 3$
e	Coefficients piézoélectrique $[C.m^{-2}]$	$3 \times 6$
d	Coefficients piézoélectrique $[m.V^{-1}]$	$3 \times 6$

Tableau 1: Matrices utilisées dans les équations de la piézoélectricité.

Notons que nous travaillons sur du PZT déposé en couches minces (épaisseur de la couche de PZT inférieure à 3µm) sur un substrat épais de silicium (épaisseur 725µm). Ainsi les déformations  $S_i$  dans le plan du substrat sont bloquées, pendant que le substrat n'induit aucune contrainte  $T_3$  hors plan. Pour prendre en compte ces effets, nous introduisons le **coefficient effectif**  $e_{31,f}$  qui s'exprime comme suit [19, 20].

$$e_{31,f} = e_{31} - \frac{c_{13}^E}{c_{33}^E} e_{33} \quad \text{Équation 5}$$

Le  $e_{31,f}$  sera une donnée d'entrée importante, à préciser, pour la modélisation d'actionneurs à base de PZT.

### 1.3.4. Module d'Young et coefficient de Poisson

Pour connaître les propriétés mécaniques d'un matériau, une méthode « macroscopique » classique consiste à travailler sur une éprouvette de ce matériau de longueur  $L_0$  et de largeur  $w_0$  (Figure 16). L'application d'une contrainte uniaxiale ( $T$ ) sur cette éprouvette va induire une elongation  $\Delta L = L - L_0$  de l'éprouvette qui nous permet de définir la déformation ( $S$ ) proportionnelle au **module d'Young** recherché,  $E$ . Cette relation contrainte-déformation s'appelle la loi de Hooke qui s'exprime dans le cas des petites déformations comme suit :

$$T = E.S$$

avec  $S = \frac{\Delta L}{L_0}$  Équation 6

Pour sa part, le **coefficient de Poisson** ( $\nu$ ) permet de caractériser la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué :  $\Delta w = w_0 - w$ . Il peut s'exprimer comme suit dans le cas d'un **matériau isotrope** libre de se mouvoir :

$$\nu = \frac{\Delta w / w_0}{\Delta L / L_0} \quad \text{Équation 7}$$

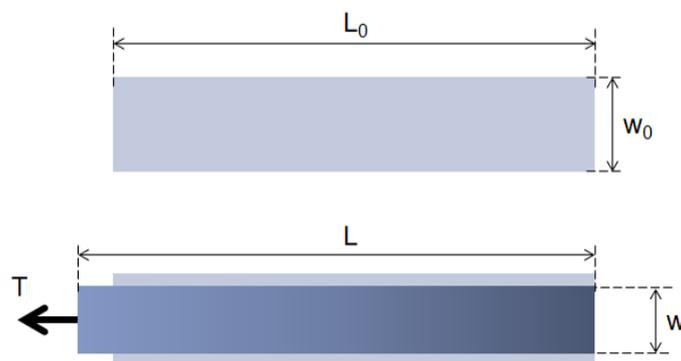


Figure 16: Illustration de l'allongement axial et de la contraction transversale de l'éprouvette soumise à une contrainte uniaxiale.

Il est évident que l'hypothèse d'isotropie simplifie grandement le problème. L'anisotropie se traduit mécaniquement par une dépendance de la réponse élastique en fonction de la direction de sollicitation. Dans ce cas, la loi de Hooke généralisée utilise le tenseur de raideur élastique  $C_{ijkl}$  pour décrire le comportement élastique du matériau. Ce tenseur peut s'écrire sous la forme d'une matrice  $6 \times 6$  du fait des propriétés de symétrie. On voit bien toute la complexité du problème pour caractériser les propriétés élastiques d'un matériau anisotrope. Pour la suite, **nous ferons l'approximation que le PZT couche mince est isotrope. Nous utiliserons le module d'Young et le coefficient de Poisson pour caractériser ses propriétés élastiques**, même si nous sommes conscients des limites de cette approximation, notamment à la vue de l'aspect de la maille du PZT dans sa phase ferroélectrique.

Ces deux paramètres dépendent fortement du procédé de mise en œuvre et notamment du rapport Zr/Ti [21]. En effet, comme le montre le diagramme de phase de la Figure 13, la maille cristalline est différente selon ce rapport, induisant une modification des propriétés du matériau, notamment ses propriétés mécaniques. En ce qui concerne la valeur du module d'Young du PZT, des références bibliographiques font état de valeurs allant de 54 [22] à 170 GPa [23]. Ces valeurs sont publiées sur des PZT déposés en couches minces selon différentes techniques (sol-gel, pulvérisation) et présentant des rapports Zr/Ti différents. Le graphe suivant donne un aperçu de la grande diversité des modules d'Young du PZT couche mince reportés dans la littérature. La moyenne des valeurs publiées donne un module d'Young d'environ 100 GPa. Si nous nous focalisons sur la phase morphotropique, dans laquelle le PZT présentera les meilleures caractéristiques (voir paragraphe 1.3.1), et notamment sur le PZT 52/48, nous notons encore un grand écart de module d'Young. Cet écart peut être expliqué par la variété des méthodes de caractérisation utilisées : la nanoindentation [25], l'étude d'une poutre résonante [27, 21, 22, 30, 31], l'application d'une contrainte uniaxiale [32], la diffraction X [26, 84]...

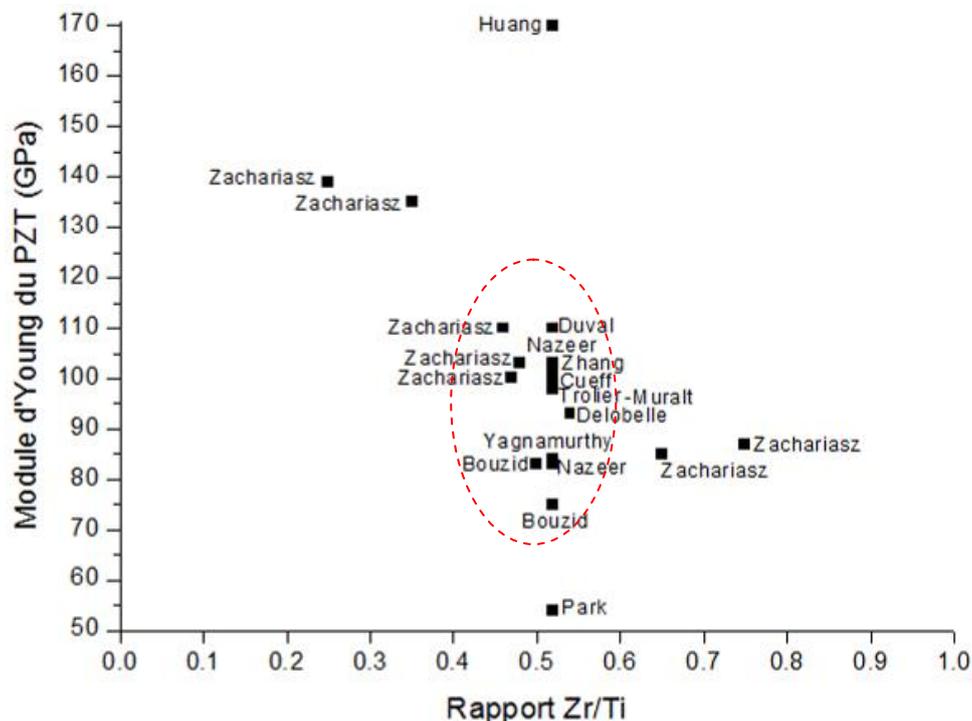


Figure 17: Modules d'Young du PZT couche mince publiés en fonction du rapport Zr/Ti.

Le coefficient de Poisson est quant à lui souvent approximé et rarement mesuré. Il est souvent donné, par défaut, égal à 0.3 [24]. On peut noter la référence [25] qui annonce un coefficient de Poisson de 0.45, mesuré sur un PZT 54/46. Les auteurs utilisent le couplage de la nanoindentation et d'une mesure de la fréquence de résonance d'un cantilever possédant une couche de PZT. D'autres références l'estiment plus proche de 0.3, par exemple [26], calcule un coefficient de Poisson de 0.36 à partir de la mesure des déformations de la maille du PZT (étude des diagrammes de phase en fonction de la température, mesurés par diffraction X).

**Certaines propriétés du PZT commencent à être connues et mesurées avec une précision satisfaisante (densité, constante diélectrique,  $\epsilon_{31,i}$ ) alors que le module d'Young et le coefficient de Poisson restent à être investigués. Une des contributions de cette thèse sera de mesurer précisément ces deux paramètres.**

**Nous allons dans la section suivante présenter l'acoustique picoseconde qui nous semble être la méthode la plus adaptée pour mesurer précisément ces grandeurs.**

### 1.4. L'acoustique picoseconde colorée

De nombreuses méthodes sont décrites dans la bibliographie pour l'extraction du module d'Young et/ou du coefficient de Poisson des films minces. Ce peut être des méthodes utilisant des microstructures suspendues : application d'une contrainte uniaxiale sur une micro-éprouvette [32], étude du pull-in [33], de la déflexion statique [34 à 39], de la résonance [40 à 45], test de gonflement de membrane (*bulge test*) [46 à 49], test de tension (*tensile test*) [50 à 53]). On peut répertorier également, de manière non exhaustive : la nanoindentation [25, 54 à 59], la diffraction X (XRD) [60 à 63], la magnétostriction [45], l'étude du stress thermique [69, 70]...

Dans un milieu élastique, la propagation des ondes acoustiques dépend des constantes d'élasticité du matériau. Il est ainsi possible d'accéder aux modules d'élasticité, dont le module d'Young, à partir de la mesure de la vitesse du son dans le matériau. La technique SAW (*Surface Acoustic Waves*) [64 à 68] et l'acoustique picoseconde font parties de ces méthodes acoustiques. **Nous allons utiliser l'acoustique picoseconde qui, comme nous allons le voir, permet de caractériser de manière non destructive et sans contact, les couches minces de PZT au sein de leur empilement technologique (y compris des couches enterrées).** L'acoustique picoseconde a déjà prouvé son apport pour la métrologie des couches minces, notamment lors du développement des résonateurs BAW (*Bulk Acoustic Waves*) conjointement mené entre le CEA et *STMicroelectronics* [86]. Cette technique est découverte en 1984 par l'équipe de HJ. Maris (*Brown University, USA*) lors de l'étude de couches minces d' $\text{As}_2\text{Te}_3$  à l'aide d'un laser [71]. Ils en viennent à développer une méthode de caractérisation « pompe – sonde » permettant la génération et la détection d'ondes acoustiques à des fréquences allant jusqu'à plusieurs centaines de gigahertz, ainsi que leur suivi temporel. Ces développements aboutirent à un brevet exploité désormais par *Rudolph Technologies* qui commercialise des équipements de métrologie [72]. Ces équipements commerciaux restent malheureusement limités en fréquence et ne sont pas accordables en longueur d'onde. Depuis la naissance de la technique, de nombreux groupes ont développé leur propre banc de mesure, tel que celui de l'équipe d'OB. Wright (*Hokkaido University, Japon*), de B. Perrin qui présente la particularité de posséder une

détection interférométrique (CNRS Paris, France), de A. Devos qui est accordable en longueur d'onde (IEMN/ISEN, Lille, France).

Nous allons présenter dans les paragraphes suivants les principes de base de l'acoustique picoseconde. Nous détaillerons notamment les phénomènes et les modèles que nous utiliserons par la suite pour caractériser le PZT déposé en couches minces.

### 1.4.1. Principe de base de l'acoustique picoseconde

Le principe de l'acoustique picoseconde est basé sur la génération d'ondes acoustiques dans la matière à partir d'impulsions lumineuses ultra-courtes, issues d'un laser impulsif. La durée des impulsions est de l'ordre de la centaine de femtoseconde et leur taux de répétition est de 80 MHz.

Lorsque le laser est pointé sur le matériau à étudier, il va générer des ondes acoustiques longitudinales qui vont se propager dans la matière, orthogonalement au plan du substrat, et vont connaître de multiples réflexions sur les interfaces qu'elles vont rencontrer (Figure 18-a). Il s'agit ensuite de détecter et d'analyser les ondes acoustiques réfléchies, de retour à la surface de l'échantillon. Leur signature sera caractéristique du matériau sondé. La plupart du temps, il s'agira de mesurer le temps de vol de l'onde acoustique dans le matériau. L'acquisition de ce temps nous permettra de définir avec une grande précision l'épaisseur de la couche, sa vitesse acoustique, sa densité ou encore ses propriétés mécaniques, selon les données d'entrée dont nous disposerons.

Pour détecter ces ondes réfléchies, nous ne pouvons pas suivre temporellement les ondes acoustiques du fait de leur rapidité. Nous utilisons alors une détection stroboscopique par le biais d'un montage dit « pompe – sonde » (Figure 18). Pour cela, nous séparons le faisceau laser en un faisceau de pompe générant l'onde acoustique et un faisceau de sonde, retardé temporellement par une ligne à retard, détectant le retour de certaines impulsions acoustiques à la surface de l'échantillon.

Ce retour s'accompagne d'une modification des propriétés optiques du matériau, c'est-à-dire un changement de réflectivité, caractérisé par un écho dans les matériaux non transparents. Pour les matériaux transparents, c'est plutôt un saut de réflectivité, caractéristique d'un mouvement de la surface de l'échantillon, que nous observerons. Dans ces matériaux transparents, des interférences entre les différentes ondes dans la matière pourront donner lieu à des oscillations Brillouin.

Enfin, nous verrons plus loin qu'il est possible de générer également des ondes acoustiques transverses, dans le plan du substrat (Figure 18-b). Le croisement de la mesure des ondes longitudinales et transverses va nous permettre d'extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson.

Nous allons détailler dans les prochains paragraphes les phénomènes de génération et de détection, ainsi que les différents phénomènes que nous utiliserons pour caractériser le PZT (saut, écho, Brillouin).

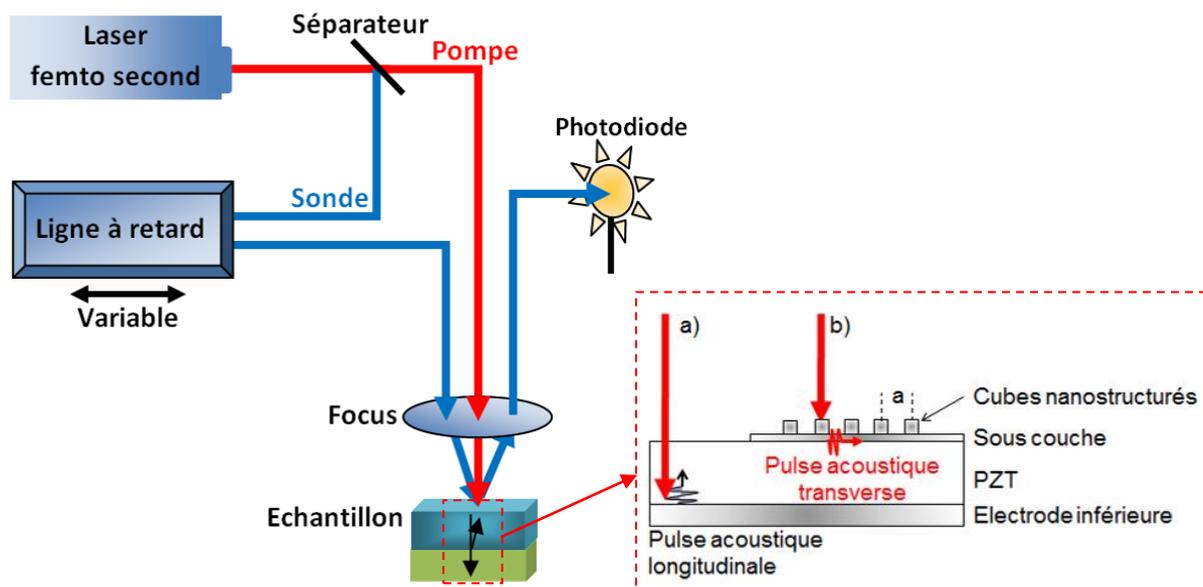


Figure 18: Présentation schématique de la mesure d'acoustique picoseconde.

### 1.4.2. Génération des impulsions acoustiques

Comme indiqué dans le paragraphe précédent, l'acoustique picoseconde est basée sur la génération d'ondes acoustiques dans la matière à partir d'impulsions lumineuses ultra-courtes issues d'un laser femtoseconde. L'onde acoustique va être générée dans la première couche absorbante, c'est-à-dire que nous pouvons générer :

- Une onde depuis la surface de l'échantillon, comme par exemple dans un métal tel que le ruthénium (Figure 22) ou
- Une onde dans une couche enterrée, le laser passant au travers d'une couche transparente telle que le PZT. Dans ce cas, l'onde est générée dans la première couche absorbante en dessous du matériau transparent (Figure 18-a). Ce peut être l'électrode inférieure de platine dans le cas particulier de notre empilement.

Les principaux mécanismes de génération sont détaillés dans [73] et [74]. Dans le cas de notre étude du PZT, **la génération sera effectuée dans des métaux, pour lesquels la génération thermoélastique domine.**

Pour détailler la **génération thermoélastique**, considérons un laser pénétrant un échantillon sur une surface  $S$ . L'énergie volumique à la profondeur  $z$  s'exprime par l'Équation 8. Elle induit une augmentation de température  $\Delta T$  (Équation 9).

$$W(z) = (1-R) \frac{E}{S\zeta} e^{-\frac{z}{\zeta}} \quad \text{Équation 8}$$

$$\Delta T(z) = \frac{W(z)}{C} = (1-R) \frac{E}{S\zeta C} e^{-\frac{z}{\zeta}} \quad \text{Équation 9}$$

R est la réflectivité optique à la surface de l'échantillon induisant la réflexion d'une partie du faisceau laser, E est l'énergie de l'impulsion lumineuse du laser,  $\zeta=1/\alpha$  est la longueur d'absorption et  $\alpha$  le coefficient d'absorption. C est la capacité calorifique volumique du milieu.

Cette augmentation de température induit à son tour un champ de contrainte thermique (Équation 10) fonction du tenseur des contraintes élastiques  $C_{ijkl}$  et du tenseur de dilatation  $\beta_{kl}$ .

$$\sigma_{ij}^{Th} = -\sum_{k,l} C_{ijkl} \beta_{kl} \Delta T(z) \quad \text{Équation 10}$$

Dans cette thèse, nous souhaitons caractériser des films minces présentant des épaisseurs allant de quelques centaines de nanomètres à environ 2  $\mu\text{m}$ . Or, le diamètre du faisceau laser fait plusieurs dizaines de micromètres, typiquement 30  $\mu\text{m}$ . En considérant la couche mince à caractériser comme isotrope, notre problème est unidimensionnel et seule la composante du tenseur des déformations  $S_{33}$  est non nulle. D'où :

$$\sigma_{33}^{Th} = -\sum_{k,l} C_{33kl} \beta_{kl} \Delta T = -3B\beta\Delta T(z) \quad \text{Équation 11}$$

Avec B étant le module de compressibilité.

La contrainte mécanique reliée à la déformation élastique  $S_{33}$  par la loi de Hooke, s'écrit :

$$\sigma_{33}^M = \rho c_L^2 S_{33} \quad \text{Équation 12}$$

$\rho$  étant la masse volumique et  $c_L$  la vitesse acoustique longitudinale.

La contrainte totale sera donc la somme des contraintes thermiques et mécaniques.

$$\sigma_{33} = \sigma_{33}^{Th} + \sigma_{33}^M = \rho c_L^2 S_{33} - 3B\beta\Delta T(z) \quad \text{Équation 13}$$

En utilisant le principe fondamental de la dynamique, en considérant  $u_3$  comme le déplacement longitudinal, on peut écrire l'Équation 14.

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{33}}{\partial z}, \text{ avec } S_{33} = \frac{\partial u_3}{\partial z} \quad \text{Équation 14}$$

A partir de l'Équation 13 et de l'Équation 14, on peut obtenir l'équation de propagation suivante :

$$\rho \frac{\partial^2 S_{33}}{\partial t^2} - \rho c_L^2 \frac{\partial S_{33}}{\partial z} = -3B\beta \frac{\partial^2 \Delta T(z,t)}{\partial z^2} \quad \text{Équation 15}$$

En considérant que l'augmentation de température est instantanée, nous pouvons l'approximer par une fonction échelon (fonction de *Heaviside*, nulle pour  $t < 0$  et égale à 1 pour  $t > 0$ ). Avec l'hypothèse d'isotropie, on résout l'Équation 15 et on obtient [73]:

$$S(z,t) = \frac{3BC_{33}\beta(1-R)E}{CS\zeta^3\alpha^2c_L^2} \left[ e^{-\alpha z} \left( 1 - \frac{1}{2} e^{-\alpha c_L t} - \frac{1}{2} e^{-\alpha|z-c_L t|} \text{sgn}(z-c_L t) \right) \right] \quad \text{Équation 16}$$

Dans cette dernière équation, on constate que lorsque t est grand, deux termes apparaissent :

- Une exponentielle décroissante, pour de faibles  $z$ , donc à la surface de l'échantillon. Ce terme représente la dilatation thermique de la surface.
- Une expression propagative décrivant l'onde acoustique se propageant dans le matériau.

L'impulsion acoustique générée dans les métaux va tendre à compenser la dilatation engendrée par l'élévation de température causée par le laser. Il s'agit donc d'une impulsion négative monopolaire, en compression, schématisée à la Figure 19.

Si la génération est réalisée au travers d'une couche transparente, à l'interface PZT/Pt par exemple, c'est donc une impulsion monopolaire qui va se propager des deux côtés de l'interface. Si par contre la génération est réalisée à la surface libre de l'échantillon, en surface de la couche de ruthénium par exemple, l'impulsion monopolaire initiale se propage aussi bien vers la profondeur que vers la surface. Or, vers la surface, elle rencontre tout de suite l'interface échantillon/air possédant un coefficient de réflexion acoustique  $r_{\text{strain}} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} = -1$  qui va l'inverser ( $Z_i$  étant l'impédance acoustique du milieu  $i$ ). Ainsi, l'impulsion qui va se propager dans l'échantillon est bipolaire : elle comporte une compression en tête de propagation suivie d'une dilatation comme schématisée à la Figure 20 [75].

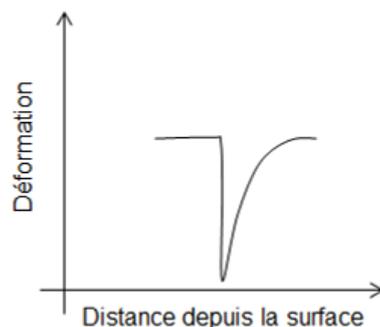


Figure 19: Exemple d'impulsion monopolaire générée dans un métal et se propageant dans le matériau.

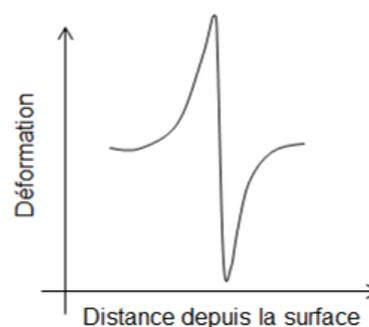


Figure 20 : Exemple d'impulsion bipolaire se propageant dans le matériau.

Outre la génération thermoélastique, d'autres mécanismes de génération peuvent survenir. Par exemple, dans les matériaux semi-conducteurs va s'ajouter la **génération électronique**. Pour cela, il faudra que l'énergie apportée par les photons soit supérieure à l'énergie entre le haut de la bande de valence et le bas de la bande de conduction  $E_g$ . Ce phénomène sera responsable d'une forte absorption de la pompe. La contrainte électronique qui en découle s'exprimera [73]:

$$\sigma_{33}^{El} = \frac{\partial E_g}{\partial S_{33}} n_C \quad \text{Équation 17}$$

Enfin, théoriquement, dans un matériau piézoélectrique l'application du laser va induire une modification de la position des électrons et des trous. Cette modification du champ au sein du matériau va induire une déformation induisant la **contrainte piézoélectrique**, fonction des coefficients piézoélectriques  $e_{ijk}$  et des composantes du champ électrique  $E_i$  (Équation 18). Les

configurations d'obtention d'une contrainte piézoélectrique via l'application d'un laser sont détaillées dans [94].

$$\sigma_{ij}^{Piezo} = -e_{ijk} E_i \quad \text{Équation 18}$$

Dans le cas de l'étude du PZT, seule la génération thermoélastique a joué un rôle pour la génération des ondes acoustiques.

### 1.4.3. Détection optique

#### 1.4.3.1. Généralité

Une impulsion acoustique modifie les propriétés optiques du matériau, notamment sa réflectivité (R). Ainsi, en acoustique picoseconde, nous pouvons utiliser un faisceau optique de sonde afin de détecter les impulsions acoustiques. C'est la **détection photo élastique**. La variation de réflectivité causée par l'onde acoustique est noté  $\Delta R$  (Équation 19, Figure 23). On représente souvent le signal d'acoustique picoseconde comme étant le rapport  $\Delta R/R$  (sans unité).  $\Delta R/R$  est de l'ordre de  $10^{-6}$ .

$$\Delta R(t) = \int_{z=0}^{+\infty} f(z) S(z, t) dz \quad \text{Équation 19}$$

Avec  $S(z,t)$  étant la déformation de la matière au temps  $t$  et à la profondeur  $z$ .  $f(z)$  est la fonction de sensibilité prenant en compte la pénétration de la sonde dans l'échantillon, fonction de l'absorption optique  $k$  et des coefficients photo élastiques du matériau considéré.  $f(z)$  est donnée notamment dans [73]. On notera que dans cette technique on ne détecte pas le déplacement de surface comme dans d'autres techniques d'ultrasons laser, mais on intègre la déformation dans une certaine profondeur du matériau.

Il nous faut distinguer les deux cas que nous avons évoqués dans le paragraphe 1.4.2, à savoir un milieu absorbant (tel un métal comme une électrode supérieure de ruthénium) et un milieu transparent (comme le PZT). C'est l'objet des paragraphes suivants.

#### 1.4.3.2. Détection dans les milieux absorbants : les échos

Dans les milieux absorbants, par définition, l'absorption  $k$  sera forte et ainsi la pénétration du faisceau de pompe sera faible. La génération thermoélastique aura lieu à la surface de l'échantillon. Comme on l'a expliqué, l'impulsion acoustique générée sera bipolaire. L'onde acoustique longitudinale se propagera normalement au plan du substrat, c'est-à-dire dans la même direction que le faisceau qui l'a créée, jusqu'à rencontrer une interface, comme par exemple l'interface Ru/PZT (Figure 22). A cette interface, l'onde sera partiellement transmise et partiellement réfléchi pour retourner à la surface de l'échantillon. De retour à la surface, l'impulsion va rencontrer une interface air/solide possédant un coefficient de réflexion acoustique  $r_{\text{strain}} = -1$  qui va l'inverser. L'arrivée en surface, puis l'inversion et le nouveau départ de l'impulsion, sont détectés optiquement par la sonde sous la forme d'un **écho** symétrique. La Figure 21 donne un exemple de l'aspect général d'un écho. La génération et la détection étant réalisées en surface, le temps de parcours de l'écho

dans la couche mince correspondra au temps nécessaire pour parcourir un aller-retour dans la couche.

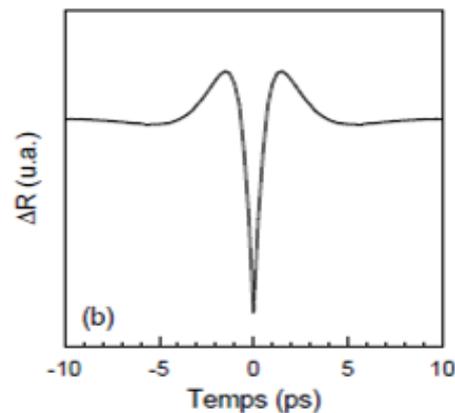


Figure 21: Aspect d'un écho causé par une impulsion acoustique à la surface d'une couche d'aluminium [74].

La Figure 24 donne un exemple de signal généré à la surface d'une couche de ruthénium de 100 nm d'épaisseur (déposée sur silicium). Le pic électronique, correspondant à l'absorption de la lumière laser par les électrons du matériau puis à leur retour à l'équilibre, nous sert de référence. Nous remarquons l'écho caractéristique du retour de l'onde acoustique à la surface du ruthénium, 33 ps après la génération. Nous connaissons la vitesse acoustique dans le ruthénium,  $c_{L,Ru} = 6\text{nm/ps}$ , et ainsi nous pouvons calculer la distance parcourue par l'impulsion acoustique :  $d = 200\text{ nm}$  ( $c_L = d/t$ ). Ce calcul confirme la **génération et la détection en surface dans ce cas**.

Notons que sur la Figure 24 nous apercevons les échos multiples dans le ruthénium. En effet, nous retrouvons tous les 33 ps un écho, du fait des réflexions multiples dans la couche mince.

De plus, comme représenté à la Figure 22, l'onde va être partiellement transmise à l'interface Ru/PZT et va donc se propager dans le PZT avant de revenir à la surface et être potentiellement détectée. L'analyse de cet écho peut nous permettre de déterminer le temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT, donc d'en déduire la vitesse acoustique longitudinale si on connaît l'épaisseur de la couche mince de PZT. On verra plus loin qu'il n'en est rien, l'impulsion acoustique étant trop atténuée pour revenir en surface.

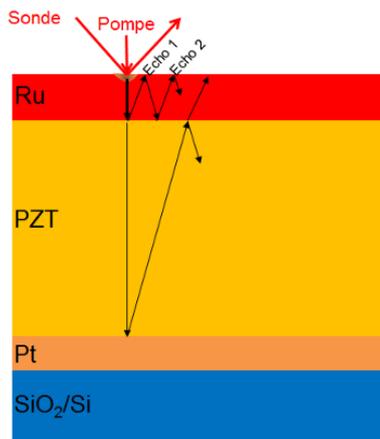


Figure 22: Schématisation du trajet d'une impulsion acoustique dans une couche mince absorbante tel que le ruthénium – Mise en évidence des échos.

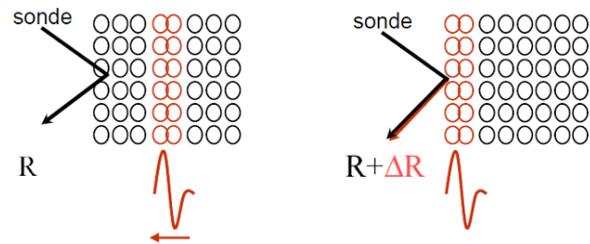


Figure 23: Détection dans les matériaux absorbants – Mise en évidence du changement de réflectivité du au retour de l'impulsion acoustique en surface.

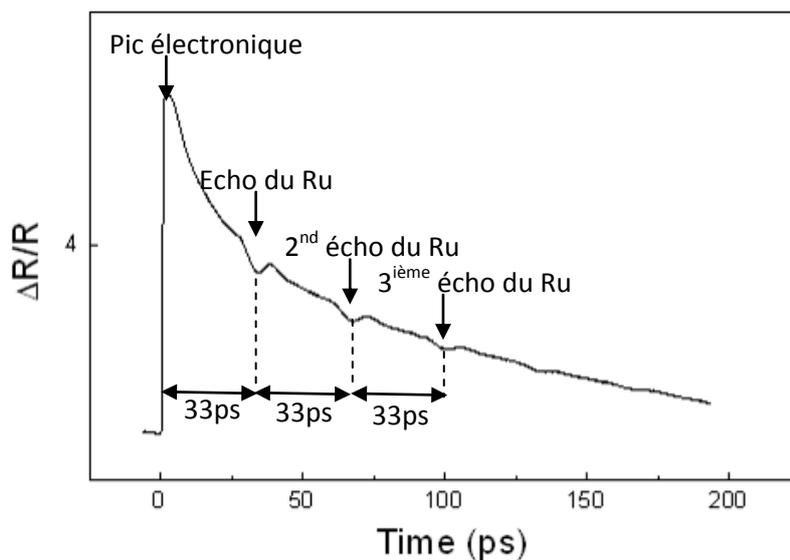


Figure 24: Exemple de signal d'acoustique picoseconde après génération et détection dans un milieu absorbant tel que le ruthénium (échantillon Ru/Si – pompe et sonde rouge à 800nm).

#### 1.4.3.3. Détection dans les milieux transparents : les sauts de réflectivité et les oscillations Brillouin

Dans les milieux transparents, l'absorption  $k$  sera très faible et le faisceau de pompe pénétrera profondément dans la couche et pourra même la traverser entièrement. La génération thermoélastique aura lieu à l'interface inférieure de la couche transparente, typiquement à l'interface PZT/Pt, comme le schématise la Figure 25. Cette fois, l'impulsion générée sera monopolaire, c'est-à-dire purement en compression afin de compenser la dilatation instantanée à  $t = 0$ . Cette impulsion acoustique se propagera dans le PZT en direction de la surface de l'échantillon.

En arrivant à la surface, elle va se réfléchir et changer le signe de son déplacement en provoquant un changement d'épaisseur global de la couche (impulsion en compression responsable localement d'une faible baisse de l'épaisseur de la couche et en tension d'une faible augmentation d'épaisseur) [75]. Ce changement d'épaisseur sera détecté par la sonde en provoquant **un saut de réflectivité**. Le modèle analytique décrivant les sauts de réflectivité est notamment donné dans [75]. Sur la Figure 26, on note que ce saut intervient autour de 207 ps. Pour un PZT orienté (111), d'épaisseur 1  $\mu\text{m}$ , tel que celui considéré dans ce cas d'étude, nous verrons au chapitre suivant que la vitesse acoustique peut être approximée :  $c_{L,\text{PZT}(111)} = 4.9 \text{ nm/ps}$ . Le temps mesuré correspond ainsi au temps nécessaire à l'impulsion acoustique pour parcourir l'épaisseur  $d = 1 \mu\text{m}$  de l'échantillon (et non pas un aller – retour). Nous mettons donc en évidence que, dans le cas d'un matériau transparent tel que le PZT, l'impulsion est **générée à l'interface inférieure de la couche et est détectée en surface sous la forme d'un saut du signal de réflectivité**.

D'autre part, une impulsion acoustique générée à l'interface PZT/Pt se propagera en même temps dans le platine et sera partiellement réfléchi sur l'interface inférieure pour revenir dans le PZT, puis en surface de l'échantillon. Là, elle provoquera un second saut de réflectivité de signe opposé, comme le met en évidence le signal de la Figure 26. Nous mesurons un temps  $t = 50 \text{ ps}$  entre les deux sauts de réflectivité. Connaissant la vitesse acoustique dans le platine ( $c_{L,\text{Pt}} = 3.69 \text{ nm/ps}$ ), nous retrouvons l'épaisseur  $2d = 184 \text{ nm}$ , donc  $d = 92 \text{ nm}$  de notre électrode inférieure de platine (épaisseur cible 100 nm).

Le faisceau de sonde peut également pénétrer profondément dans la matière. Il pourra être réfléchi par l'impulsion acoustique elle-même, qui peut ainsi être suivie dans toute l'épaisseur de la couche étudiée (Figure 25-b). En effet, cette impulsion acoustique peut être considérée comme une fine couche de matériau se déplaçant dans la matière et présentant un indice différent de celui du milieu [73]. Cette réflexion va interférer avec la réflexion partielle de la sonde à la surface de l'échantillon. La différence de phase entre ces faisceaux dépend de la distance entre l'impulsion et la surface de l'échantillon. Ainsi ce phénomène se caractérise par une sinusoïde appelée **oscillation Brillouin**, que l'on peut voir sur la Figure 26. La période  $T$  du Brillouin sera fonction des propriétés du matériau comme le montre l'Équation 20 [74] et sa mesure peut nous permettre d'extraire la vitesse acoustique longitudinale du PZT,  $c_L$ , indépendamment de l'épaisseur de la couche.

$$T = \frac{\lambda}{2nc_L \cos \theta} \quad \text{Équation 20}$$

Avec  $\lambda$  étant la longueur d'onde du laser,  $n$  l'indice optique de la couche étudiée et  $\theta$  l'angle d'incidence du laser dans l'échantillon d'indice  $n$  (avec  $n \cdot \sin \theta = n_i \cdot \sin \theta_i$ ,  $\theta_i = 5^\circ$  classiquement, étant l'angle d'incidence en surface d'échantillon).

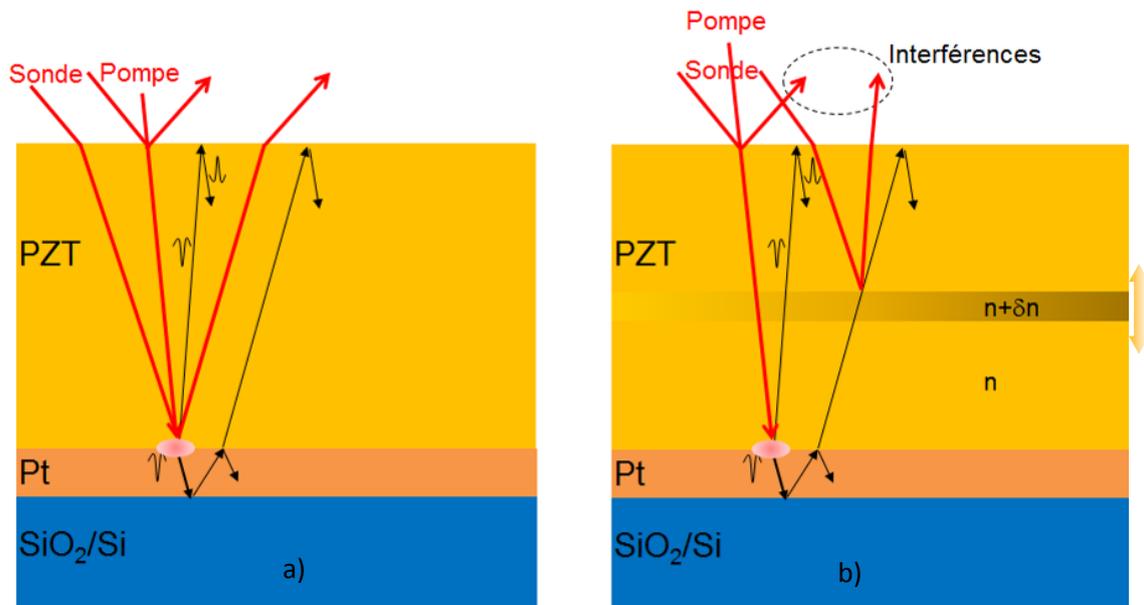


Figure 25: Schématisation du trajet de l'impulsion acoustique dans une couche transparente telle que le PZT – Mise en évidence du saut de réflectivité (a) et des oscillations Brillouin (b).

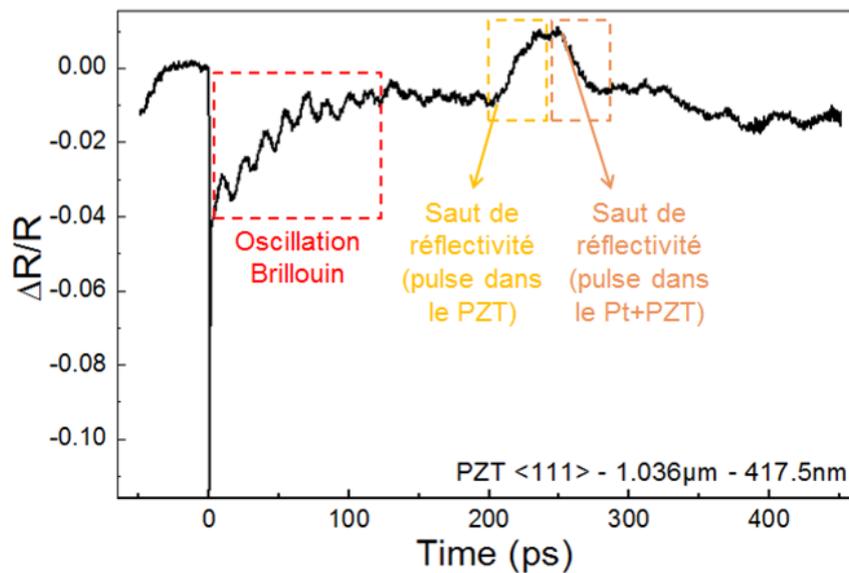


Figure 26: Exemple de signal d'acoustique picoseconde dans un milieu transparent tel que le PZT (épaisseur 1µm) – Mise en évidence des sauts de réflectivité et de l'oscillation Brillouin (mesure sur un échantillon de PZT/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si pompe rouge à  $\lambda=835\text{nm}$  et sonde bleue à  $\lambda=417.5\text{nm}$ ).

### 1.4.3.4. Synthèse pour la caractérisation de la vitesse acoustique longitudinale du PZT

Dans ces derniers paragraphes, nous avons montré que nous pouvons caractériser le PZT de différentes façons :

- Avec une génération enterrée, nous calculerons la vitesse acoustique à partir de l'étude des oscillations Brillouin ou en mesurant le temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT à l'aide de l'étude des sauts de réflectivité.
- Avec une génération en surface, nous calculerons la vitesse acoustique en mesurant le temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT à partir de l'étude des échos.

Néanmoins, le PZT est un matériau très absorbant dans lequel le signal va s'atténuer. La génération en surface implique un aller - retour de l'impulsion acoustique dans le PZT. Ainsi, il est très difficile en pratique de mesurer les échos du PZT dans le système Ru/PZT, en particulier car le ruthénium génère des impulsions à hautes fréquences. Notons que l'étude des échos reste possible notamment comme on le verra plus loin (paragraphe 2.5) sur le système or/PZT, l'impulsion générée dans l'or étant à beaucoup plus basses fréquences.

A partir des phénomènes présentés dans ces derniers paragraphes, écho, saut de réflectivité et oscillation Brillouin, nous pouvons étudier les matériaux et empilements de matériaux. Selon les données d'entrée qui seront en notre possession, nous pourrions mesurer précisément les épaisseurs, les indices optiques ou les vitesses acoustiques. **Dans le cas de notre étude du PZT, nous privilégierons dans un premier temps l'étude des sauts de réflectivité et des oscillations Brillouin, et donc une génération enterrée, pour mesurer la vitesse acoustique de ce matériau.**

### 1.4.4. Accordabilité en longueur d'onde

Une des grandes originalités du montage d'acoustique picoseconde de l'IEMN/ISEN est la possibilité de travailler à diverses longueurs d'onde allant de 350 à 520 nm et de 690 à 1040 nm.

Ce paramètre est un levier important afin de limiter le nombre de données d'entrée nécessaires ou pour verrouiller les résultats obtenus. Il suffit de regarder l'Équation 20 pour voir, en particulier, que la période Brillouin est fonction de la longueur d'onde. Ainsi, réaliser des mesures à différentes longueurs d'onde nous permettra de définir avec plus de précision la vitesse acoustique.

Mais l'intérêt de l'accordabilité en longueur d'onde ne s'arrête pas là. Les coefficients photo élastiques des matériaux sont eux même dépendants de la longueur d'onde [74]. L'indice optique varie également en longueur d'onde. Ainsi, une longueur d'onde particulière pourra être privilégiée en fonction du matériau considéré afin d'optimiser la variation de réflectivité (fonction de sensibilité) et de favoriser l'apparition des oscillations Brillouin [76] ou de mieux identifier les échos (Figure 28).

Les sauts de réflectivité sont également très sensibles à la longueur d'onde. Comme on peut notamment le voir dans [75], l'amplitude des sauts est fortement modulée par la longueur d'onde, allant même jusqu'à l'inversion du signe du saut. Ce phénomène est de première importance vu qu'il nous servira souvent pour déterminer avec plus de précision le temps  $t$  relatif au début du saut et

ainsi nous permettra de calculer avec une grande précision la vitesse acoustique. La Figure 27 reprend la mesure précédente de la Figure 26 et met en évidence l'inversion de l'amplitude du saut de réflectivité, dans ce cas, entre  $\lambda = 417.5 \text{ nm}$  et  $\lambda = 427.5 \text{ nm}$ .

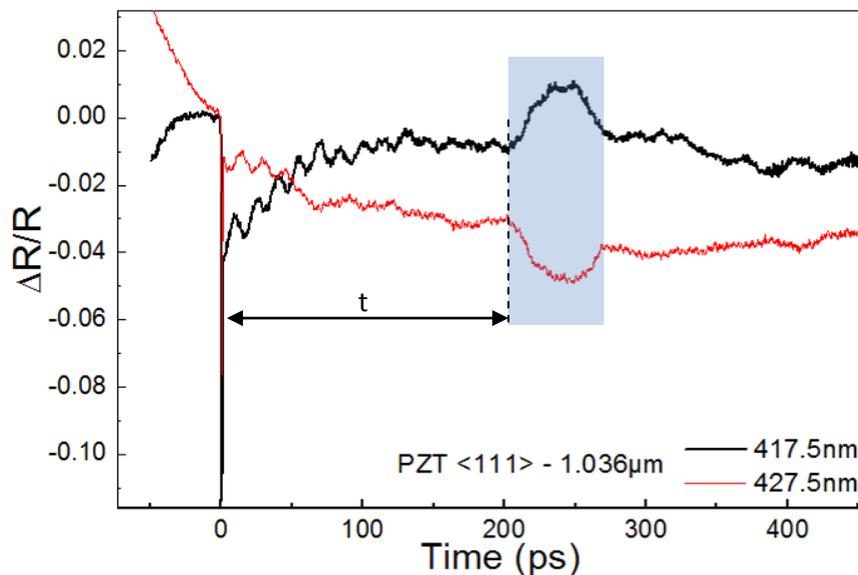


Figure 27: Exemple de signal d'acoustique picoseconde dans un milieu transparent tel que le PZT (épaisseur  $1\mu\text{m}$ ) – Mise en évidence de l'effet de longueur d'onde avec l'inversion du saut de réflectivité entre  $\lambda=417.5\text{nm}$  et  $\lambda=427.5\text{nm}$  (mesure sur un échantillon de PZT/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si pompe rouge et sonde bleue).

L'accordabilité en longueur d'onde permet d'aller encore plus loin : il s'agit de l'**acoustique picoseconde colorée**. En effet, nous pouvons jouer sur la longueur d'onde pour sonder la matière avec une pompe et une sonde rouge ( $\lambda \approx 620$  à  $800 \text{ nm}$ ) et/ou bleue ( $\lambda \approx 380$  à  $490 \text{ nm}$ ). La Figure 28 donne un exemple probant de l'intérêt de la couleur, tiré de [86]. En effet, ces deux mesures sur le même échantillon (Al/SiO<sub>2</sub>/Si) ne diffèrent que de la couleur de sonde (une rouge à  $\lambda = 804 \text{ nm}$  et l'autre bleue à  $\lambda = 402 \text{ nm}$ ) et amènent à des signaux radicalement différents. Toutes deux permettent de détecter l'écho correspondant à l'aller – retour de l'impulsion acoustique dans le SiO<sub>2</sub>, néanmoins, le signal en pompe rouge – sonde bleue est beaucoup plus riche. On peut notamment voir les oscillations Brillouin dans le SiO<sub>2</sub> (basse fréquence) et dans le silicium (haute fréquence).

En pratique, on utilise un cristal non-linéaire, comme par exemple le béta-borate de baryum ( $\beta \text{BaB}_2\text{O}_4$  ou BBO) comme **doubleur de fréquence**. Le passage du faisceau de sonde dans ce cristal va générer une seconde harmonique qui va nous permettre d'obtenir un faisceau bleu présentant une longueur d'onde doublée à partir d'un faisceau rouge [74].

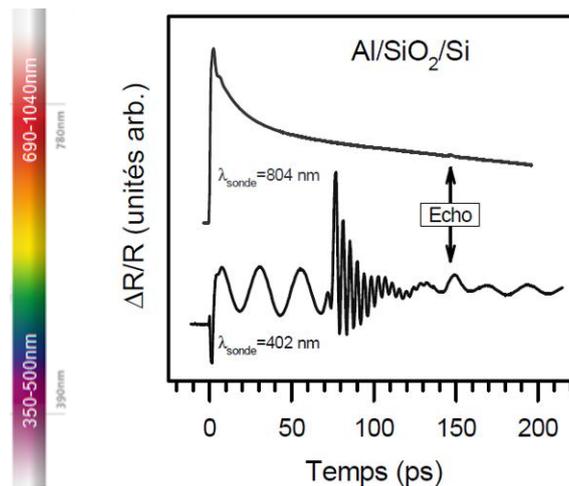


Figure 28: Mise en évidence de l'intérêt de la couleur sur un échantillon Al/SiO<sub>2</sub>/Si – Deux mesures avec la même pompe rouge mais avec une sonde rouge (804nm) dans le premier cas et bleue dans le second (402nm) [86].

#### 1.4.5. Génération d'ondes transverses par un réseau de plots

Une des limites de l'acoustique picoseconde réside dans le fait que l'on ne peut générer classiquement que des ondes acoustiques longitudinales. C'est ainsi que nous n'avons évoqué que la **vitesse acoustique longitudinale** dans la section précédente. Or notre objectif est de mesurer le module d'Young et le coefficient de Poisson des films minces. Pour cela, il est nécessaire d'avoir accès également à la **vitesse acoustique transverse**. Pour ce faire, nous utiliserons un réseau carré, périodique de plots métalliques nanostructurés à la surface de l'échantillon comme détaillé dans [73], [74], [95] et [96]. Cette astuce nous permet de nous affranchir de la limitation de l'acoustique picoseconde. En effet, lorsque le laser est pointé sur ces plots, il provoque une élévation de la température qui induit une contrainte thermique présentant la même périodicité que le réseau illuminé. Nous générons ainsi deux types de modes de vibration (Figure 29):

- Des modes individuels : ce sont les modes propres de vibration du cube, fonction de la nature et des dimensions du cube.
- Des modes collectifs : ce sont des modes issus **des ondes de surface** générées par la périodicité des contraintes thermiques, fonction du pas du réseau de plots.

Nous allons détailler ces deux types de mode de vibration ainsi que les modèles associés dans les paragraphes suivants.

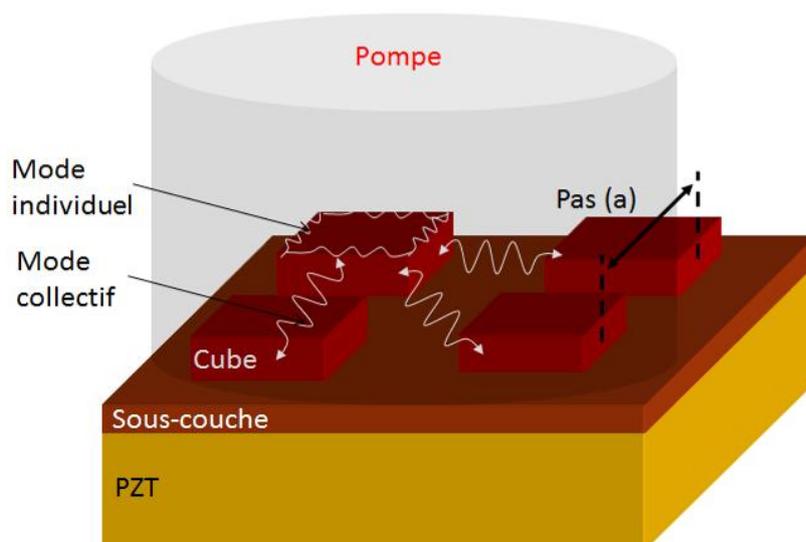


Figure 29: Schéma illustrant la génération des modes individuels et collectif du fait de l'illumination du réseau de plots nanostructure par le faisceau de pompe.

#### 1.4.5.1. Les modes individuels

Le problème consistant à déterminer les fréquences et modes de vibration d'un cube, ou plus généralement d'un parallélépipède droit, ne peut pas être entièrement résolu. Uniquement certains modes peuvent être décrits. Pour les autres, il faut passer par une résolution numérique. Il est possible, par exemple, d'utiliser la méthode de Rayleigh-Ritz pour les approximer [80]. Les modes peuvent être de dilatation (D), flexion (F), torsion (T), cisaillement (S). Ils peuvent être symétriques (indice s), antisymétrique (indice a) ou double (indice d). Le Tableau 2, tiré de [80], donne un aperçu par calcul numérique du mode de vibration de plus basses fréquences pour quelques groupes de vibration.

Pour notre part, nous utiliserons un logiciel commercial de calcul par éléments finis (FEM), *CoventorWare*®, pour étudier les modes de vibration des plots que nous utiliserons dans le but de caractériser les couches minces de PZT (Chapitre 2).

Mode	$T_{d1}$	$T_{s1}$	$D_{d1}$	$D_{a1}$	$D_{d2}$	$D_{s1}$
Représentation						

Tableau 2: Représentation des modes de vibration de plus basse fréquence pour quelques groupes de vibration [80].

1.4.5.2. Les modes collectifs : les ondes de Rayleigh

Les ondes de Rayleigh sont des ondes de surface découvertes par Lord Rayleigh en 1885. Elles se propagent à la surface de tout milieu isotrope semi-infini [77]. Lorsque le laser est pointé sur le réseau périodique de plots métalliques, une contrainte thermique va être générée à cause de l'élévation de température du métal. La cartographie des contraintes présentera la même périodicité dans le plan du substrat que celle du réseau de plots. Nous allons dans ce cas générer un mode collectif, caractérisé par des ondes de Rayleigh, se propageant avec différents vecteurs d'onde  $\vec{k}$  allant dans toutes les directions dans le plan du réseau de plots. Ces directions seront nommées (i, j), i étant le nombre de plots selon l'axe horizontal et j le nombre de plot selon l'axe vertical, dans un repère où l'origine est un des plots illuminés comme le schématise la Figure 30.

Comme il est mis en évidence dans [73], ces différents vecteurs d'onde auront leur norme ( $\|\vec{k}_{i,j}\| = k$ ) fonction des coordonnées i, j et du pas du réseau (a) (Équation 21).

$$\|\vec{k}_{i,j}\| = \frac{2\pi}{a} \sqrt{i^2 + j^2} \tag{Équation 21}$$

Les fréquences de ces modes collectifs seront déterminées en fonction de la vitesse du mode collectif c(a) et de la norme des vecteurs d'onde par la relation de dispersion suivante :

$$f(k) = \frac{1}{2\pi} c(a)k \tag{Équation 22}$$

D'où

$$f_{i,j} = \frac{1}{a} c(a) \sqrt{i^2 + j^2} \tag{Équation 23}$$

Il est important de noter, à la vue de l'équation précédente, que les fréquences des différents vecteurs d'onde vont présenter des rapports remarquables entre elles  $\xi_{i,j} = \sqrt{i^2 + j^2}$ , valant 1,  $\sqrt{2}$ , 2,  $\sqrt{5}$  ...

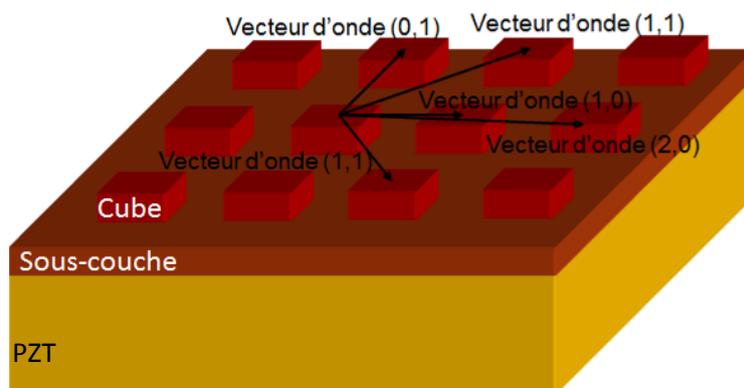


Figure 30: Schématisation des ondes de surface générées avec un réseau de plots métalliques.

Pour exprimer analytiquement ces fréquences, il est fait l'hypothèse que la fréquence du mode collectif de plus basse fréquence, le mode (1,0) (ou (0,1)), est celle d'un oscillateur harmonique de raideur  $K$  [73]. Sa masse ( $M$ ) correspond à celle de la portion de sous couche et des plots concernés. La fréquence  $f_{1,0}$  de ce mode peut s'exprimer comme suit :

$$f_{1,0} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{M}} \quad \text{Équation 24}$$

Si les cubes et la sous-couche sont constitués par le même matériau, ils présentent la même masse volumique ( $\rho$ ). Ainsi nous pouvons écrire  $M$  en fonction du pas du réseau de plot ( $a$ ), le volume du plot  $V$  ( $V=d^2h_c$ ,  $h_c$  étant l'épaisseur du plot et  $d$  son coté) et l'épaisseur de la sous-couche ( $h$ ).

$$M = \rho V = \rho(a^2h + d^2h_c) \quad \text{Équation 25}$$

D'où,

$$f_{1,0} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\rho}} \frac{1}{\sqrt{a^2h + d^2h_c}} \quad \text{Équation 26}$$

En couplant l'Équation 23 et l'Équation 26, nous pouvons déduire la vitesse du mode correspondant au réseau de pas  $a$  :

$$c(a) = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\rho}} \sqrt{\frac{a^2}{a^2h + d^2h_c}} \quad \text{Équation 27}$$

Lorsque  $a$  tend vers l'infini, la vitesse  $c(a)$  tend vers une vitesse théorique  $c_0$  qui correspondrait à la vitesse du système étudié sans plot. Il ne reste alors que le système sous-couche/PZT dans l'exemple illustré en Figure 29 et Figure 30. De ce fait, nous pouvons réécrire l'équation précédente qui devient :

$$c(a) = c_0 \sqrt{\frac{a^2h}{a^2h + d^2h_c}} \quad \text{Équation 28}$$

Nous pouvons finalement réécrire l'Équation 23 qui exprime les fréquences des différents vecteurs d'onde du mode excité par un réseau périodique carré de plots métalliques, à savoir :

$$f_{i,j}(a) = c_0 \sqrt{\frac{a^2h}{a^2h + d^2h_c}} \frac{\sqrt{i^2 + j^2}}{a} \quad \text{Équation 29}$$

Cette équation nous permet de modéliser les différentes branches correspondantes aux fréquences des différents vecteurs d'onde du mode considéré. Si nous traçons le graphe  $f_{i,j} = f(1/a)$ , nous n'avons qu'un seul paramètre d'ajustement :  $c_0$ , qui correspond à la pente à l'origine de la première branche, donc du mode de plus basse fréquence. Concrètement,  **$c_0$  est la vitesse d'une onde de surface se propageant entre les plots infiniment espacés**. L'évolution de cette vitesse en fonction de l'épaisseur de sous-couche ( $h$ ) peut être modélisée, comme le montre l'équation suivante, par une exponentielle bornée par :

- La vitesse de Rayleigh de la sous-couche ( $c_R^{souscouche}$ ) lorsque h est grand,
- La vitesse de Rayleigh de la couche étudiée ( $c_R^{coucheétudiée}$ ), comme par exemple celle du PZT, lorsque h tend vers 0.

$$c(h) = \left( c_R^{coucheétudiée} - c_R^{souscouche} \right) e^{-\frac{h}{\delta}} + c_R^{souscouche} \quad \text{Équation 30}$$

$\delta$  est un facteur correctif qui rend compte de la pénétration et de la décroissance de l'onde de surface sur une profondeur  $\delta$  dans les couches considérées [74].

### 1.4.5.3. Vitesse acoustique des ondes transverses

Les ondes transverses, appelées également ondes de cisaillement, sont caractérisées par un déplacement des particules perpendiculairement à la direction de propagation de l'onde. L'onde de Rayleigh, qui est une onde acoustique guidée par la surface libre d'un milieu isotrope semi-infini, est une onde essentiellement transverse. Néanmoins, elle est également constituée d'une composante longitudinale en plus de sa composante transverse [77]. Il est donc naturel de trouver une relation reliant ces trois ondes, qui nous permet d'extraire la vitesse acoustique de l'onde transverse ( $c_t$ ). Il s'agit de l'approximation de Viktorov, reportée à l'Équation 31, qui nous fournit une approximation du rapport  $c_R/c_t$  dans le cas des matériaux isotropes [77].

$$\frac{c_R}{c_t} = \frac{0.718 - \frac{c_t^2}{c_L^2}}{0.75 - \frac{c_t^2}{c_L^2}} \quad \text{Équation 31}$$

### 1.4.6. Extraction du module d'Young et du coefficient de Poisson à partir des mesures d'acoustique picoseconde

Nous avons vu dans les sections précédentes que nous pouvons mesurer par acoustique picoseconde les vitesses acoustiques des ondes longitudinales et de Rayleigh. A l'aide de l'approximation de Viktorov, nous pouvons calculer la vitesse acoustique de l'onde transverse. Nous allons présenter désormais, comment extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson de la couche mince étudiée à partir de ces vitesses acoustiques. Comme décrit dans [78], à partir de l'équation de mouvement dans un milieu élastique isotrope, nous pouvons extraire  $c_L$  et  $c_t$  en fonction des propriétés mécaniques du milieu : le module d'Young (E), le coefficient de Poisson ( $\nu$ ) et la densité ( $\rho$ ).

$$c_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad \text{Équation 32}$$

$$c_t = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} \quad \text{Équation 33}$$

#### 1.4.6.1. Extraction du module d'Young à partir de la vitesse acoustique longitudinale

La vitesse acoustique longitudinale est relativement « facile » à mesurer par acoustique picoseconde, en comparaison de la vitesse acoustique transverse qui requiert la nanostructuration d'un réseau de plots afin d'exciter des ondes de surface.

Dans un premier temps, le module d'Young peut être extrait à partir de la vitesse acoustique longitudinale en faisant l'hypothèse du coefficient de Poisson. Dans ce cas, la masse volumique ( $\rho$ ) doit être connue, et on utilisera l'Équation 34 issue de l'Équation 32.

$$E = \rho c_L^2 \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} \quad \text{Équation 34}$$

#### 1.4.6.2. Extraction du module d'Young et du coefficient de Poisson

Pour réaliser la caractérisation mécanique « complète » des couches minces par acoustique picoseconde, il faut mesurer  $c_L$  et  $c_t$ . A partir de l'Équation 32 et de l'Équation 33, on peut accéder au système d'Équation 35, à l'aide duquel on pourra calculer  $E$  et  $\nu$ , sans avoir à faire l'hypothèse de l'un ou l'autre.

$$\begin{cases} \nu = \frac{c_L^2 - 2c_t^2}{2(c_L^2 - c_t^2)} \\ E = 2c_t^2 \rho \left( 1 + \frac{c_L^2 - 2c_t^2}{2(c_L^2 - c_t^2)} \right) \end{cases} \quad \text{Équation 35}$$

## 1.5. Conclusion

Nous avons présenté le PZT, matériau piézoélectrique mais également ferroélectrique, complexe mais au potentiel avéré pour de nombreuses applications d'actionneur. Certaines de ses propriétés commencent à être mesurées avec précision, telles que sa densité, sa constante diélectrique. Néanmoins, ses propriétés mécaniques restent à être précisées. Nous avons présenté l'acoustique picoseconde qui est une technique que nous connaissons bien, qui a déjà montré son apport pour la métrologie des couches minces, lors notamment des développements menés sur les résonateurs BAW. Elle nous paraît être la technique la plus adaptée pour mesurer le module d'Young et le coefficient de Poisson du PZT dans son empilement technologique. A l'aide des phénomènes que nous avons décrit dans ce chapitre (Brillouin, écho, saut) et par les modèles que nous avons tirés de la bibliographie, nous allons pouvoir caractériser notre matériau afin de disposer de données précises dans le but de dimensionner au mieux nos MEMS à base de PZT.

## Chapitre 2 : Etude du PZT déposé en couches minces par acoustique picoseconde

### 2.1. Introduction

Nous avons présenté l'acoustique picoseconde dans le chapitre précédent et détaillé les principaux mécanismes que nous allons utiliser pratiquement. Nous allons désormais présenter dans ce chapitre les principaux résultats de caractérisation obtenus sur notre PZT grâce à l'acoustique picoseconde.

Notre objectif est de caractériser les propriétés mécaniques de nos couches minces. Nous avons montré au Chapitre 1 que l'extraction de ces paramètres par acoustique picoseconde réside dans l'étude des vitesses acoustiques longitudinales et transverses. Nous présenterons les mesures de vitesses acoustiques effectuées sur différents échantillons de PZT élaborés au CEA. Lorsque la vitesse acoustique longitudinale seule est mesurée, nous calculerons le module d'Young du PZT pour différentes épaisseurs et différentes orientations cristallines, en faisant l'hypothèse du coefficient de Poisson. Nous verrons qu'en mesurant à la fois la vitesse longitudinale et la vitesse transverse, nous pourrions extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson sans faire l'hypothèse de l'un ou de l'autre. Nous avons admis au début de cette thèse l'hypothèse d'isotropie du PZT afin de simplifier le problème. Les mesures d'acoustique picoseconde vont mettre en évidence l'anisotropie du PZT. La maille du PZT étant issue de la déformation d'une maille cubique, nous approximerons les coefficients de la matrice de raideur élastique du PZT dans le cas de la maille cubique, à partir des vitesses acoustiques mesurées par acoustique picoseconde

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre précédent, la nanoindentation est une méthode qui permet d'extraire le module d'Young des films minces. Cette méthode est reconnue et utilisée industriellement. Nous confronterons donc nos résultats à des mesures de nanoindentation effectuées sur nos matériaux à *STMicronics*, et mettrons en évidence les difficultés pour caractériser un empilement hétérogène complexe tel que le nôtre.

Le PZT est le matériau de base de nos actionneurs. Quelle que soit l'application considérée, il est amené à être utilisé sous une tension donnée. Nous tenterons donc de caractériser l'influence d'une tension appliquée aux bornes du PZT sur la vitesse acoustique.

Enfin, l'acoustique picoseconde est une méthode de mesure qui utilise des impulsions acoustiques générées à hautes fréquences, typiquement de l'ordre de la centaine de gigahertz. Nous allons utiliser un transducteur à la surface du PZT afin d'étudier l'influence de la fréquence de génération de l'impulsion acoustique sur la vitesse acoustique dans le PZT. Nous allons notamment mettre en évidence la relaxation des parois de domaines au sein du PZT par des mesures d'acoustique picoseconde en fréquence.

## 2.2. Etude de la vitesse longitudinale du PZT

Comme nous l'avons vu au Chapitre 1, nous disposons des échos, des sauts de réflectivité et des oscillations Brillouin pour calculer la vitesse acoustique longitudinale (Figure 31).

Nous pouvons disposer d'échantillons de PZT avec une électrode supérieure en ruthénium, dans ce cas nous sommes en **milieu absorbant**. Il nous faut étudier les échos. Concrètement, lorsque nous pointons le laser sur le ruthénium, nous observons bien ses échos successifs comme par exemple sur la Figure 24. Malheureusement, nous n'arrivons pas à identifier le retour de l'écho du PZT lorsque cette couche est présente sous la couche de ruthénium. En effet, celui-ci est trop atténué lors de son aller – retour dans le PZT, dans la gamme d'épaisseur des couches de PZT que nous étudions. Il n'est donc pas possible de mesurer la vitesse acoustique longitudinale par une mesure de temps de vol de l'impulsion acoustique.

Nous pouvons également disposer d'échantillons avec le PZT à nu, déposé sur son électrode inférieure de platine. Nous sommes en **milieu transparent**. Nous pouvons étudier les oscillations Brillouin et dans ce cas l'indice optique du PZT à la longueur d'onde considérée est nécessaire. Nous utiliserons la mesure de l'indice optique en fonction de la longueur d'onde qui a été faite par ellipsométrie au CEA et à IBM et qui est donnée en annexe. Nous pouvons également étudier les sauts de réflectivité et dans ce cas c'est l'épaisseur qui sera la donnée d'entrée importante. Nous utiliserons une photographie MEB en coupe, couplée à la mesure par ellipsométrie de l'épaisseur de la couche d'oxyde présente sur le substrat, pour définir le plus précisément possible l'épaisseur de PZT.

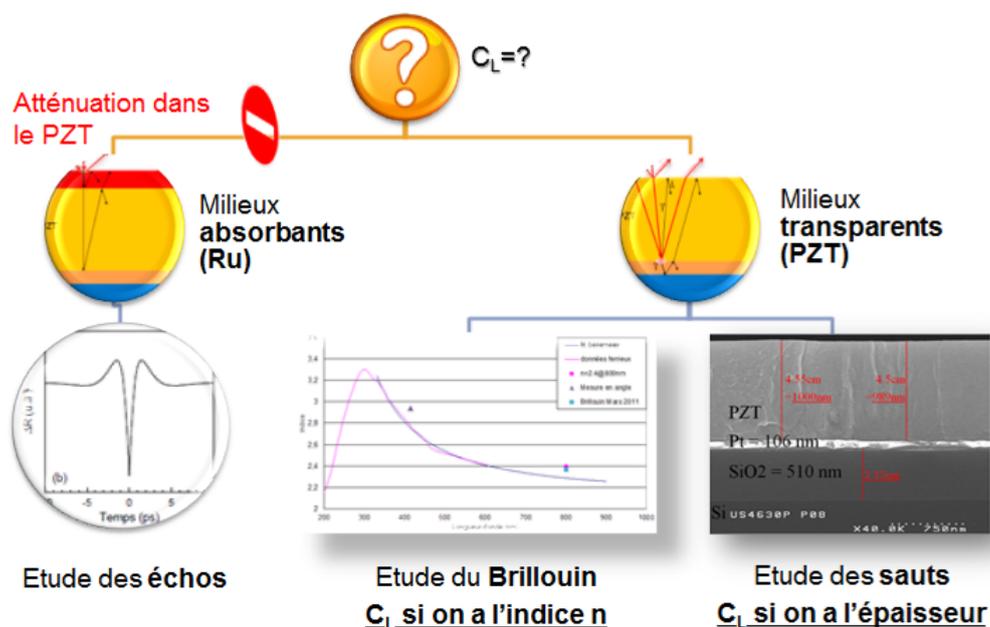


Figure 31: Démarche pour acquérir la vitesse acoustique longitudinale du PZT.

### 2.2.1. Echantillons étudiés

Nous étudierons les couches minces de PZT suivantes :

- PZT polycristallin orienté majoritairement (100) ou (111) présentant une épaisseur variant de 0.18 (3 couches unitaires) à 2.1 $\mu$ m (39 couches unitaires)
- Echantillons de PZT polycristallin majoritairement orientés (100), déposés selon la recette « grad free » et présentant des épaisseurs de 0.18 (3 couches) et 0.54 $\mu$ m (9 couches)
- PZT monocristallin

Nous ne détaillerons pas les technologies de mise en œuvre de ces échantillons, qui peuvent notamment être trouvées dans [16] ou [20].

Les PZT polycristallins sont obtenus par dépôt sol-gel au-dessus de l'électrode inférieure de platine (épaisseur cible de 100 nm), elle-même déposée par pulvérisation cathodique (PVD) sur une couche d'oxyde (500 nm), sur substrat de silicium. La température de dépôt du platine va favoriser l'orientation (100) ou (111) du PZT.

Le dépôt du PZT est réalisé par la technique sol-gel. Cette méthode repose sur une succession de dépôts et de calcinations de couches unitaires. Toutes les trois couches unitaires, le PZT est recuit. Nous déposons autant de couches unitaires que nécessaire pour obtenir l'épaisseur cible de PZT.

Le PZT monocristallin est pour sa part obtenu par dépôt sol-gel de PZT sur du STO (SrTiO<sub>3</sub>) monocristallin déposé par MBE (*Molecular Beam Epitaxy*, pour épitaxie par jet moléculaire).

### 2.2.2. Mesure de la vitesse longitudinale

Nous allons calculer les vitesses longitudinales à partir de l'étude des oscillations Brillouin et/ou des sauts de réflectivité.

#### 2.2.2.1. Etude du PZT polycristallin (100)

Nous disposons d'échantillons de PZT polycristallin, majoritairement orientés (100), présentant approximativement les épaisseurs suivantes : 0.18, 0.35, 0.54, 1.05, 1.87 et 2.1  $\mu$ m. Dans un premier temps nous allons extraire la vitesse acoustique longitudinale à partir de l'étude des sauts de réflectivité. Comme expliqué dans le chapitre précédent, il s'agit de mesurer le temps de vol entre le pic électronique, correspondant à l'absorption de la lumière par les électrons et l'arrivée à la surface libre de l'échantillon de l'onde acoustique en résultant, qui se traduit par un saut de réflectivité. Nous étudions un échantillon de PZT avec 19 couches unitaires, soit une épaisseur de l'ordre de 1.05  $\mu$ m. La Figure 32 donne une vue en coupe MEB de cet échantillon. Une mesure d'ellipsométrie réalisée après le dépôt de la couche de SiO<sub>2</sub> nous permet de connaître précisément son épaisseur (510 nm par rapport à l'épaisseur cible, 500 nm). Nous mesurons l'épaisseur du PZT et de l'oxyde sur la photographie MEB et un produit en croix nous permet de définir que l'épaisseur de PZT est de 995 $\pm$ 5 nm pour une épaisseur cible de 1050 nm. L'écart d'épaisseur, de l'ordre de 5 %, est acceptable pour la technique de dépôt sol-gel.

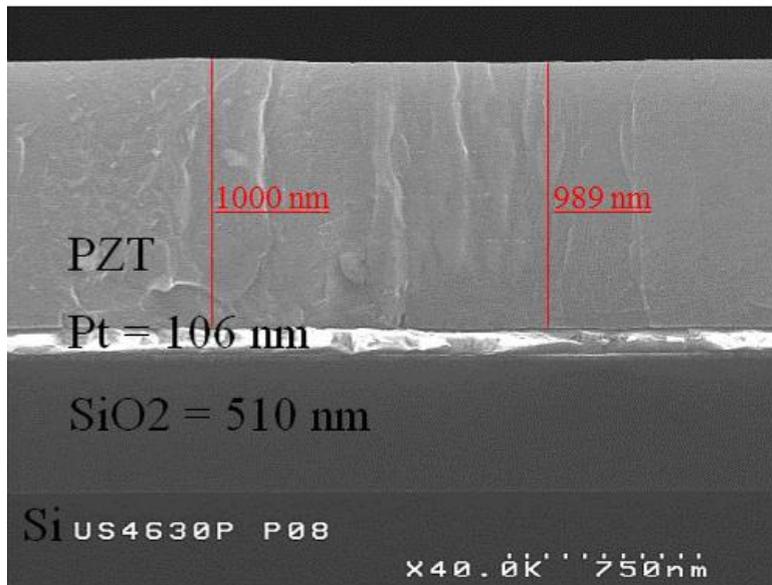
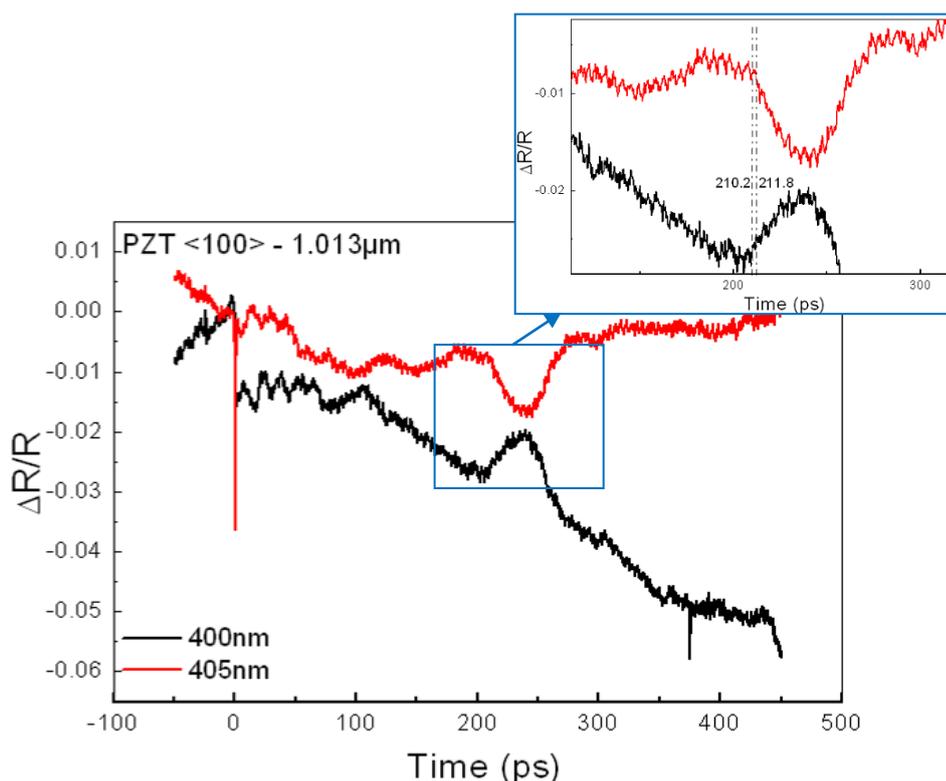


Figure 32: Coupe MEB de l'échantillon de PZT (100) d'épaisseur environ 1.05µm.

Nous réalisons des mesures en pompe rouge et sonde bleue en pointant le laser sur le PZT. Le pic au temps  $t = 0$  nous sert de référence. Même si le signal est bruité, nous reconnaissons sur les premières dizaines de picosecondes une oscillation Brillouin. Celle-ci est très vite atténuée et disparaît, peut-être du fait des interférences induites par le retour de l'impulsion acoustique qui s'est propagée dans le platine. Le saut de réflectivité est zoomé dans l'encadré de la Figure 33. Comme indiqué au Chapitre 1, l'amplitude du saut de réflectivité varie en fonction de la longueur d'onde. Nous voyons même sur la Figure 33 qu'il s'inverse entre  $\lambda = 400$  nm et  $\lambda = 405$  nm. La détermination du temps de vol de l'impulsion acoustique à travers la couche de PZT s'en retrouve facilitée. Ces temps de vol, ainsi que le calcul de la vitesse acoustique longitudinale sont résumés dans le Tableau 3. Nous calculons une vitesse acoustique longitudinale  $c_L = 4.72 \pm 0.06$  nm/ps.

Longueur d'onde (nm)	Epaisseur (nm)	Ordre de saut	Temps de vol min (ps)	Temps de vol max (ps)	Vitesse (nm/ps)
400	995±5	1 <sup>er</sup>	210.2ps	211.8ps	$c_L = \frac{\acute{e}p}{temps}$ $\frac{\Delta c_L}{c_L} = \frac{\Delta \acute{e}p}{\acute{e}p} + \frac{\Delta temps}{temps}$
405					
		Moyenne	211±0.8ps		<b><math>c_L = 4.72 \pm 0.06</math></b>

Tableau 3: Temps de vol, épaisseur et calcul de  $c_L$  sur un échantillon de PZT (100) d'épaisseur 995nm.



**Figure 33: Signal mesuré sur un échantillon de PZT (100) d'épaisseur 995nm - Etude des sauts de réflectivité en fonction de la longueur d'onde.**

Nous étudions également un échantillon de PZT (100), d'une épaisseur de  $1.87 \mu\text{m}$  (30 couches), sur lequel nous mesurons la vitesse acoustique longitudinale aussi bien par l'étude des sauts de réflectivité que par l'étude des oscillations Brillouin. L'étude des sauts de réflectivité en fonction de la longueur d'onde est reportée en Figure 34 (pompe rouge – sonde bleue). De nouveau, plusieurs mesures en longueur d'onde nous permettent d'inverser le signe du saut et ainsi facilitent la détermination du temps de vol. Dans cette couche, il est estimé entre  $t = 395$  et  $398$  ps. La vitesse acoustique longitudinale calculée dans cet échantillon de PZT est donc  $c_L = 4.72 \pm 0.02$  nm/ps, en bon accord avec la vitesse calculée précédemment. Sur le même échantillon, nous réalisons une mesure en pompe rouge – sonde rouge à  $\lambda = 800$  nm, longueur d'onde nous permettant, sur cet échantillon, de faire ressortir les oscillations Brillouin. De la Figure 35 nous pouvons extraire la période de l'oscillation Brillouin en la comparant à une sinusoïde. Il en résulte  $T = 37.42 \pm 0.18$  ps. Si nous considérons un indice  $n_{800\text{nm}} = 2.32$ , comme indiqué par la mesure d'indice réalisée sur notre matériau par ellipsométrie à IBM (Annexe A), l'Équation 20, donnant la période en fonction de  $c_L$  et de  $\lambda$ , nous permet de calculer  $c_L = 4.82 \pm 0.03$  nm/ps. L'écart entre les deux vitesses acoustiques, de l'ordre de 2%, est acceptable. A la vue du bruit présent sur l'oscillation Brillouin, nous considérons cette dernière valeur de vitesse comme moins précise que les précédentes.

Nous avons également caractérisé d'autres échantillons de PZT majoritairement orientés (100), présentant diverses épaisseurs. Les signaux mesurés se trouvent en Annexe C et les différentes coupes MEB permettant de préciser l'épaisseur des couches de PZT sont en Annexe B. Nous reportons dans le Tableau 4 et en Figure 36 les vitesses acoustiques longitudinales mesurées en fonction de l'épaisseur de PZT, soit à partir de l'étude des oscillations Brillouin, soit des sauts de

réflectivité. Nous notons que **la moyenne des vitesses acoustiques longitudinales mesurées sur les échantillons de PZT (100) est  $c_{L(100)} = 4.7 \pm 0.1$  nm/ps**. La mesure en angle, reportée en annexe A, étant peu précise et donnant une valeur incertaine (point entouré de pointillés rouge sur la Figure 36), on peut constater une **tendance à l'augmentation de la vitesse acoustique longitudinale, de l'ordre de 4 %, en fonction de l'épaisseur**. Cet effet d'épaisseur sera discuté au paragraphe suivant.

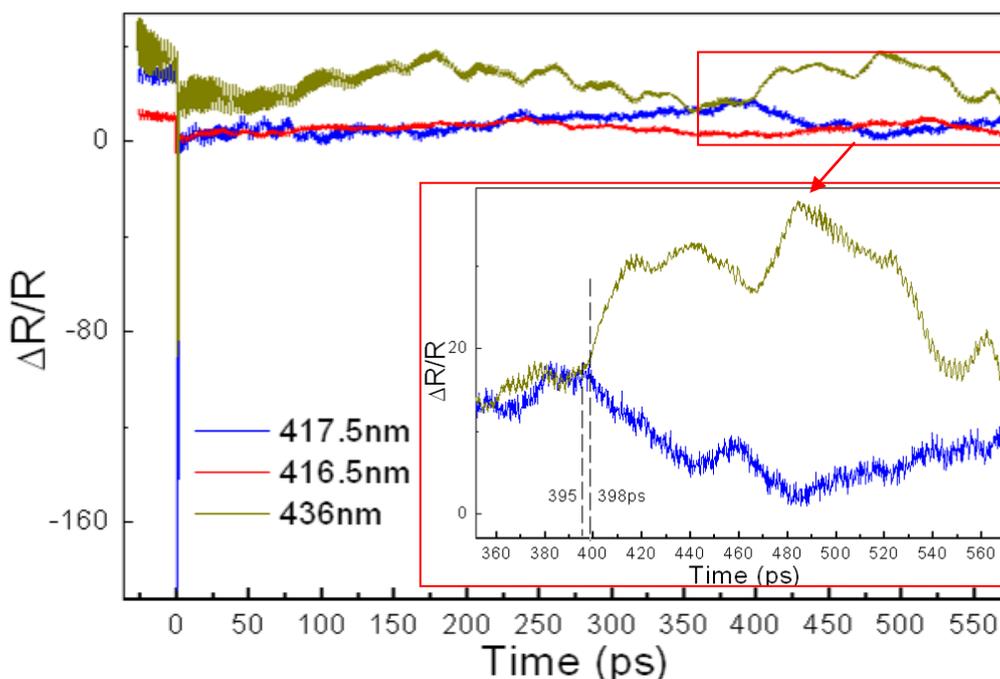


Figure 34: Etude des sauts de réflectivité dans un échantillon de PZT (100) d'épaisseur 1.87 μm.

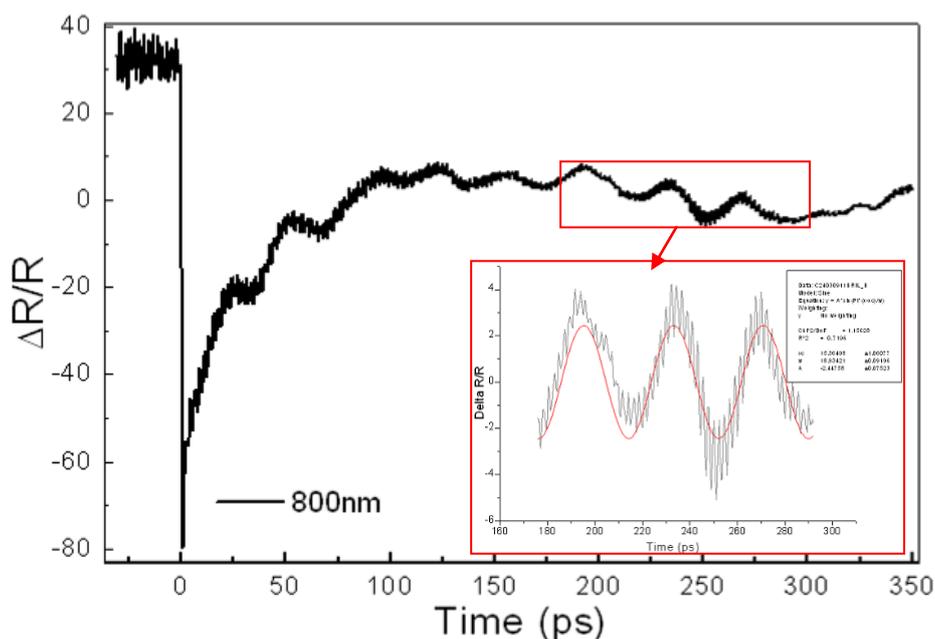


Figure 35: Etude des oscillations Brillouin dans un échantillon de PZT (100) d'épaisseur 1.87 μm.

Echantillon	Orientation	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Phénomène étudié	Vitesse acoustique longitudinale (nm/ps)
U718P-P01	(100)	0.16	Sauts	4.65 $\pm$ 0.16
U718P-P06		0.335	Sauts	4.64 $\pm$ 0.06
U718P-P06		0.335	Sauts	4.57 $\pm$ 0.10
$\mu\text{S4630P-P07}$		0.506	Brillouin	4.73 $\pm$ 0.07
U718P-P07		0.518	Sauts	4.68 $\pm$ 0.06
U718P-P08		0.995	Sauts	4.72 $\pm$ 0.06
U718P-P08		0.995	Brillouin	4.77 $\pm$ 0.17
$\mu\text{S4680P-P06}$		1.87	Sauts	4.72 $\pm$ 0.02
$\mu\text{S4680P-P06}$		1.87	Brillouin	4.82 $\pm$ 0.03
U718P-P09		2.087	Sauts	4.79 $\pm$ 0.03
U718P-P09		2.087	Mesure en angle	4.60 $\pm$ 0.11

**Tableau 4: Vitesse longitudinale du PZT (100) en fonction de l'épaisseur de la couche de PZT considérée.**

#### 2.2.2.2. Etude du PZT polycristallin (111), comparaison avec le PZT (100) et discussion

Nous disposons d'échantillons de PZT polycristallin majoritairement orientés (111) présentant approximativement les épaisseurs suivantes : 0.18, 0.35, 0.54, 1.05 et 2.1  $\mu\text{m}$ . Nous avons extrait la vitesse acoustique longitudinale de ces échantillons à partir de l'étude des sauts de réflectivité. Les épaisseurs de PZT ont été précisées par des coupes MEB. Tous les signaux et les coupes MEB concernant ces échantillons se trouvent en Annexe B et C. La Figure 36 compare les vitesses acoustiques longitudinales des PZT (100) et (111) en fonction de l'épaisseur de PZT considérée.

Nous remarquons que les vitesses acoustiques longitudinales des différents échantillons orientés majoritairement (111) sont globalement supérieures à celles des échantillons majoritairement orientés (100). En effet, **la moyenne des vitesses mesurées sur les PZT (111) est  $c_{L(111)} = 4.9 \pm 0.1$  nm/ps, soit 4.1 % de plus que pour le PZT (100).**

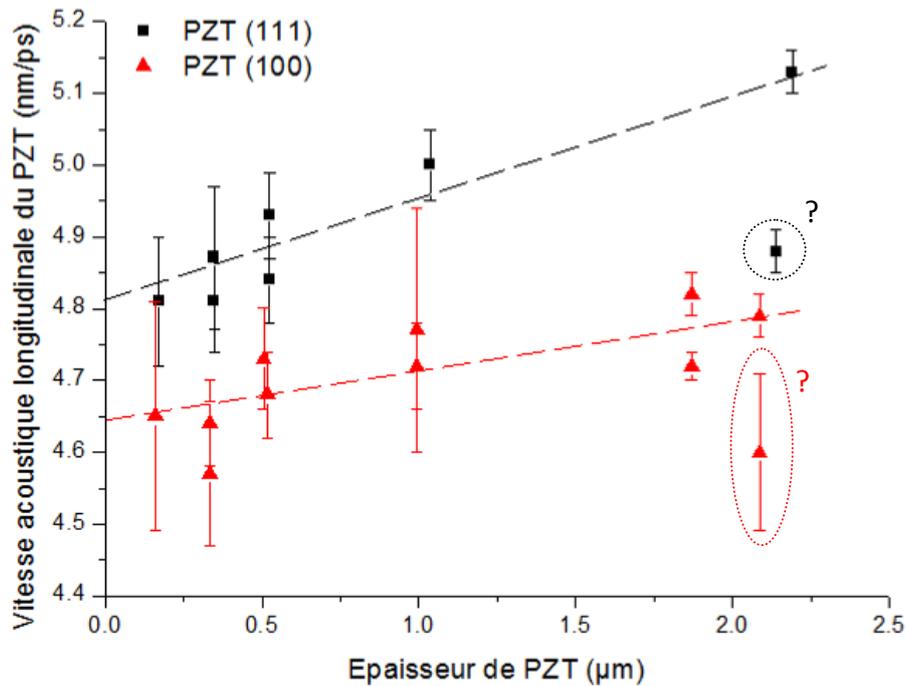


Figure 36: Evolution et comparaison des vitesses longitudinales du PZT (100) et (111) en fonction de l'épaisseur de la couche de PZT considérée.

Nous savons que la vitesse acoustique est reliée aux coefficients de la matrice de raideur élastique (c). En particulier pour une maille cubique, nous avons les expressions suivantes pour les vitesses acoustiques longitudinales dans les directions (100) et (111) [77].

$$\begin{cases} c_{L(100)} = \sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}} \\ c_{L(111)} = \sqrt{\frac{c_{11} + 2c_{12} + 4c_{44}}{3\rho}} \end{cases} \quad \text{Équation 36}$$

Comme mis en évidence par le diagramme de phase de la Figure 13, le PZT utilisé ne présente pas une maille cubique. Néanmoins, sa maille dans la phase morphotropique est issue d'une déformation de la maille cubique et ces équations peuvent être utilisées en première approximation.

De plus, si le matériau est isotrope comme nous l'avons approximé, nous devrions avoir théoriquement  $c_{L(100)} = c_{L(111)}$ , du fait de l'expression du  $c_{44}$  donné à l'Équation 37.

$$c_{44} = \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \quad \text{Équation 37}$$

**Nous pouvons conclure que la mesure d'acoustique picoseconde, permettant de mesurer une différence de vitesse acoustique longitudinale de l'ordre de 4.1 % entre les directions (100) et (111), met en évidence l'anisotropie du PZT.**

Pour la suite, du fait de la faible anisotropie, nous continuerons à faire l'hypothèse d'isotropie du PZT pour simplifier nos calculs.

D'autre part, on peut noter qu'à part un point erratique mesuré sur l'échantillon  $\mu\text{S4137D-P4\_7}$  (entouré de pointillés noirs sur la Figure 36), nous pouvons constater **une augmentation marquée, de l'ordre de 6.2 %, de la vitesse acoustique du PZT (111) en fonction de l'épaisseur**. Nous pouvons expliquer ce phénomène par la technologie de mise en œuvre, le sol-gel. En effet, le PZT est recuit toutes les 3 couches unitaires. Plus le PZT est épais, plus il verra un grand nombre de recuits. Ainsi, nous pouvons estimer que les couches de PZT sont d'autant plus denses et rigides que le PZT est épais. Si cette tendance est marquée sur le PZT (111), elle est plus discutable sur le PZT (100) du fait de l'incertitude sur les valeurs mesurées aux faibles épaisseurs.

Echantillon	Orientation	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Phénomène étudié	Vitesse acoustique longitudinale (nm/ps)
Q154P-P10	(111)	0.173	Sauts	4.81±0.09
P571A-P05		0.348	Sauts	4.87±0.1
P571A-P05		0.348	Sauts	4.81±0.07
P571A-P04		0.525	Sauts	4.93±0.06
P571A-P04		0.525	Sauts	4.84±0.06
P571A-P06		1.036	Sauts	5.00 ±0.05
$\mu\text{S3935P-P13}$		2.192	Sauts	5.13±0.03
$\mu\text{S4137D-P4\_7}$		2.141	Sauts	4.88±0.03

**Tableau 5: Vitesse longitudinale du PZT (111) en fonction de l'épaisseur de la couche de PZT considérée.**

### 2.2.2.3. Etude du PZT « grad free »

La recette standard pour réaliser les couches minces de PZT induit un gradient de concentration des espèces le long de l'épaisseur de la couche. Des développements sont menés au CEA afin d'optimiser les couches minces de PZT, leurs propriétés électriques et piézoélectriques via, entre autre, la compensation de ce gradient de concentration des espèces présent au sein de la couche de PZT. Nous appelons « grad free » ce PZT. La méthode de dépôt reste le sol-gel. Nous utilisons plusieurs rapport Zr/Ti pour atténuer le gradient d'espèce.

Nous avons caractérisé deux échantillons de PZT « grad free » majoritairement orientés (100). Les photographies MEB en coupe ainsi que les signaux mesurés sont reportés en Annexe C-p. L'épaisseur des échantillons est respectivement  $d = 223 \text{ nm}$  (4 couches) et  $d = 551 \text{ nm}$  (10 couches).

Ces deux échantillons ont été caractérisés en pompe rouge et sonde bleue à différentes longueurs d'onde afin d'étudier les sauts de réflectivité. Les mesures en longueurs d'onde nous ont permises, comme cela a déjà été expliqué, d'inverser le signe du saut de réflectivité, et ainsi de déterminer le

temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT avec plus de précision. Pour le PZT « grad free » d'épaisseur 223 nm, nous constatons une inversion du signe du saut de réflectivité, assez lente, entre les mesures à  $\lambda = 820$  nm et  $\lambda = 900$  nm. Nous définissons que le temps de vol nécessaire à l'impulsion acoustique pour parcourir la couche de PZT est d'environ 44 à 48 ps. Cela nous conduit à calculer une vitesse acoustique longitudinale  $c_{L(\text{grad free})} = 4.85 \pm 0.22$  nm/ps.

Pour le PZT « grad free » d'épaisseur 551nm, nous observons une inversion du signe du saut de réflectivité entre  $\lambda = 920$  nm et  $\lambda = 940$  nm. Le temps de vol de l'impulsion acoustique dans la couche de PZT est d'environ 112 à 115 ps. Ainsi  $c_{L(\text{grad free})} = 4.85 \pm 0.07$  nm/ps. Nous remarquons que l'inversion marquée du signe du saut de réflectivité nous permet de calculer avec plus de précision la vitesse acoustique que dans le cas de l'échantillon précédent. L'évolution particulière de l'amplitude des sauts de réflectivité en fonction de la longueur d'onde est notamment détaillée dans [86]. On constate une alternance d'inversion « molles » du signe du saut, pour lesquelles on inverse lentement le signe du saut, et « dures », pour lesquelles le signe s'inverse brutalement. Pour la suite, autant que possible, on choisira les longueurs d'ondes correspondantes à une inversion « dure », nous permettant de définir plus précisément le temps de vol.

Pour conclure sur le PZT « grad free », nous calculons des vitesses acoustiques longitudinales semblables pour les deux échantillons étudiés. **Cette valeur est supérieure de 3% à celles calculées sur le PZT « classique » orienté majoritairement (100) et s'apparente à celles calculées sur le PZT « classique » (111).** D'autres mesures, sur une série d'échantillons couvrant toute la gamme d'épaisseur étudiée, seraient nécessaires pour préciser l'impact de ce procédé de mise en œuvre du PZT sur sa vitesse acoustique. En première approximation, **nous pouvons supposer qu'il a tendance à augmenter légèrement la raideur élastique du matériau, ou bien à diminuer sa densité** (Équation 36).

#### 2.2.2.4. Etude du PZT monocristallin

Nous disposons d'un échantillon de PZT monocristallin présentant l'empilement suivant : Al(15nm)/PZT(200nm)/STO(14nm)/Si. L'épaisseur de PZT est précisée à partir de la coupe MEB,  $d = 198 \pm 3$  nm (Annexe C-q).

Nous avons réalisé des mesures en pompe rouge – sonde bleue pour des longueurs d'ondes allant de  $\lambda = 400$  nm à  $\lambda = 450$  nm. La fine couche d'aluminium en surface du PZT peut être considérée comme transparente du fait de sa faible épaisseur. Pour chacune de ces mesures, nous extrayons la période de l'oscillation Brillouin pour tracer le produit  $nc_L$  en fonction de la longueur d'onde (Figure 37). Les signaux mesurés ainsi que les périodes Brillouin sont reportés en Annexe C-q. A partir de l'hypothèse que l'indice du PZT monocristallin est le même que celui du PZT polycristallin, nous déduisons la vitesse acoustique longitudinale  $c_L$  en fonction de la longueur d'onde (Figure 38).

La vitesse acoustique est sensée être constante en fonction de la longueur d'onde. Au regard de la Figure 38, nous notons une grande dispersion des vitesses acoustiques, notamment aux longueurs d'onde les plus faibles. Cette dispersion peut s'expliquer par la mauvaise qualité des signaux mesurés, amenant une incertitude sur les périodes Brillouin extraites. Mais l'hypothèse faite sur l'indice peut également être source d'une erreur non négligeable sur la vitesse longitudinale

calculée. En se focalisant sur l'intervalle de longueurs d'ondes comprises entre  $\lambda = 420$  nm et  $\lambda = 450$  nm, nous pouvons estimer la vitesse acoustique longitudinale du PZT monocristallin comme étant  $c_{L(\text{mono})} = 5.4$  nm/ps, soit 13 % plus rapide que le PZT (100) et 9 % plus rapide que le PZT (111). Ainsi, dans le cadre des hypothèses qui ont été faites, nous pouvons estimer que le PZT monocristallin présente une raideur élastique supérieure à celle du PZT polycristallin.

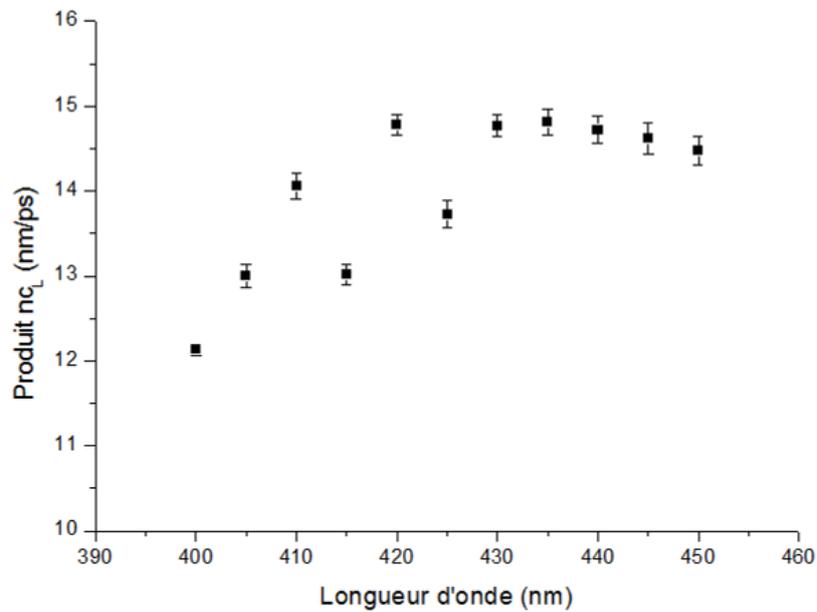


Figure 37: Produit  $nc_L$  en fonction de la longueur d'onde pour le PZT monocristallin.

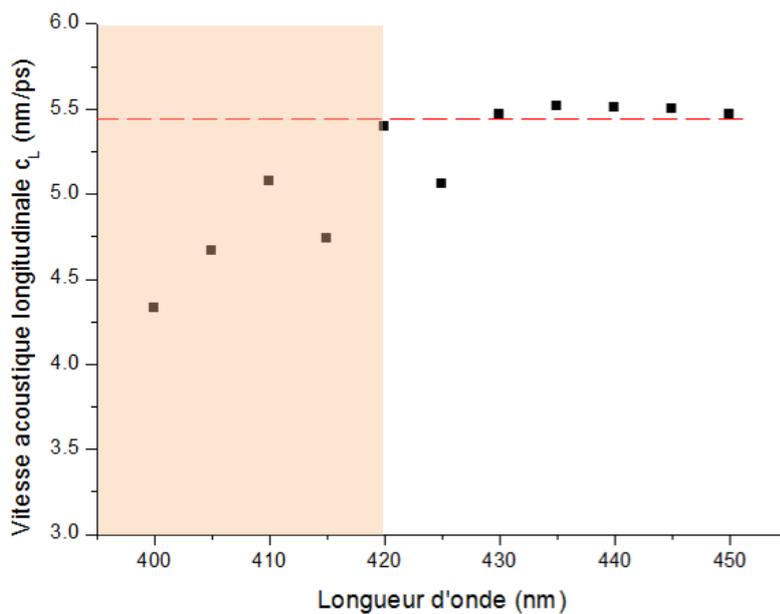


Figure 38: Vitesse acoustique longitudinale du PZT monocristallin extraite à partir du produit  $nc_L$  et de l'indice (fit Sellmeier) en fonction de la longueur d'onde.

### 2.2.3. Extraction du module d'Young à partir de l'hypothèse sur le coefficient de Poisson

A partir des vitesses acoustiques longitudinales calculées sur les différents PZT étudiés, nous estimons le module d'Young à l'aide de l'Équation 34, valable pour les matériaux isotropes. Nous considérons que le coefficient de Poisson est 0.3 et la densité est  $7700 \text{ kg/m}^3$  (Figure 39 et Tableau 6).

Le module d'Young moyen du PZT polycristallin majoritairement orienté (100) est de l'ordre de  $E_{\text{poly}(100)} = 126 \text{ GPa}$ . Pour le PZT polycristallin majoritairement orienté (111), le module d'Young moyen est de l'ordre de  $E_{\text{poly}(111)} = 138 \text{ GPa}$ , soit 9 % de plus que pour le PZT majoritairement orienté (100). Comme nous l'avons déjà expliqué pour les vitesses acoustiques, le fait que le module d'Young du PZT (111) est supérieur à celui du PZT (100) met en évidence l'anisotropie du PZT.

Pour les PZT (100) et surtout (111), nous constatons une tendance relativement marquée à l'augmentation du module d'Young en fonction de l'épaisseur jusqu'à une épaisseur de PZT de l'ordre de 1 à 1.5  $\mu\text{m}$ . Ensuite, nous constatons une inflexion de cette augmentation ; voire une stagnation du module d'Young quand l'épaisseur augmente. Comme expliqué précédemment, ce phénomène s'explique par la technologie de mise en œuvre, le sol-gel, qui induit une densification du matériau du fait des recuits toutes les 3 couches unitaires. Plus le PZT est épais, plus il verra un grand nombre de recuits. Ainsi, nous pouvons estimer que les couches de PZT sont d'autant plus denses et rigides que le PZT est épais jusqu'à une certaine limite, autour de 1 à 1.5  $\mu\text{m}$ . Au-delà, le matériau semble avoir atteint sa densification maximale et les recuits suivants ne permettent plus d'augmenter significativement le module d'Young. Si cette tendance est marquée sur le PZT (111), elle est plus discutable sur le PZT (100) du fait de l'incertitude sur les valeurs mesurées aux faibles épaisseurs.

Les modules d'Young calculés sur les PZT (100) mis en œuvre avec la recette « grad free » sont comparables à ceux de PZT majoritairement orientés (111). Il semblerait donc que ce procédé de mise en forme tendrait à rigidifier le matériau. Cette analyse ne repose que sur deux points de mesures, et de nouvelles caractérisations seraient nécessaires sur des échantillons de 1 à 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour préciser l'influence de ce procédé sur le module d'Young.

Enfin reste la mesure sur le PZT monocristallin. Nous calculons un module d'Young  $E_{\text{Mono}} = 167 \text{ GPa}$ , respectivement supérieur au PZT (100) et (111) de 25 et 17 %. Néanmoins, nous sommes conscients de l'incertitude sur le module d'Young calculé, du fait des hypothèses faites sur le coefficient de Poisson, sur l'indice optique du PZT monocristallin et du fait que nous ne nous reposons que sur une mesure, en un seul point de l'échantillon.

Echantillon	Orientation	Epaisseur (μm)	Vitesse acoustique longitudinale (nm/ps)	Module d'Young pour $\nu=0.3$ (GPa)
U718P-P01	(100)	0.16	4.65±0.16	123.8±8.5
U718P-P06		0.335	4.64±0.06	123.2±3.2
U718P-P06		0.335	4.57±0.10	119.5±5.2
μS4630P-P07		0.506	4.73±0.07	128.0±3.8
U718P-P07		0.518	4.68±0.06	125.3±3.2
U718P-P08		0.995	4.72±0.06	127.5±3.2
U718P-P08		0.995	4.77±0.17	130.3±9.3
μS4680P-P06		1.87	4.72±0.02	127.4±1.1
μS4680P-P06		1.87	4.82±0.03	132.9±1.7
U718P-P09		2.087	4.79±0.03	131.2±1.6
U718P-P09		2.087	4.60±0.11	121.1±5.8
μS9377P-P03		(100)	0.223	4.85±0.22
μS9377P-P04	« grad free »	0.551	4.85±0.07	134.6±3.9
Q154P-P10	(111)	0.173	4.81±0.09	132.4±5.0
P571A-P05		0.348	4.87±0.1	135.7±5.6
P571A-P05		0.348	4.81±0.07	132.4±3.9
P571A-P04		0.525	4.93±0.06	139.0±3.4
P571A-P04		0.525	4.84±0.06	134.0±3.3
P571A-P06		1.036	5.00±0.05	143.0±2.9
μS3935P-P13		2.192	5.13±0.03	150.5±1.8
μS4137D-P4_7		2.141	4.88±0.03	136.2±1.7
Mono		Mono	0.198	5.4

Tableau 6: Modules d'Young du PZT calculés à partir de la vitesse acoustique longitudinale pour  $\nu = 0.3$ .

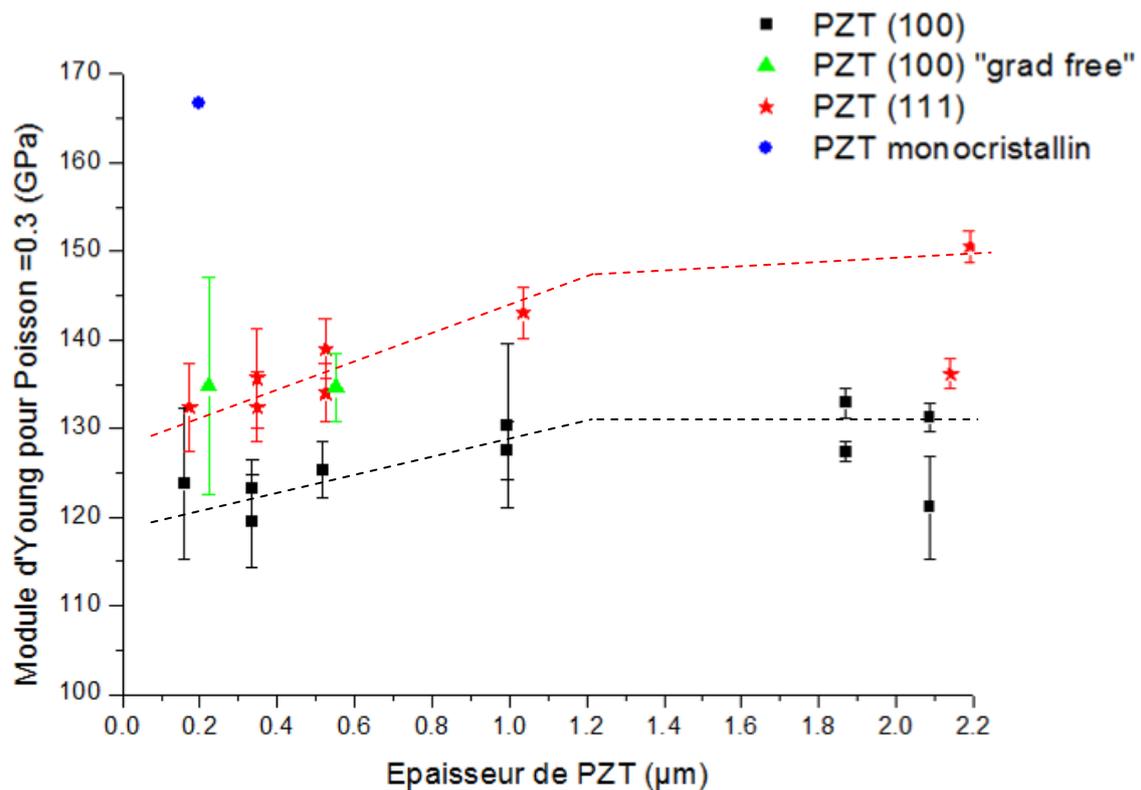


Figure 39: Evolution du module d'Young du PZT, calculé à partir de la vitesse acoustique longitudinale pour un coefficient de Poisson de 0.3, en fonction de l'épaisseur et de la nature du PZT.

### 2.3. Etude de la vitesse transverse du PZT

Nous venons de voir qu'il est possible de calculer le module d'Young des couches minces à partir de la vitesse acoustique longitudinale, au prix d'une approximation sur le coefficient de Poisson. Cette étude nous permet de comparer relativement nos différentes couches de PZT, mais ne nous permet pas de les qualifier quantitativement comme nous le recherchons. Nous allons dans cette section nous focaliser sur les couches minces de PZT majoritairement orientées (100). Nous allons mesurer, en plus de la vitesse acoustique longitudinale, la vitesse acoustique transverse. Comme nous l'avons montré dans le Chapitre 1, ces deux vitesses nous permettront de calculer, **en faisant l'hypothèse d'isotropie du PZT, le module d'Young et le coefficient de Poisson sans faire l'approximation de l'un ou de l'autre.**

La mesure des vitesses acoustiques longitudinales sur des PZT orientés (100) et (111) nous a permis de mettre en évidence l'anisotropie du PZT. A l'aide des vitesses acoustiques longitudinales et transverse **nous approximerons la matrice de raideur élastique du PZT dans le cas d'une maille cubique anisotrope.**

### 2.3.1. Technologie de mise en œuvre des échantillons

Pour générer des ondes acoustiques transverses, dans le plan du substrat, nous allons utiliser des plots nanostructurés déposés et gravés sur une sous-couche du même matériau, elle-même déposée à la surface du PZT majoritairement orienté (100). Les plots sont réalisés à l'IEMN à partir d'un dépôt, puis d'une étape de lithographie e-beam suivi d'une gravure. L'empilement général réalisé est schématisé à la Figure 41. La Figure 40 donne une vue du layout des réseaux de plots. Les plots feront  $200 \times 200 \text{ nm}^2$ . Sur un même échantillon, différents réseaux de plots seront présents, présentant différentes doses d'insolation à l'e-beam (afin d'être sûr de sortir des plots bien résolus) et différents pas entre les plots allant de  $a = 400$  à  $800 \text{ nm}$ .

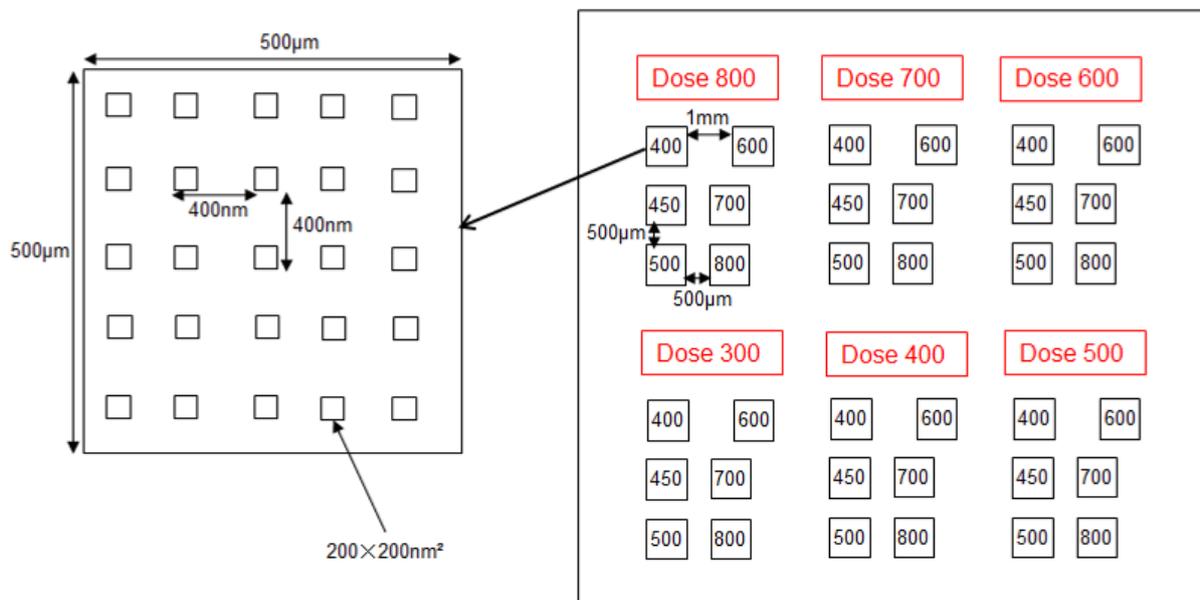


Figure 40: Vue schématique du layout des différents réseaux de plots présents sur l'échantillon.

La figure suivante donne une coupe MEB qui nous permet de préciser l'épaisseur de PZT (100) que nous étudions. En sachant qu'une mesure à l'ellipsomètre donne l'épaisseur de  $\text{SiO}_2$  comme étant  $508 \text{ nm}$ , nous pouvons estimer l'épaisseur du PZT à  $506 \text{ nm}$ .

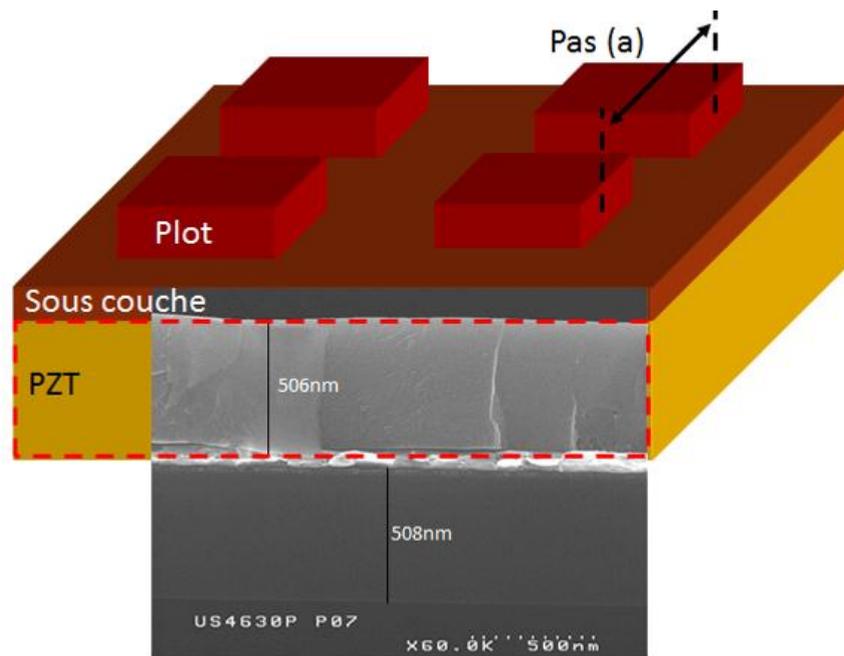


Figure 41: Coupe MEB du PZT étudié (échantillon  $\mu$ S4630P-P07) et schéma de l'empilement.

### 2.3.2. Mesure de la vitesse de Rayleigh dans le système Pt/PZT

#### 2.3.2.1. Vitesse acoustique du système Pt/PZT en fonction de l'épaisseur de Pt

Nous commençons par considérer un **système Pt/PZT**. Dans ce cas, la sous-couche et les plots seront en Platine. Nous disposons des échantillons suivants :

- Plots de Pt de 100nm d'épaisseur/Sous-couche de Pt de 15nm d'épaisseur/PZT 506nm
- Plots de Pt de 100nm d'épaisseur/Sous-couche de Pt de 50nm d'épaisseur/PZT 506nm

Nous dirigeons la pompe sur le réseau de plots. Dans ce cas, le laser excite des modes de vibration individuels, fonction de la taille et de la nature du plot et des modes collectifs, fonction du réseau considéré et en particulier du pas ( $a$ ) entre les plots. Nous faisons les transformées de Fourier des signaux expérimentaux afin de mettre en évidence les fréquences des différents modes excités. Les fréquences successives des modes collectifs,  $f_{i,j}(a)$  s'expriment par l'Équation 29. Ils peuvent être repérés par le fait qu'ils présentent les facteurs remarquables évoqués au Chapitre 1 (paragraphe 1.4.5.2). Les modes individuels ont été simulés par un logiciel de simulation par éléments finis (*CoventorWare*<sup>®</sup>).

Nous reportons par exemple en Figure 42 la transformée de Fourier du signal (en encadré) sur lequel on a enlevé le pic électronique. Ce signal est issu de la mesure en pompe rouge et sonde bleue lorsque nous pointons le laser sur les plots d'un réseau de pas  $a = 600$  nm, pour une épaisseur de sous-couche de platine de 50 nm. Nous sélectionnons une longueur d'onde de  $\lambda = 800$  nm pour laquelle nous obtenons les signaux les plus riches. Nous pouvons identifier les modes collectifs respectivement à 2.19, 2.93, 4.39 et 5.85 GHz présentant des rapports remarquables cohérents avec l'Équation 29. Ces fréquences correspondent à la propagation de l'onde, respectivement dans les

directions (1, 0), (1, 1), (2, 0) et (2, 1). Ces fréquences sont reportées dans le Tableau 7. L'imprécision relative (jusqu'à 15 %) entre les valeurs théoriques et mesurées peut provenir du faible nombre de points utilisé pour décrire la transformée de Fourier.

Nous repérons également des modes individuels. Ceux-ci ont été simulés sous le logiciel de calcul par éléments finis *CoventorWare*<sup>®</sup>. Pour cela, nous avons modélisé un plot de platine de  $200 \times 200$  nm<sup>2</sup> et de 100 nm d'épaisseur, encastré par sa face inférieure. Le modèle 3D a été maillé à l'aide d'éléments de maillage *Manhattan*, soit des pavés droits. Nous avons identifié, sur les TF réalisées à partir des signaux mesurés sur les réseaux présentant des pas allant de  $a = 400$  à 800 nm, les fréquences communes qui ressortaient d'un réseau à un autre. Ces fréquences, indépendantes du pas du réseau considéré, ont été comparées aux modes de vibration simulés. Nous avons notamment repéré des modes à 7.69 (simulé à 7.75), 10.62 (simulé à 10.53) et 11.35 GHz (simulé à 11.48 GHz). L'aspect des modes de vibration simulés sont insérés dans la Figure 42. Les fréquences mesurées et simulées sont reportées dans le Tableau 8. Nous notons un faible écart entre les fréquences simulées et les fréquences mesurées, de l'ordre du pourcent. Il est intéressant de noter que pour les pas de réseaux et les plots considérés, les modes individuels apparaissent à plus hautes fréquences que les premiers modes collectifs.

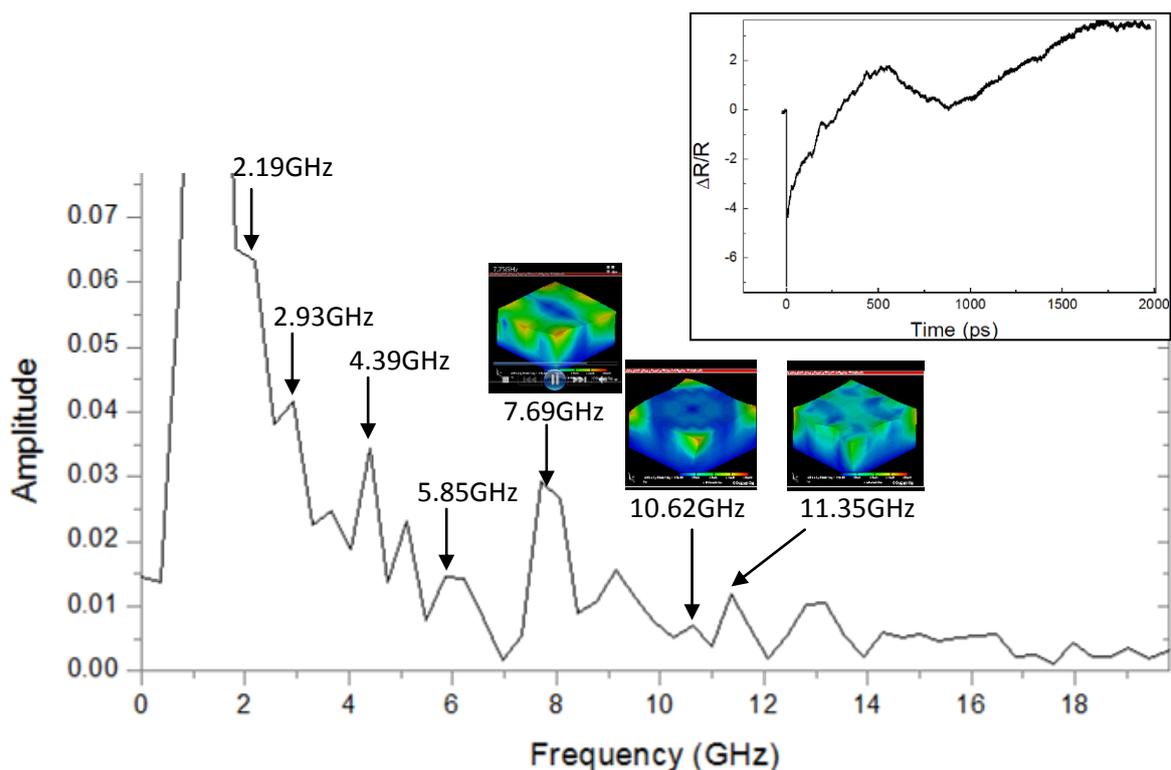


Figure 42: Transformé de Fourier et signal d'acoustique picoseconde en RB à  $\lambda = 800$  nm mesuré sur un échantillon avec un réseau de plots de Pt de pas de 600 nm sur sous-couche Pt de 50 nm d'épaisseur sur PZT (100).

Fréquence mesurée (GHz)	Direction	Rapport mesuré	Rapport théorique $\sqrt{i^2 + j^2}$
2.19	(1, 0) ou (0, 1)	1	1
2.93	(1, 1)	1.34	$\sqrt{2} = 1.41$
4.39	(2, 0) ou (0, 2)	2	2
5.85	(2, 1) ou (1, 2)	2.67	$\sqrt{5} = 2.23$

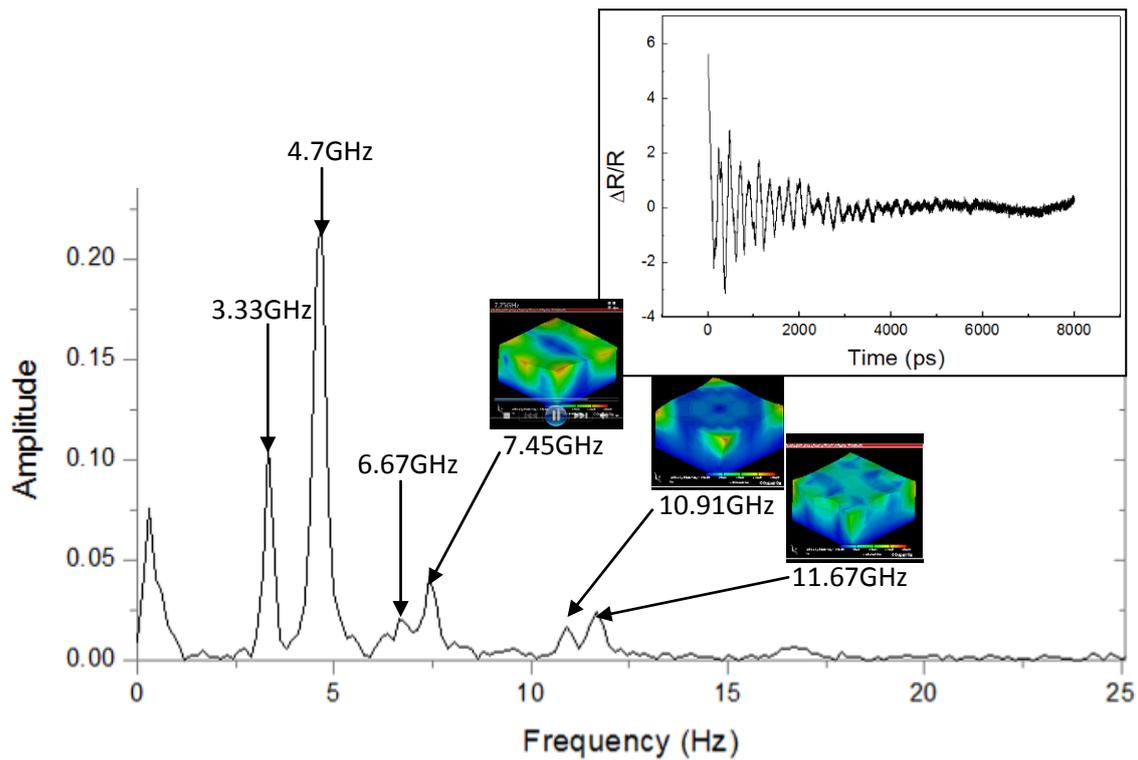
**Tableau 7: Rapports remarquables des fréquences des modes collectifs sur l'échantillon avec réseau de plots de pas a = 600 nm, épaisseur de sous-couche de platine de 50 nm.**

Fréquence mesurée (GHz)	Fréquence simulée (GHz)	Ecart (%)
7.69	7.75	0.7
10.62	10.53	0.8
11.35	11.48	1.1

**Tableau 8: Rapports remarquables des fréquences des modes individuels sur l'échantillon avec réseau de plots de pas 600 nm, épaisseur de sous-couche de platine de 50 nm.**

La recherche des fréquences des modes collectifs et des modes individuels a été réalisée sur les réseaux de plots présentant des pas allant de a = 400 à 800 nm. La Figure 43 donne un second exemple de transformée de Fourier réalisée sur le signal mesuré sur un réseau de plot de pas a = 500 nm (épaisseur de sous-couche 50 nm). Nous identifions les fréquences des modes collectifs respectivement à 3.33, 4.7 et 6.67 GHz. Ces fréquences présentent des rapports remarquables entre elles de respectivement 1.41 et 2. Elles sont donc en parfait accord avec la théorie.

Nous identifions également les modes individuels déjà repérés sur la TF précédente (Figure 42). Ils sortent respectivement à 7.45 (simulé à 7.75), 10.91 (simulé à 10.53) et 11.67 GHz (simulé à 11.48 GHz). Les écarts, inférieurs à 4 % entre la mesure et la simulation, sont de nouveau tout à fait satisfaisants.



**Figure 43: Transformé de Fourier et signal d'acoustique picoseconde en RB à  $\lambda = 800$  nm mesuré sur un échantillon avec un réseau de plots de Pt de pas  $a = 500$  nm sur sous-couche Pt 50 nm d'épaisseur sur PZT (100).**

L'analyse des transformées de Fourier des signaux mesurés sur les différents réseaux de plots nous permet de tracer l'évolution des fréquences des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas des réseaux. Nous reportons en Figure 44 les mesures relatives à la sous-couche de platine de 50 nm d'épaisseur et en Figure 45 celles relatives à la sous-couche de platine de 15 nm d'épaisseur. Nous reportons sur ces graphes les fréquences mesurées ainsi que les fréquences modélisées par l'Équation 29. Pour faire coïncider le modèle et les mesures, le seul paramètre d'ajustement est  $c_0$  qui est la vitesse acoustique d'une onde de surface se propageant dans le système Pt/PZT pour lequel les plots sont infiniment espacés. Le bon accord entre les mesures et toutes les branches de fréquences modélisées sur les Figure 44 et Figure 45 nous permet d'extraire  $c_{0, 50\text{nm}} = 1.36$  nm/ps et  $c_{0, 15\text{nm}} = 1.55$  nm/ps.

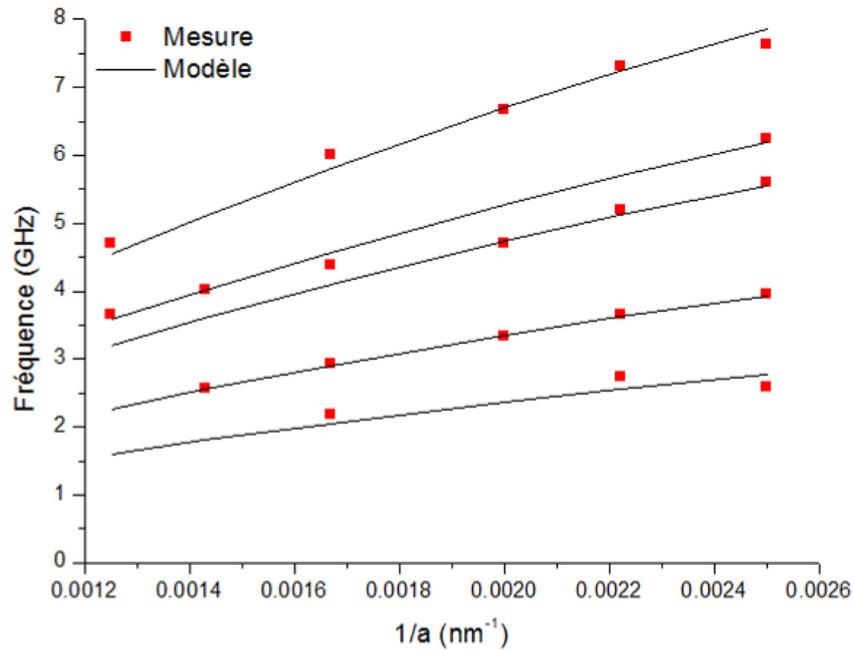


Figure 44: Fréquence des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas du réseau de plots – Echantillon avec sous-couche de platine de 50 nm sur PZT (100).

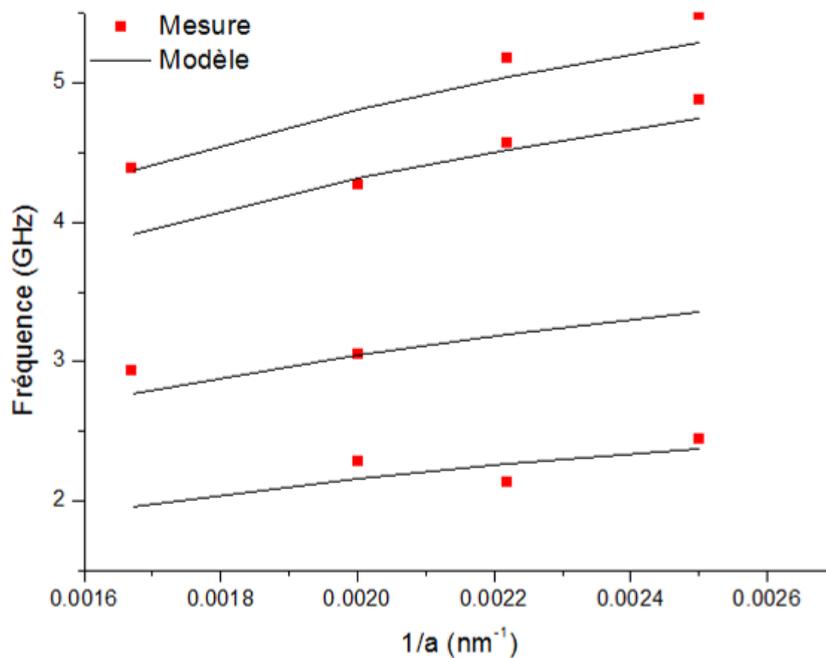


Figure 45: Fréquence des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas du réseau de plots – Echantillon avec sous-couche de platine de 15 nm sur PZT (100).

### 2.3.2.2. Vitesse de Rayleigh

La vitesse acoustique  $c_0$ , d'un système tel que le système Pt/PZT, en fonction de l'épaisseur de platine, s'exprime par l'Équation 30. Nous savons que  $c_R^{Pt} = 1.31$  nm/ps car ce matériau a été étudié par ailleurs à l'IEMN/ISEN (mesures d'une couche de platine sur Pyrex). Nous ajustons  $\delta$  et  $c_R^{PZT}$  afin de faire correspondre le modèle aux points expérimentaux comme le montre la Figure 46. Nous extrayons ainsi  $c_R^{PZT} = 1.84$  nm/ps (avec  $\delta = 55$ ).

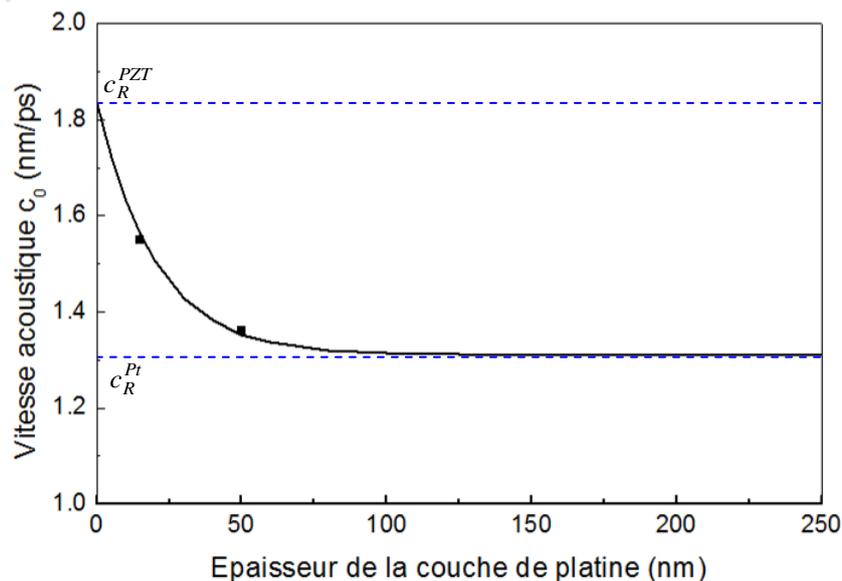


Figure 46: Evolution de la vitesse acoustique  $c_0$  du système Pt/PZT en fonction de l'épaisseur de platine.

Avant d'aller plus loin, nous nous proposons de verrouiller cette vitesse de Rayleigh du PZT à l'aide de l'étude d'un autre système utilisant un transducteur nanostructuré, à savoir Al/PZT.

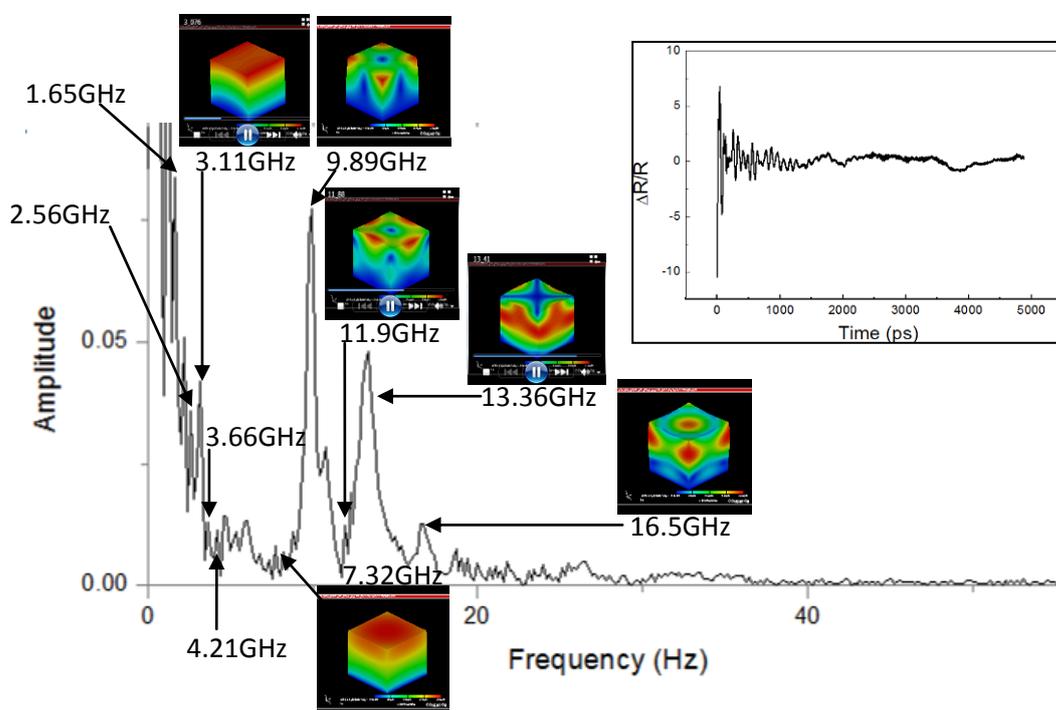
### 2.3.3. Mesure de la vitesse de Rayleigh dans le système Al/PZT

La Figure 40 et la Figure 41 présentant respectivement le layout et l'empilement utilisés dans le cas du système Pt/PZT reste valable dans le cas de ce nouveau système Al/PZT. La sous-couche et les plots sont désormais en aluminium. Nous disposons des échantillons suivants, sur le PZT issu du lot U718P-P09 (PZT majoritairement (100) d'épaisseur 2.1  $\mu\text{m}$ ) :

- Plots d'Al de 200nm d'épaisseur/Sous-couche d'Al de 10nm d'épaisseur/PZT 2.1  $\mu\text{m}$
- Plots d'Al de 200nm d'épaisseur/Sous-couche d'Al de 100nm d'épaisseur/PZT 2.1  $\mu\text{m}$

De nouveau, nous dirigeons la pompe sur les plots, ce qui excite à la fois des modes individuels et des modes collectifs. Les mesures sont effectuées en pompe rouge et sonde bleue à une longueur d'onde de  $\lambda = 820$  nm, sélectionnée car nous permettant d'obtenir des signaux relativement riches.

La Figure 47 montre la transformée de Fourier obtenue à partir du signal d'acoustique picoseconde mesuré sur un réseau de pas  $a = 400$  nm (en encadré). Nous pouvons repérer les fréquences de différents modes collectifs, respectivement à 1.65, 2.56, 3.66 et 4.21 GHz (présentant approximativement les rapports remarquables recherchés). A l'aide de la simulation par éléments finis du plot d'aluminium, nous pouvons également repérer des modes individuels. Nous sélectionnons à partir des différentes TF, les fréquences se retrouvant d'un pas de réseau à un autre, et se trouvant proches des fréquences simulées. Ainsi sur la Figure 47, nous repérons des modes individuels respectivement à 3.11 (simulé à 3.07), 7.32 (simulé à 7.35), 9.89 (simulé à 10.03), 11.9 (simulé à 11.88), 13.36 (simulé à 13.41) et 16.5 GHz (simulé à 16.53 GHz). De nouveau nous constatons un très bon accord entre les fréquences des modes individuels mesurés et celles simulées ( $\Delta < 2\%$ ).



**Figure 47: Transformée de Fourier et signal mesuré en pointant le laser sur un plot Al sur l'échantillon avec 10 nm de sous-couche d'Al sur 2.1  $\mu\text{m}$  de PZT (100) – réseau de plot de pas  $a = 400$  nm.**

Ce travail a été réalisé sur les échantillons avec une sous-couche d'aluminium respectivement de 10 nm (Figure 48) et de 100 nm d'épaisseur (Figure 49), pour des réseaux de plots avec des pas allant de  $a = 400$  à 800 nm. Nous traçons l'évolution des fréquences des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas du réseau. De la comparaison entre le modèle (Équation 29) et les mesures, nous pouvons extraire  $c_{0, 10\text{nm}} = 1.85$  nm/ps et  $c_{0, 100\text{nm}} = 2.69$  nm/ps.

Nous traçons la vitesse acoustique  $c_0$  du système Al/PZT en fonction de l'épaisseur d'aluminium. Nous savons que  $c_R^{\text{Al}} = 2.88$  nm/ps car ce matériau a été étudié par ailleurs [73]. Nous ajustons  $\delta$  et  $c_R^{\text{PZT}}$  afin de faire correspondre le modèle (Équation 30) aux points expérimentaux comme le montre

la Figure 50. Nous extrayons ainsi  $c_R^{PZT} = 1.74 \text{ nm/ps}$  (avec  $\delta = 57$ ). Cette valeur est proche de celle obtenue sur le système Pt/PZT ( $1.84 \text{ nm/ps}$ , soit un écart  $\Delta = 5 \%$ ) comme le montre la Figure 51. Il est important de noter que dans le cas du système Al/PZT nous avons  $c_R^{Al} > c_R^{PZT}$ , alors que dans le système Pt/PZT nous avons  $c_R^{Pt} < c_R^{PZT}$ . Malgré cela, nous trouvons un excellent accord des mesures issues des deux systèmes. Cet accord est mis en évidence par la jonction des deux courbes lorsque l'épaisseur de sous-couche tend vers 0, sur la Figure 51, ce qui conforte la vitesse de Rayleigh que nous avons extraite pour le PZT.

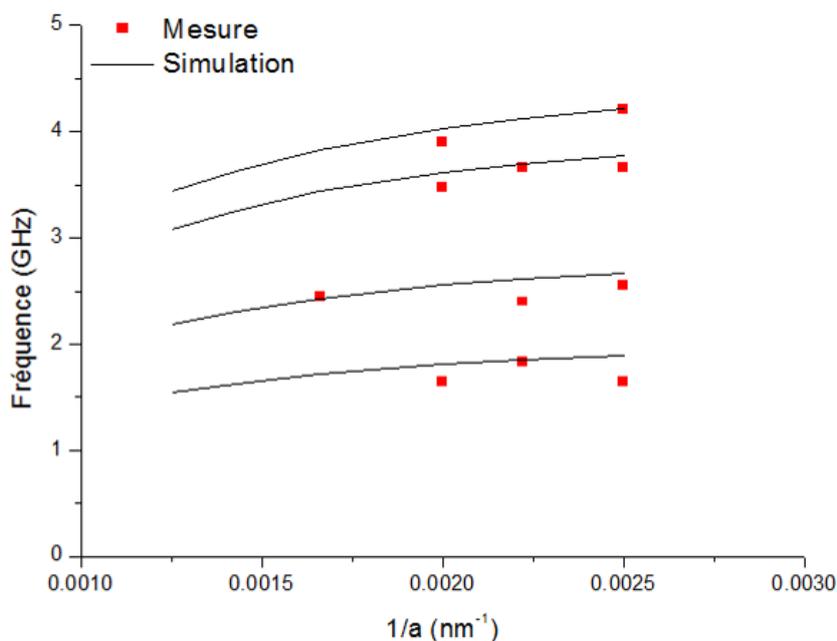


Figure 48: Fréquence des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas du réseau de plots – Echantillon avec sous-couche d'Aluminium de 10 nm sur PZT (100).

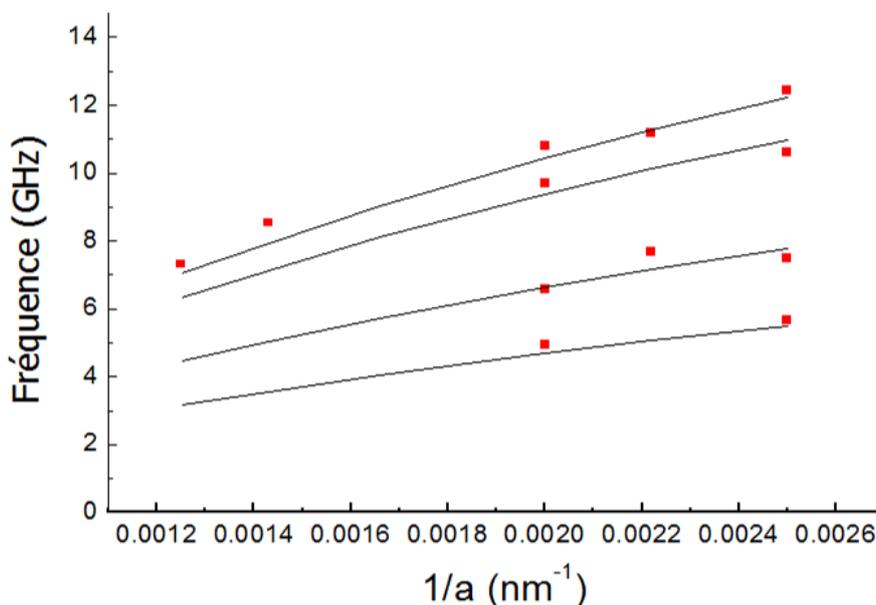


Figure 49: Fréquence des modes collectifs en fonction de l'inverse du pas du réseau de plots – Echantillon avec sous-couche d'Aluminium de 100 nm sur PZT (100).

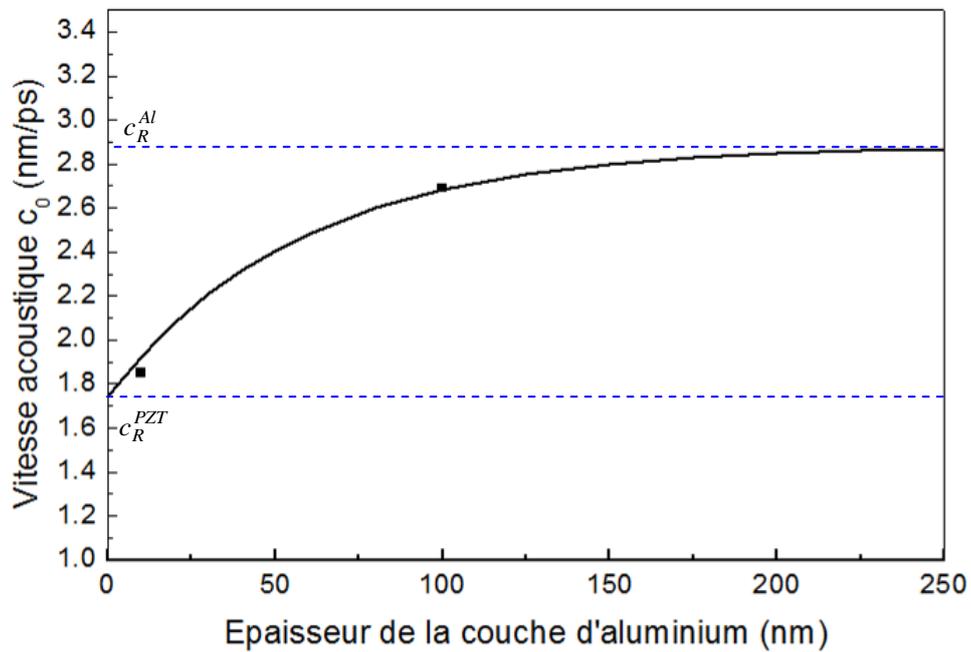


Figure 50: Evolution de la vitesse acoustique  $c_0$  du système Al/PZT en fonction de l'épaisseur d'aluminium.

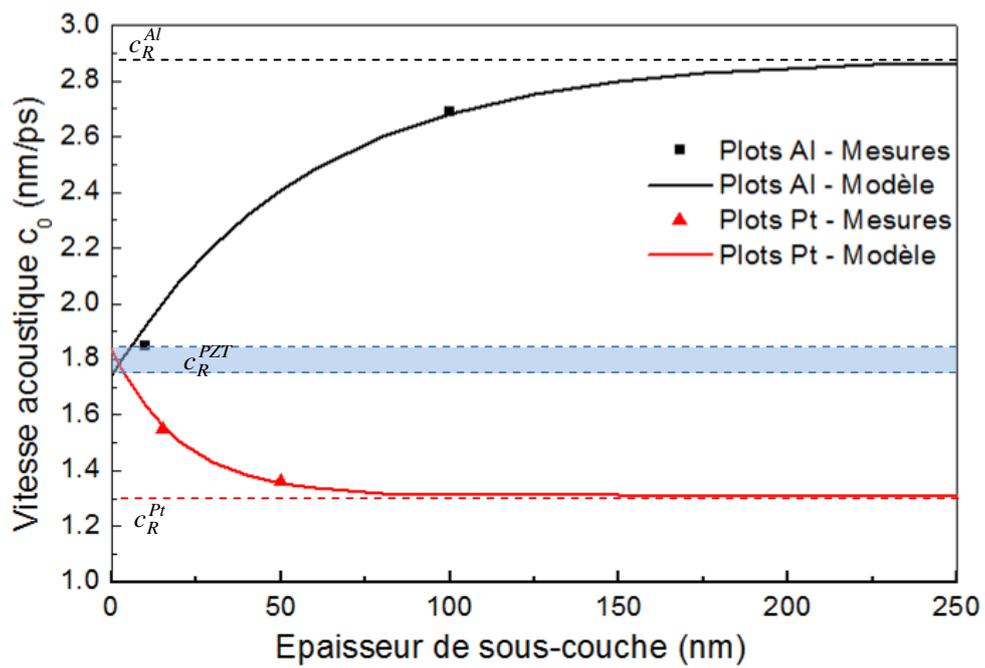


Figure 51: Evolution de la vitesse acoustique  $c_0$  en fonction de l'épaisseur de sous-couche – Comparaison entre les systèmes Al/PZT et Pt/PZT.

### 2.3.4. Extraction de la vitesse transverse du PZT

Nous avons mesuré les vitesses acoustiques longitudinales et transverses de deux échantillons de PZT (100). L'approximation de Viktorov, donnée en Équation 31, relie les vitesses longitudinales ( $c_L$ ), transverses ( $c_t$ ) et de Rayleigh ( $c_R$ ) dans le cas des matériaux isotropes. A l'aide de cette équation, nous calculons la vitesse transverse des deux échantillons. Les deux valeurs sont proches ( $\Delta < 6\%$ ) et la vitesse acoustique transverse moyenne du PZT est  $c_t = 1.90 \pm 0.06$  nm/ps. Le Tableau 9 synthétise cette étude.

## 2.4. Calcul des propriétés élastiques du PZT

A partir des vitesses acoustiques transverses et longitudinales mesurées sur les échantillons de PZT, nous allons calculer les propriétés élastiques du matériau. Dans le cas de l'hypothèse d'isotropie, nous calculerons le module d'Young, que nous comparerons à celui issu de mesures de nanoindentation, et le coefficient de Poisson. Dans un second temps, nous utiliserons les vitesses acoustiques mesurées en acoustique picoseconde, pour calculer les coefficients de la matrice de raideur élastique du PZT considéré comme anisotrope, dans le cas de sa maille cubique.

### 2.4.1. Calcul du module d'Young et du coefficient de Poisson

A partir de la vitesse longitudinale et de la vitesse transverse mesurées sur les deux échantillons de PZT étudiés et en utilisant le système d'Équation 35, nous calculons le module d'Young et le coefficient de Poisson sans approximation de l'un ou de l'autre. Nous obtenons  $E = 77.8 \pm 4.0$  GPa et  $\nu = 0.40 \pm 0.01$  (Tableau 9). Cette valeur de module d'Young est en bon accord avec le module d'Young extrait au CEA à partir de la mesure des coefficients piézoélectriques du PZT [97] ou de certaines valeurs de l'état de l'art [32].

Avec cette valeur de coefficient de Poisson, beaucoup plus élevée qu'approximée initialement, nous retraçons la Figure 39 (Figure 52). La moyenne des modules d'Young pour le PZT polycristallin majoritairement orienté (100) est de l'ordre de  $E_{\text{poly}(100)} = 80$  GPa, 8 % inférieure à celle du PZT polycristallin majoritairement orienté (111),  $E_{\text{poly}(111)} = 87$  GPa. De nouveau, nous constatons une tendance à l'augmentation du module d'Young quand l'épaisseur de PZT augmente, jusqu'à une épaisseur de l'ordre de 1 à 1.5  $\mu\text{m}$ . Puis le module d'Young semble stagner même si l'épaisseur continue à augmenter.

Echantillon	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	$c_L$ (nm/ps)	$c_R$ (nm/ps)	$c_t$ (nm/ps)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
$\mu\text{S4630P-P07}$	0.5	4.73	1.84	1.95	81.8	0.39
U718P-P09	2.1	4.79	1.74	1.84	73.8	0.41
			Moyenne	$1.90 \pm 0.06$	$77.8 \pm 4.0$	$0.40 \pm 0.01$

Tableau 9: Vitesses acoustiques longitudinale, de Rayleigh et transverse, ainsi que module d'Young et coefficient de Poisson des deux échantillons de PZT (100) étudiés.

Echantillon	Orientation	Epaisseur (μm)	Vitesse acoustique longitudinale (nm/ps)	Module d'Young pour $\nu=0.4$ (GPa)
U718P-P01	(100)	0.16	4.65±0.16	77.8±5.3
U718P-P06		0.335	4.64±0.06	77.4±2.0
U718P-P06		0.335	4.57±0.10	75.1±3.3
μS4630P-P07		0.506	4.73±0.07	80.4±2.4
U718P-P07		0.518	4.68±0.06	78.7±2.0
U718P-P08		0.995	4.72±0.06	80.1±2.0
U718P-P08		0.995	4.77±0.17	81.9±5.8
μS4680P-P06		1.87	4.72±0.02	80.1±0.7
μS4680P-P06		1.87	4.82±0.03	83.5±1.0
U718P-P09		2.087	4.79±0.03	82.4±1.0
U718P-P09		2.087	4.60±0.11	76.1±3.6
μS9377P-P03		(100)	0.223	4.85±0.22
μS9377P-P04	« grad free »	0.551	4.85±0.07	84.5±2.4
Q154P-P10	(111)	0.173	4.81±0.09	83.2±3.1
P571A-P05		0.348	4.87±0.1	85.3±3.5
P571A-P05		0.348	4.81±0.07	83.2±2.4
P571A-P04		0.525	4.93±0.06	87.3±2.1
P571A-P04		0.525	4.84±0.06	84.2±2.1
P571A-P06		1.036	5.00±0.05	89.8±1.8
μS3935P-P13		2.192	5.13±0.03	94.6±1.1
μS4137D-P4_7		2.141	4.88±0.03	85.6±1.1
Mono		Mono	0.198	5.4

Tableau 10: Modules d'Young calculés à partir des vitesses acoustiques longitudinale et transverse du PZT,  $\nu = 0.4$ .

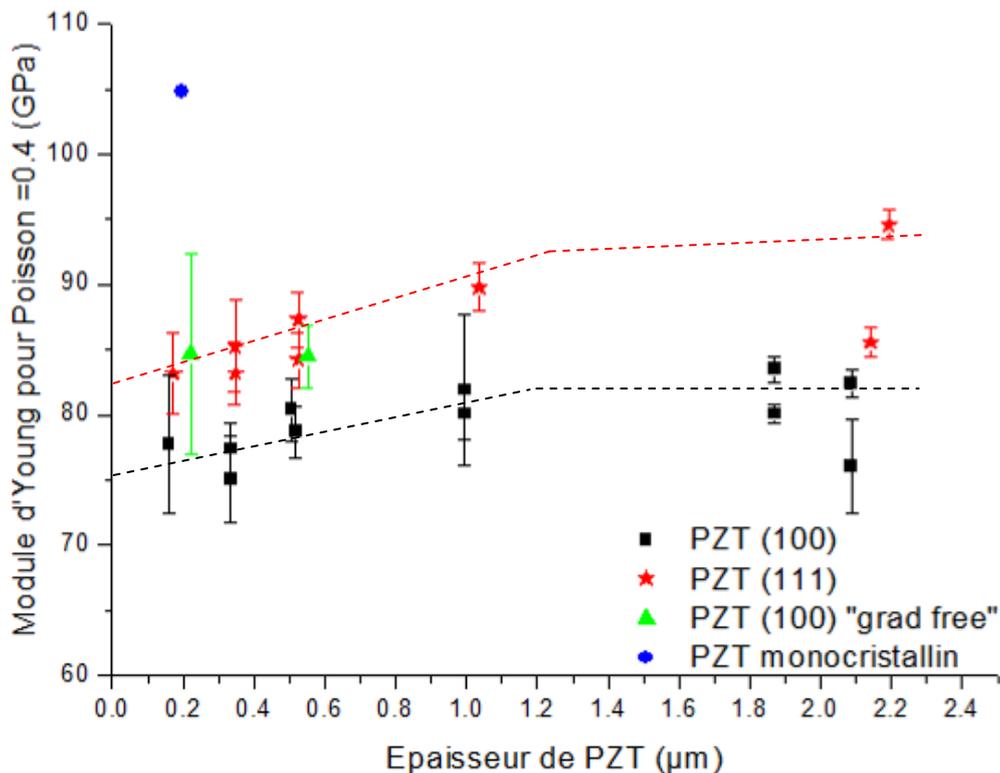


Figure 52: Evolution du module d'Young du PZT, calculé à partir de la vitesse acoustique longitudinale pour un coefficient de Poisson de 0.4, en fonction de l'épaisseur et de la nature du PZT.

### 2.4.2. Comparaison avec la nanoindentation

La nanoindentation consiste à appliquer, à l'aide d'une pointe, une force de l'ordre de quelques micro-Newtons (avec une résolution de quelques nN) sur le matériau à caractériser, puis de mesurer la profondeur de pénétration avec une forte résolution (de l'ordre 0.1 nm). Cette mesure nous permet d'extraire la dureté du matériau ainsi que son module d'Young réduit,  $E_R$ , donné par l'Équation 38 [54]. La connaissance du module d'Young ( $E_i$ ) et du coefficient de Poisson ( $\nu_i$ ) de l'indenteur permet de déterminer le module d'Young  $E$ , à partir du coefficient de Poisson ( $\nu$ ) de l'échantillon.

$$\frac{1}{E_R} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad \text{Équation 38}$$

Cette méthode est industrielle, une norme ISO décrit notamment son utilisation (ISO 14577). Il est ainsi intéressant de confronter les modules d'Young du PZT, mesurés par acoustique picoseconde, à ceux que l'on peut mesurer par nanoindentation. Des mesures ont été réalisées par le groupe de caractérisation de *STMicroelectronics* à l'aide d'un nanoindenteur *MTS modèle XPW-300*. Deux pointes ont été utilisées : une pointe *Berkovitch* et une pointe *Cube corner* qui est réputée pour limiter l'influence du substrat sur la mesure. Pour chaque site de mesure, la mesure est répétée 18 fois afin d'améliorer la précision. La profondeur d'indentation est fonction de l'épaisseur de l'échantillon considéré. Les mesures sont effectuées sur les échantillons de PZT majoritairement orientés (100) ou (111), avec des épaisseurs variant d'environ 200 nm à environ 2 µm, qui ont été

caractérisés au préalable par acoustique picoseconde. Nous utilisons  $\nu = 0.4$  pour calculer les modules d'Young à partir des modules d'Young réduits (Figure 53).

L'acoustique picoseconde nous permet de distinguer le PZT majoritairement orienté (100) de celui majoritairement orienté (111), le module d'Young moyen du PZT (111) (87 GPa) étant environ 8% plus élevé que celui du (100) (80 GPa). Par la nanoindentation, le module d'Young moyen du PZT (100) est du même ordre que celui du (111), à savoir environ 140 GPa. Outre le fait que la nanoindentation ne nous permet pas de distinguer le PZT (100) du PZT (111), on note un écart important entre les modules d'Young extraits par les deux techniques, de l'ordre de 40 %. Notons que les valeurs de module d'Young donnés par la nanoindentation sont semblables à ceux calculés plus tôt à partir des mesures de vitesses longitudinales et de l'hypothèse d'un coefficient de Poisson  $\nu = 0.3$ . La mesure de la vitesse transverse est décisive pour prouver que la valeur donnée par la nanoindentation est surestimée. En effet, pour obtenir un tel module d'Young avec les vitesses acoustiques mesurées, nous serions amenés à fixer la densité à une valeur inférieure à  $4000 \text{ g/cm}^3$ , bien loin de la densité réelle du matériau. L'empilement complexe étudié, présentant une couche « molle » d'oxyde entre deux couches plus dures (le silicium et le platine sous le PZT) pourrait expliquer que la nanoindentation surestime la valeur du module d'Young du PZT, entre autre, à cause de la contribution de l'empilement. Cette technique ayant pourtant largement fait ses preuves y compris dans l'industrie, une étude plus approfondie de l'influence de l'empilement permettrait sans doute d'aller plus loin en nanoindentation. Néanmoins nous n'avons pas pu mener une telle étude et cette comparaison met en exergue la difficulté de mesurer le module d'Young du PZT au sein de son empilement et de l'importance de sa caractérisation complète par la mesure de la vitesse longitudinale et transverse par acoustique picoseconde.

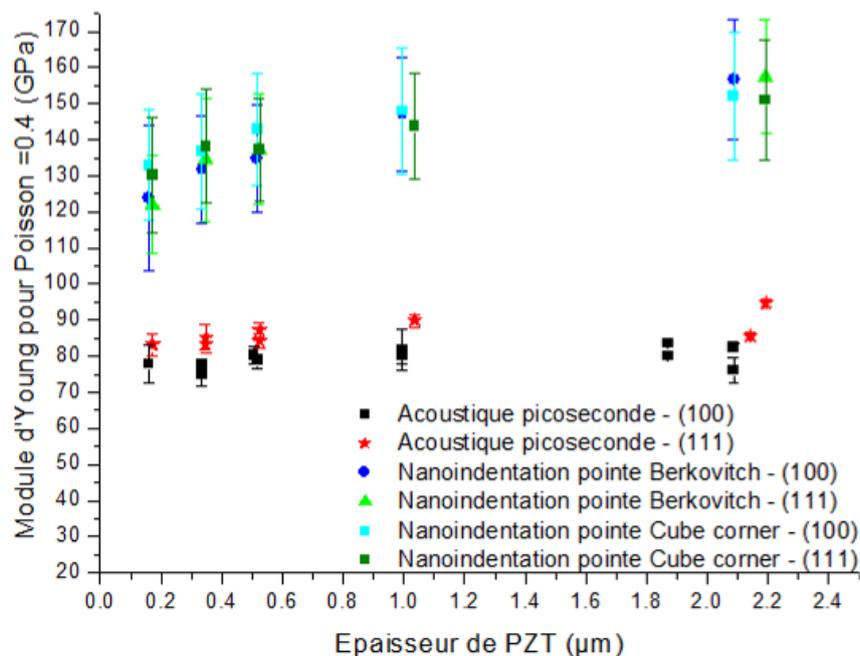


Figure 53: Module d'Young du PZT (100) et (111) mesurés par nanoindentation et acoustique picoseconde, pour un coefficient de Poisson de 0.4.

### 2.4.3. Calcul des coefficients de la matrice de raideur élastique dans le cas de l'anisotropie du PZT

Dans cette section, nous allons approximer les coefficients de la matrice de raideur élastique du PZT orienté majoritairement (100) à partir des vitesses acoustiques longitudinales et transverse mesurées par acoustique picoseconde. La vitesse transverse étant calculée à partir de l'approximation de Viktorov et de modèles valables pour les matériaux isotropes, nous sommes conscients de l'approximation faite sur ces coefficients.

En faisant l'hypothèse que la maille est cubique, la matrice de raideur élastique du PZT peut s'écrire comme suit (Équation 39) [16].

$$C_{cubique} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix} \quad \text{Équation 39}$$

Nous avons mesuré la vitesse acoustique transverse du PZT (100) qui peut s'exprimer par l'Équation 40 [77].

$$c_t = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}} \quad \text{Équation 40}$$

A l'aide de l'Équation 36 et de l'Équation 40, nous pouvons calculer les coefficients de la matrice de raideur élastique :

$$\begin{cases} c_{11} = \rho c_{L(100)}^2 \\ c_{44} = \rho c_t^2 \\ c_{12} = \rho \left( \frac{3c_{L(111)}^2 - c_{L(100)}^2}{2} - 2c_t^2 \right) \end{cases} \quad \text{Équation 41}$$

Nous avons les valeurs moyennes  $c_{L(100)} = 4.7$  nm/ps,  $c_{L(111)} = 4.9$  nm/ps et  $c_{t(100)} = 1.9$  nm/ps. Nous pouvons ainsi donner à l'Équation 42 une approximation de la matrice de raideur élastique du PZT dans sa maille cubique.

$$C_{cubique} = \begin{pmatrix} 170 & 137 & 137 & 0 & 0 & 0 \\ 137 & 170 & 137 & 0 & 0 & 0 \\ 137 & 137 & 170 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 28 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 28 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 28 \end{pmatrix} \text{ [GPa]} \quad \text{Équation 42}$$

## 2.5. Etude de la vitesse longitudinale en fonction de la tension appliquée

Lorsque le PZT est utilisé comme actionneur, un champ électrique est amené à lui être appliqué. Ainsi, les propriétés mécaniques et notamment le module d'Young que nous cherchons à mesurer, seront d'autant plus pertinentes que l'on s'approche des conditions réelles d'utilisation. Ainsi, nous nous proposons d'étudier l'influence d'un champ électrique appliqué au PZT sur sa vitesse acoustique longitudinale. Ce travail a déjà été réalisé avec succès sur l'AlN qui présente pourtant un coefficient piézoélectrique très inférieur à celui du PZT. Dans ce cas, l'acoustique picoseconde avait permis de mettre en évidence une variation de raideur élastique en fonction de la tension, au travers d'une variation du coefficient  $c_{33}$  de 54 ppm/V [98, 131].

### 2.5.1. Principe de la mesure et mode opératoire

La Figure 54 schématise la mesure en tension mise en place. Il s'agit de pouvoir appliquer un champ électrique selon l'épaisseur du PZT, via l'électrode inférieure en platine et l'électrode supérieure pouvant être opaque (en ruthénium), ou transparente (en ITO). Lorsque la tension est appliquée aux bornes du PZT, le matériau doit se contracter dans le plan du substrat, en même temps que son épaisseur augmente. Pour estimer l'effet recherché, on considère le coefficient du PZT  $d_{33}$ , en faisant l'hypothèse que  $d_{33} = -2d_{31} \approx 300$  pm/V. **Ainsi, pour une tension de 50 V, on peut estimer la variation d'épaisseur à environ 15 nm soit une variation au niveau du temps de vol de l'ordre de 6 ps** (pour un aller-retour dans du PZT de 500 nm d'épaisseur présentant une vitesse d'environ 5 nm/ps). De plus, comme cela a été mis en évidence sur l'AlN, la présence de ce champ électrique peut induire une variation de la vitesse acoustique traduisant une variation de la raideur élastique du matériau.

L'objectif des mesures est donc au minimum d'observer la variation d'épaisseur du matériau via une différence de temps de vol de l'impulsion acoustique longitudinale dans la couche de PZT. Dans un second temps, nous désirons observer si une variation de la vitesse acoustique longitudinale est notable en fonction de la tension appliquée. Pour ce faire, nous chercherons à identifier l'écho (électrode opaque) ou le saut de réflectivité (électrode transparente) relatif au PZT, pour différentes tensions.

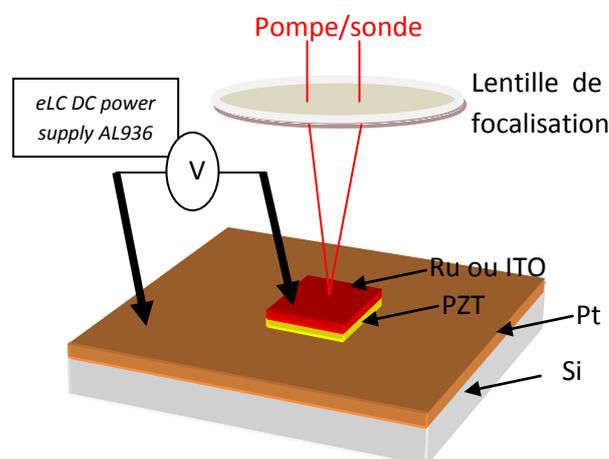


Figure 54: Vue schématique de la mesure sous tension.

### 2.5.2. Mesures et exploitation des résultats en tension

De nombreuses mesures ont été réalisées sous champ électrique. Les résultats sont reportés en Annexe D. La Figure 55 donne par exemple les signaux mesurés lorsque l'on dirige le laser sur l'électrode supérieure de ruthénium. L'empilement considéré est (échantillon V569P-P20 de PZT (100)) : Ru(100nm)/PZT(500nm)/Pt(100nm)/SiO<sub>2</sub>(500nm)/Si. Nous travaillons avec une pompe rouge et une sonde rouge à une longueur d'onde  $\lambda = 830$  nm. Nous faisons varier la tension de 0 à 30 V. L'impulsion acoustique est dans ce cas générée dans le ruthénium. Elle va faire plusieurs allers-retours dans cette couche, et sur la Figure 55, nous commençons par remarquer les deux premiers échos dans le ruthénium. Le premier correspond à un temps de 33 ps, ce qui correspond parfaitement à un aller-retour dans  $d = 100$  nm de ruthénium comme attendu ( $c_{Ru} = 6$  nm/ps).

Nous remarquons ensuite un écho très peu marqué, aux alentours de  $t = 225$  ps. Nous savons que la vitesse acoustique moyenne du PZT (100) est  $c_l = 4.7$  nm/ps, soit une épaisseur de PZT de 529nm (épaisseur cible 500nm). Pour être sûr que cet écho est bien représentatif du PZT, il aurait fallu pouvoir détecter sa réplique. Avec une génération en surface, l'impulsion acoustique doit dans ce cas faire plusieurs allers-retours dans le PZT et se retrouve trop atténuée pour être détectée.

Nous étudions cet « écho » lorsque la tension varie de 0 à 29.6 V. Le bruit qui parasite les signaux complique singulièrement cette étude, mais il semblerait qu'aucune influence de la tension ne soit détectable sur l'« écho » observé.

Vu les difficultés que nous avons rencontrées précédemment pour détecter des échos dans le système Ru/PZT, nous pouvons douter que cet écho soit bien celui du PZT. Une autre explication pourrait expliquer l'absence d'effet de la tension sur le temps de vol : l'effet d'épaisseur induit par le champ électrique pourrait être de sens opposé à l'effet du champ sur la vitesse acoustique.

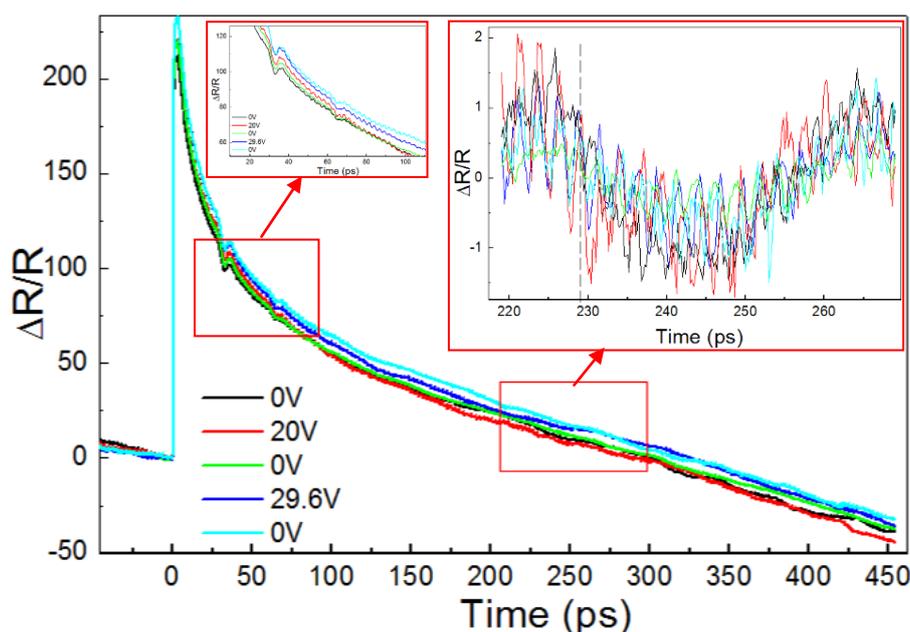


Figure 55: Signal d'acoustique picoseconde mesuré en RR à 830nm en fonction de la tension sur un échantillon de Ru/PZT(100) de 500 nm d'épaisseur.

La présence de la couche de ruthénium implique la génération et la détection en surface de l'échantillon. L'écho recherché résulte du retour à la surface libre de l'échantillon d'une impulsion acoustique ayant parcouru un aller-retour dans le PZT, impliquant sa forte atténuation. Nous décidons d'utiliser une électrode transparente en ITO qui va nous permettre de générer l'impulsion acoustique à l'interface PZT/Pt. Nous étudions désormais l'empilement suivant (échantillon de PZT (100) V176P-P07): ITO(200nm)/PZT(500nm)/Pt(100nm)/SiO2(500nm)/Si. Nous pointons le laser sur l'ITO et nous faisons l'acquisition de signaux en pompe rouge et sonde bleue à  $\lambda = 820$  nm. Le signal est particulièrement bruité sur les 50 premières picoseconde. Nous ne pouvons pas exploiter les oscillations Brillouin. Nous étudions donc les sauts de réflectivité qui interviennent avant 140 ps. Au regard du point A de la Figure 56, nous ne constatons pas une variation du temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT quand la tension passe de 0 à 40 V. Si nous regardons désormais la zone B de la même figure, nous constatons une modification du signal, en particulier du fond spectral lorsque la tension varie, sans pouvoir conclure sur ces mesures.

Pour cette première série de mesures nous avons utilisé de la laque d'argent afin de reprendre le contact de l'électrode inférieure par la tranche de l'échantillon clivé. doutant d'avoir un contact électrique fiable, nous refaisons une série de mesures en posant une pointe sur une capacité de PZT et la seconde pointe sur une capacité de PZT à proximité. Ces deux capacités ayant la même électrode inférieure, nous espérons par ce biais imposer le champ électrique à la capacité étudiée. La Figure 57 montre les signaux enregistrés dans ces conditions à  $\lambda = 810$  nm. Encore une fois nous ne pouvons conclure quant à l'influence de la tension sur le PZT. Nous sommes par contre sûrs de la bonne application des conditions électriques. En effet, une défaillance de la capacité est observée, et un arc électrique endommage l'électrode d'ITO à 40 V (Figure 58).

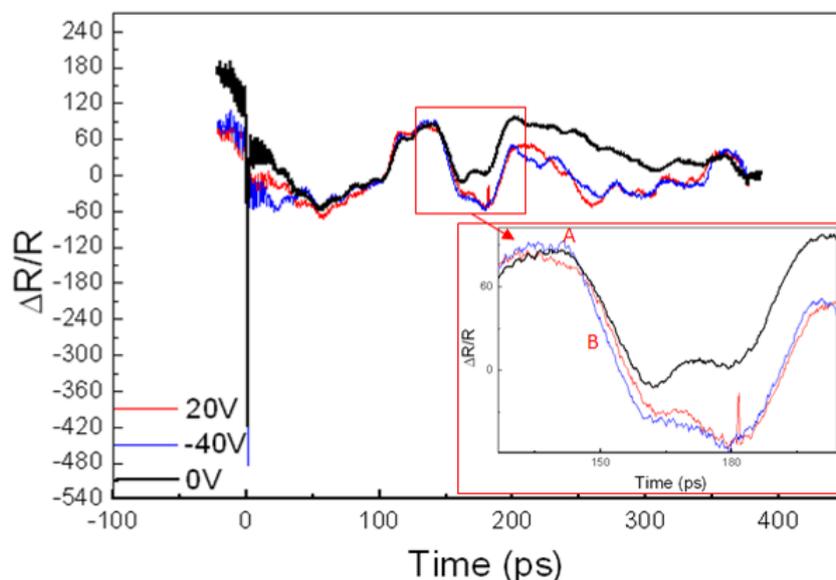


Figure 56: Signaux d'acoustique picoseconde en RB à 820nm lorsque l'on pointe le laser sur l'électrode d'ITO (sur PZT (100) 500nm) – Influence de la tension.

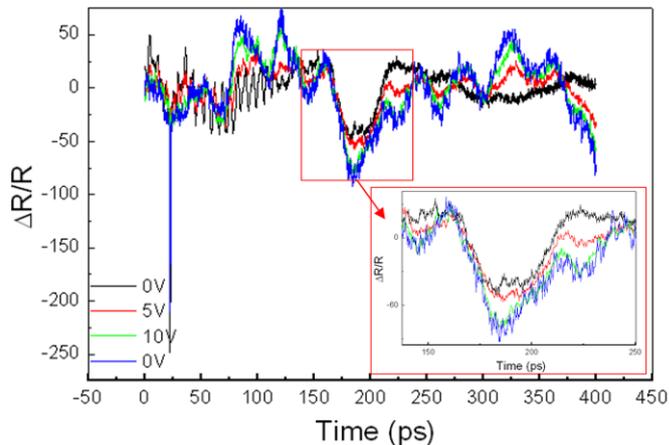


Figure 57: Signaux d'acoustique picoseconde en RB à 810nm, laser pointé sur l'électrode d'ITO (PZT (100) 500nm) – Influence de la tension en posant les pointes sur deux capacités à proximité



Figure 58: Photographie de la défaillance subie par l'ITO sous 40V.

De nombreuses mesures ont été réalisées sous tension en utilisant la détection optique classique. Aucune d'elles ne nous a permis de conclure quant à l'effet de la tension sur le PZT. La méthode a pourtant été démontrée sur l'AIN, au coefficient piézoélectrique beaucoup plus faible et donc engendrant des phénomènes à mesurer a priori plus faibles. C'est ici la qualité des signaux qui complique l'étude. **D'autres mesures sont à envisager en utilisant une détection interférométrique, plus adaptée à la caractérisation du phénomène principal recherché, à savoir le déplacement de la surface de l'échantillon.**

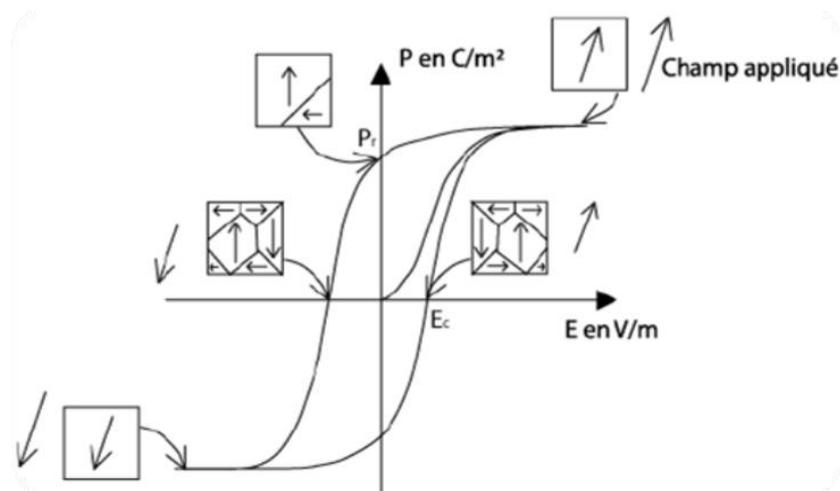
## 2.6. Influence de la fréquence d'excitation sur la vitesse longitudinale

Les mesures effectuées en acoustique picoseconde utilisent des impulsions acoustiques générées à plusieurs dizaines de Gigahertz. Il est possible que l'utilisation d'impulsions acoustiques à hautes fréquences nous donne une information biaisée des propriétés de notre matériau, notamment du fait de la **relaxation des parois des domaines de polarisation** au sein du matériau. Nous allons dans les paragraphes qui suivent présenter la problématique des parois de domaines, détailler l'expérience mise en œuvre pour étudier ce phénomène, et finalement discuter les courbes expérimentales.

### 2.6.1. Les parois de domaines

Un cristal ferroélectrique est constitué de différentes régions présentant des états de polarisation homogènes, appelées domaines. Ces **domaines de polarisation** sont séparés par des parois, les **parois de domaine**, qui cherchent à minimiser l'énergie du système. Lorsqu'un champ électrique est appliqué au matériau, on force les dipôles de chaque domaine à se réorienter pour s'aligner avec le

champ appliqué. Ceci va se traduire par la réorientation progressive des domaines, qui va s'opérer de manière plus ou moins aisée, pouvant même engendrer la formation de nouveaux domaines et donc le déplacement des parois de domaines, jusqu'à gagner tout le matériau [99]. Ce comportement hétéroclite des domaines va engendrer un cycle d'hystérésis de la polarisation  $P$  en fonction du champ  $E$  appliqué (Figure 59). On retrouve le champ coercitif  $E_c$  introduit au Chapitre 1. Lorsque le champ est nul, on note  $P_r$  la polarisation rémanente.



**Figure 59: Schématisation des domaines de polarisation présents dans le PZT et courbe d'hystérésis de la polarisation en fonction du champ électrique appliqué au matériau [100].**

Les domaines de polarisation et les parois de domaines sont étudiées depuis de nombreuses années, en particulier sur les matériaux ferromagnétiques pour lesquels les domaines de polarisation magnétique sont également séparés par des parois de domaines [108, 109].

C'est en analogie avec les domaines de polarisation magnétique que cette terminologie a été retenue pour les matériaux ferroélectriques. Les parois de domaines des matériaux ferroélectriques ont également été étudiées [107, 114, 116, 117], notamment parce qu'il semblerait que la taille des domaines impacte directement les propriétés piézoélectriques de ces matériaux. En effet, il a été constaté que la diminution de la taille des domaines dans le BaTiO<sub>3</sub> permettrait une augmentation significative des propriétés piézoélectriques [113, 115]. D'autre part, une étude du PZT indique que les domaines à 180° impactent seulement les constantes diélectriques, alors que les domaines à 90° peuvent toucher les propriétés diélectriques, mais également piézoélectriques et élastiques [117]. On comprend bien tout l'enjeu de la compréhension des phénomènes liés aux parois de domaines afin de bénéficier de matériaux possédant les meilleures propriétés possibles.

Lorsque le matériau est sollicité dans la gamme du gigahertz, les parois de domaines vont également réagir. Elles vont vibrer, résonner, émettre des ondes acoustiques ou réagir à celles-ci. Ce comportement en fréquence sera responsable, entre autre, d'une forte dispersion des propriétés diélectriques dans la gamme du gigahertz [101]. Au-delà d'une certaine fréquence, les parois de domaines vont relaxer et leur mouvement va devenir inopérant, ce qui va affecter les propriétés élastiques et diélectriques du matériau [107, 114]. Notamment, dans [107], les auteurs mesurent

une ligne coplanaire en or ou en cuivre, au-dessus du PZT afin d'en extraire les pertes et la constante diélectrique en fonction de la fréquence. Ils mettent en évidence une diminution marquée de la constante diélectrique, de l'ordre de 35 %, liée à la relaxation des parois de domaines autour de 10 GHz (Figure 60).

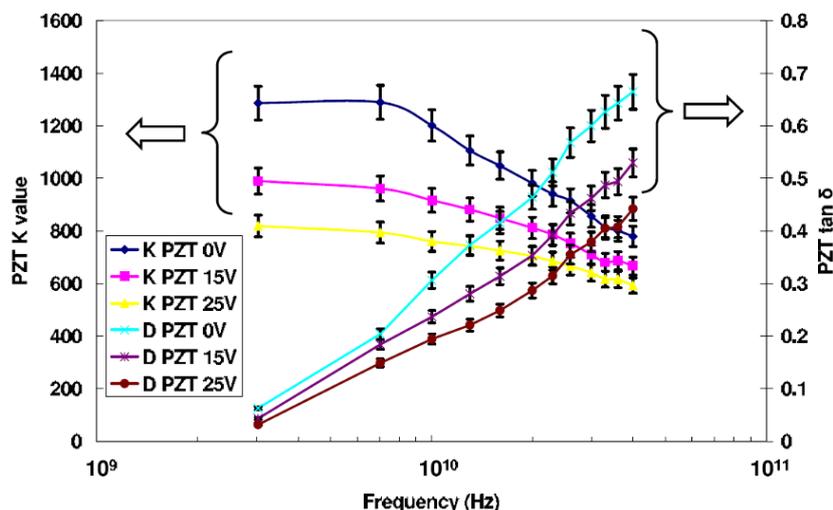


Figure 60: Mise en évidence de la relaxation des parois de domaines à partir de 10 GHz par l'étude de l'évolution des pertes et constante diélectrique du PZT en fréquence [107].

### 2.6.2. Principe de la mesure en fréquence

Nous désirons étudier la relaxation des parois de domaines, qui doit induire une différence de vitesse acoustique longitudinale entre des mesures réalisées en deçà et au-delà de ce seuil. L'objectif est de mesurer la vitesse des ondes acoustiques longitudinales dans le PZT à différentes fréquences à l'aide de l'acoustique picoseconde.

Nous savons qu'un transducteur fin permet de générer des spectres acoustiques sur une grande plage de fréquences allant du gigahertz à plusieurs dizaines (voire centaines) de gigahertz, selon la nature et l'épaisseur du transducteur. Le métal jusqu'alors en surface de notre PZT, le ruthénium, induit une génération d'impulsions acoustiques à hautes fréquences, fonction de la longueur d'absorption optique et donc indépendante de l'épaisseur de ruthénium. Dans notre cas, l'or est un bon choix pour réaliser le métal émetteur au-dessus de notre PZT. Ce métal noble a en effet la propriété de générer des déformations acoustiques homogènes sur plusieurs centaines de nanomètres lorsqu'il est sollicité par une impulsion de pompe [102]. En effet, dans l'or, les électrons sont faiblement couplés au réseau, et pénètrent profondément dans la matière avant de relâcher leur énergie [105, 106]. Ainsi pour de faibles épaisseurs de couche d'or, l'impulsion va s'étaler dans toute la couche qui va résonner à une fréquence (F) fonction de son épaisseur (d) comme l'indique l'Équation 43. Nous désirons donc utiliser la résonance (*ringing*) d'une couche d'or pour exciter de manière résonante une fréquence acoustique précise : la fréquence de résonance de la couche. Ainsi, nous pouvons moduler le signal d'excitation dans le PZT en fonction de l'épaisseur du transducteur d'or. Pour disposer de plusieurs fréquences, il suffira de déposer des transducteurs d'or d'épaisseurs différentes. La Figure 61 schématise le principe de la mesure.

$$F = \frac{1}{T} = \frac{1}{t_{\text{dans or}}} = \frac{c_{\text{or}}}{2d} \quad \text{Équation 43}$$

Avec T étant la période, équivalente au temps nécessaire à l'impulsion acoustique pour parcourir la couche d'or ( $t_{\text{dans or}}$ , avec  $c_{\text{or}} \approx 3.4 \text{ nm/ps}$ ).

Néanmoins, on sait que la détection optique classique des échos dans le cas d'un milieu absorbant sur PZT n'est pas aisée, du fait de la forte atténuation dans le PZT. De plus les phénomènes photo élastiques dans l'or sont quasi nuls et les impulsions basses fréquences ne sont ainsi pas efficacement détectées par ce mécanisme. L'interférométrie, adaptée historiquement par l'équipe de B. Perrin (CNRS Paris, France) sur un banc d'acoustique picoseconde pour détecter le déplacement de la surface de l'échantillon, nous semble être le système de détection à mettre en place pour contourner cette difficulté [103, 104].

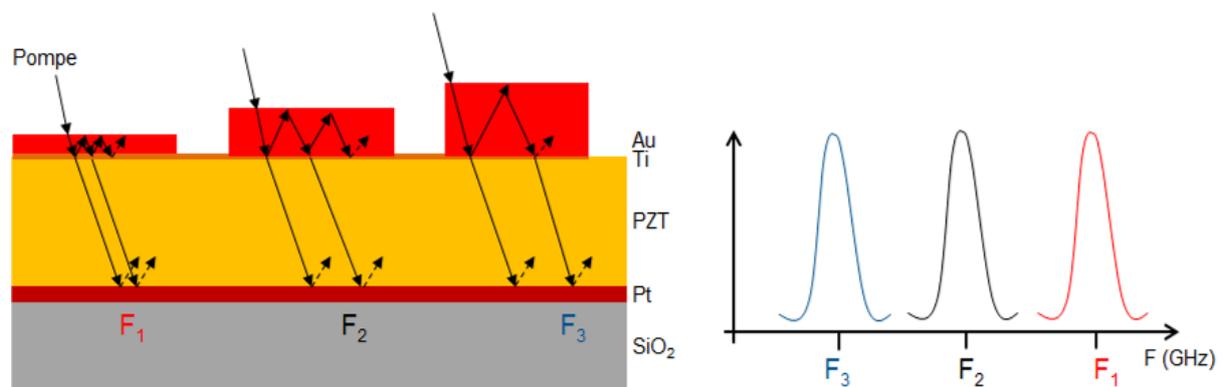


Figure 61: Principe de la modulation en fréquence dans l'échantillon de PZT en fonction de l'épaisseur d'or.

### 2.6.3. Mise en œuvre expérimentale

Le PZT caractérisé à diverses fréquences vient d'un seul et même échantillon ( $\mu\text{S4630P-P07}$ ) clivé en 4 afin d'avoir la plus grande homogénéité possible d'épaisseur et de matériau entre les différentes mesures. C'est un PZT majoritairement orienté (100) d'épaisseur 506 nm (Figure 41). Les couches minces d'or ont été déposées à la PTA (*Plateforme Technologique Amont* au CEA). Des coupes MEB ont été réalisées afin de vérifier les épaisseurs d'or déposées. A partir de ces épaisseurs et de l'Équation 43, nous pouvons calculer les temps de vol de l'impulsion acoustique dans la couche d'or et les fréquences théoriques (Tableau 11). Nous voyons notamment que nous allons faire deux mesures à basses fréquences (environ 6 GHz), avant la relaxation des parois de domaines et une à une fréquence intermédiaire (25 GHz), après relaxation des parois de domaines. De plus cet échantillon a déjà été caractérisé classiquement, à hautes fréquences ( $\approx 100^{\text{aine}}$  de GHz), et sa vitesse acoustique longitudinale est dans ce cas  $c_L = 4.73 \pm 0.07 \text{ nm/ps}$  (Tableau 4).

Comme indiqué précédemment, la couche d'or qui nous sert de transducteur est une couche opaque et pour détecter les échos de déplacement il faut modifier la détection optique de l'onde acoustique que nous avons utilisée jusqu'ici classiquement. Nous allons mettre en place une **détection interférométrique**. Le principe est d'introduire un deuxième faisceau sonde qui vient frapper l'échantillon au même endroit que la pompe et la sonde mais à un délai antérieur à celui de la pompe si bien que ce faisceau voit l'échantillon avant toute perturbation. Les deux faisceaux de

sonde sont ensuite recombinaés ce qui produit des interférences. Cette fois-ci le déplacement de la surface est détectable car il y a bien une différence vue par les deux bras de sonde. Le montage retenu pour notre expérience est schématisé sur la Figure 62 [104]. Il est inspiré du dispositif inventé par Sagnac, les deux bras parcourant le même trajet mais pas dans le même ordre. Ce montage est naturellement très stable du fait que les deux bras suivent le même trajet quelques soient les vibrations de la table. La détection interférométrique est connue en acoustique picoseconde [103, 104] mais elle nécessite néanmoins de nombreux réglages et calibrations qui ont été effectués par l'équipe de l'IEMN/ISEN.

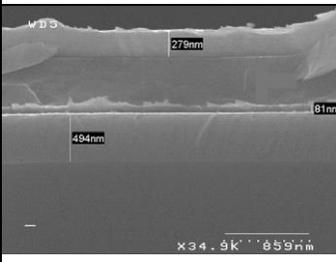
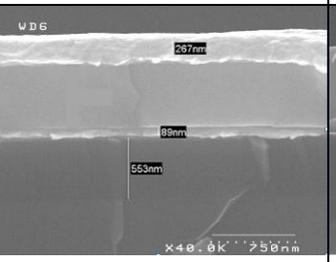
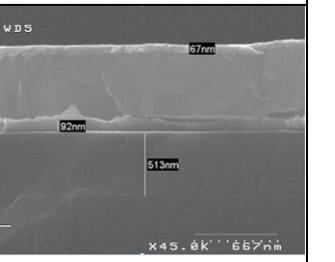
Epaisseur cible (nm)	280nm	250nm	80nm
Fréquence cible (GHz)	6.6	7.4	23
Coupe MEB			
Epaisseur mesurée (nm)	279	267	67
Temps de vol dans l'or (ps)	164.7	157	39.4
Fréquence (GHz)	6.1	6.4	25.4

Tableau 11: Coupe MEB des échantillons d'or sur PZT – Calcul du temps de vol et des fréquences induites.

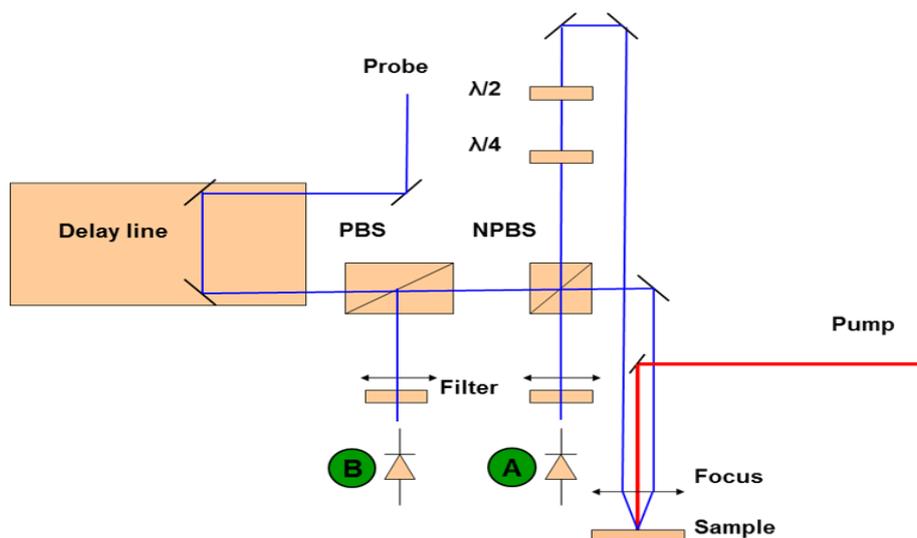


Figure 62: Schéma décrivant le montage interférométrique utilisé pour détecter les échos picosecondes par le déplacement de la surface libre [104].

### 2.6.4. Mesures en fréquence et comparaison à la simulation

Nous effectuons des mesures en pompe rouge et sonde bleue ( $\lambda = 812 \text{ nm}$ ) sur les échantillons présentant les différentes épaisseurs de transducteur en or. La Figure 63 illustre la mesure effectuée sur l'échantillon avec un transducteur d'or de 279 nm d'épaisseur. Sur ce signal, nous avons enlevé le pic électronique afin de nous focaliser sur les phénomènes propagatifs. Nous constatons sur les premières centaines de picosecondes des échos dans l'or, correspondant à la vibration du transducteur. Le temps entre deux échos nous permet de recalculer la fréquence de la mesure, typiquement 6.09 GHz pour ce transducteur, pour un temps entre deux échos d'environ 164 ps. Vient ensuite un décrochement du signal qui correspond à l'écho causé par le retour de l'impulsion acoustique du PZT (confirmant nos propos du paragraphe 1.4.3.4 sur la possibilité de détecter les échos du PZT dans le système Or/PZT). Ensuite nous retrouvons les répliques de l'écho dans l'or.

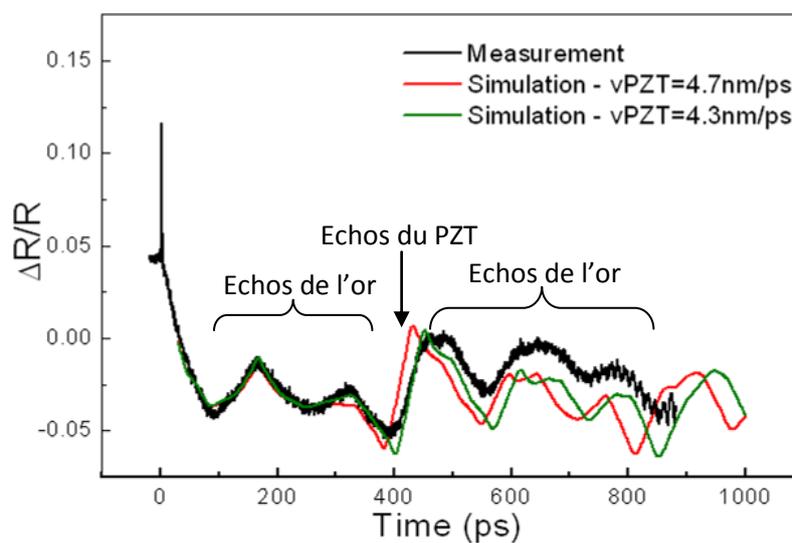


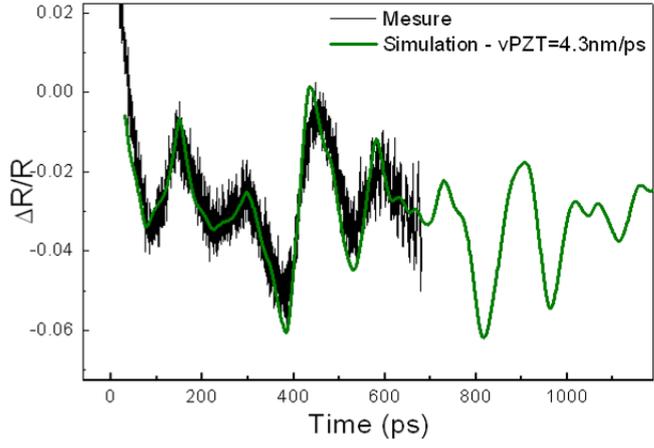
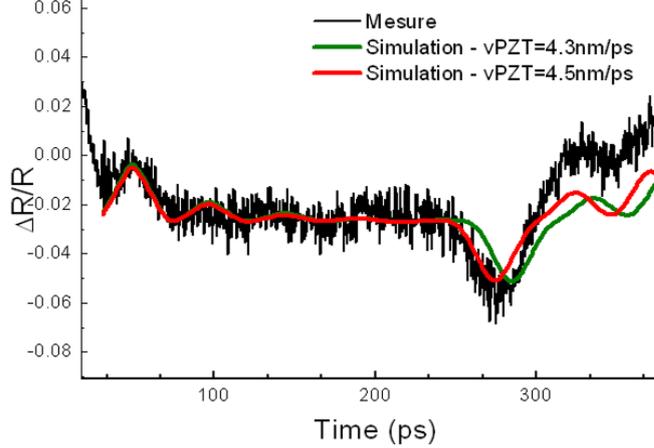
Figure 63: Mesure d'acoustique picoseconde sur transducteur d'or de 279 nm d'épaisseur déposé sur PZT à  $\lambda = 812 \text{ nm}$  – Comparaison avec la simulation.

A partir de ce signal nous pouvons extraire le temps de vol de l'impulsion acoustique dans le PZT. Pour affiner notre analyse, nous comparons ce signal expérimental à la simulation réalisée à partir d'un programme développé conjointement par l'IEMN/ISEN et MENAPIC, dans lequel nous nous servons de la vitesse acoustique longitudinale du PZT comme paramètre d'ajustement. Nous utilisons un facteur multiplicatif afin d'adapter l'amplitude des signaux simulés au signal mesuré. Nous constatons sur la Figure 63 le très bon accord temporel entre la mesure et les simulations. En particulier, les simulations mettent en évidence que la vitesse acoustique longitudinale du PZT ne peut pas être, dans le cas du transducteur de 279 nm d'épaisseur, celle calculée à hautes fréquences ( $c_L \approx 4.7 \text{ nm/ps}$ ). La simulation nous aide à préciser  $c_{L, 279\text{nm}} = 4.3 \text{ nm/ps}$ , pour l'échantillon avec 279 nm d'or.

La même étude a été réalisée sur les échantillons avec des transducteurs d'or de 267 et 67 nm d'épaisseur, déposés sur le PZT. Les signaux, comparés à la simulation, sont reportés dans le Tableau

12. Nous obtenons  $c_{L, 267nm} = 4.3 \text{ nm/ps}$  pour l'échantillon avec 267 nm d'or et  $c_{L, 67nm} = 4.5 \text{ nm/ps}$  pour l'échantillon avec 67 nm d'or.

L'analyse des échos dans l'or nous permet de recalculer l'épaisseur d'or des transducteurs. Nous trouvons des épaisseurs pouvant varier de 20 % de l'épaisseur déduite par le MEB. La mesure MEB seule étant peu précise (pas de couplage ici avec une mesure d'ellipsométrie), nous retiendrons les épaisseurs d'or issues de la mesure d'acoustique picoseconde pour la suite. Connaissant l'épaisseur d'or nous pouvons calculer précisément le temps de vol dans la couche de PZT. Ainsi nous pouvons calculer la vitesse acoustique longitudinale dans le PZT en fonction de la fréquence d'excitation. Nous trouvons un très bon accord entre les vitesses issues de la mesure d'acoustique picoseconde et celles issues de la simulation. Le Tableau 13 synthétise les fréquences et vitesses acoustiques issues des mesures d'acoustique picoseconde et des simulations.

Epaisseur d'or (nm)	Comparaison signaux mesurés/simulés	Vitesse PZT simulée (nm/ps)
267		4.3
67		4.5

**Tableau 12: Mesures sur les échantillons Or d'épaisseur 267 nm et 67 nm déposé sur PZT - Comparaison avec la simulation et extraction de la vitesse acoustique dans le PZT.**

<b>Epaisseur cible (nm)</b>	<b>280nm</b>	<b>250nm</b>	<b>80nm</b>
Fréquence cible (GHz) ( $v_{or}=3.4\text{nm/ps}$ )	6.07	6.8	21.3
<i>Epaisseur d'or mesurée MEB (nm)</i>	279	267	67
Epaisseur d'or déduite de la mesure d'acoustique ps ( $v_{or}=3.4\text{nm/ps}$ )	279	252	85
Temps de vol dans le Ti (ps)	1.6	1.6	1.6
Temps de vol dans l'or déduit de la mesure d'acoustique ps – 1 période ringing (ps)	164	148	50
Fréquence calculée à partir du temps de vol dans l'or déduit de la mesure d'acoustique ps (Ghz)	6.09	6.7	20
Temps de début du décrochage induit par l'écho du PZT (ps)	399-402	382-386	274.8-279
Temps de vol dans le PZT (ps)	233.4-236.4	232.4-236.4	223.2-227.4
<b>Vitesse acoustique dans le PZT (nm/ps)</b>	<b>4.30±0.03</b>	<b>4.31±0.04</b>	<b>4.49±0.04</b>
<b>Vitesse SIMULEE (nm/ps)</b>	<b>4.3</b>	<b>4.3</b>	<b>4.5</b>

**Tableau 13: Synthèse des mesures sur les échantillons Or sur PZT - calcul des vitesses acoustiques dans le PZT.**

Pour compléter la courbe en fréquence, nous mesurerons un quatrième échantillon présentant une couche d'or très fine (Or15nm/Ti5nm/PZT(100)500nm) qui peut être considérée comme transparente. Le PZT étudié provient du même échantillon que le PZT caractérisé en fréquence précédemment ( $\mu\text{S4630P-P07}$ ). En milieu transparent, outre le fait que nous pouvons rester en détection optique classique, nous pouvons travailler sur les oscillations Brillouin. Nous réalisons des mesures en pompe rouge et sonde rouge de  $\lambda = 700$  à  $\lambda = 840$  nm. Cette configuration « Rouge-Rouge » nous permet d'étudier des oscillations Brillouin, et donc d'extraire la vitesse acoustique du PZT entre 30 et 40 GHz. Nous reportons en Figure 64 le signal obtenu par exemple à  $\lambda = 740$  nm. Nous effectuons également des mesures en Rouge-Bleu à  $\lambda = 375, 400$  et  $425$  nm (Annexe E). L'évolution des périodes Brillouin en fonction de la longueur d'onde est reportée sur la Figure 65. La courbe de tendance passe bien par 0 comme attendu.

Nous utilisons les indices optiques donnés en Annexe A pour extraire la vitesse acoustique longitudinale dans le PZT (Figure 66). La vitesse acoustique étant logiquement invariante avec la longueur d'onde, la disparité des vitesses reportées en Figure 66 indique soit que nous ne connaissons pas parfaitement l'indice optique en fonction de la longueur d'onde, soit que les oscillations Brillouin étudiées sont perturbées par un phénomène acoustique que nous n'avons pas pris en compte.

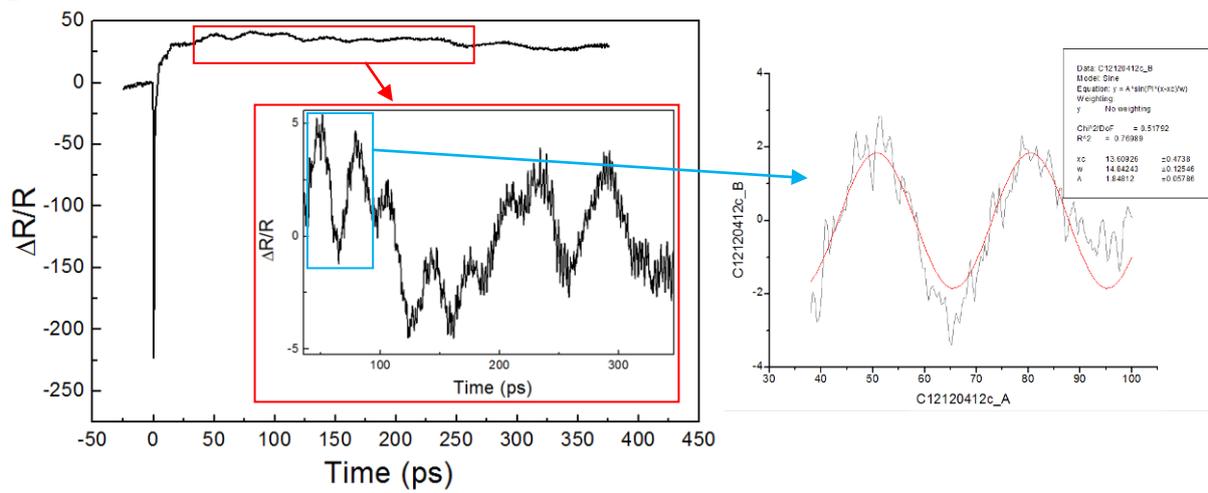


Figure 64: Signal en RR à 740nm et fit du Brillouin par une sinusoïde – Echantillon 15nm or sur PZT.

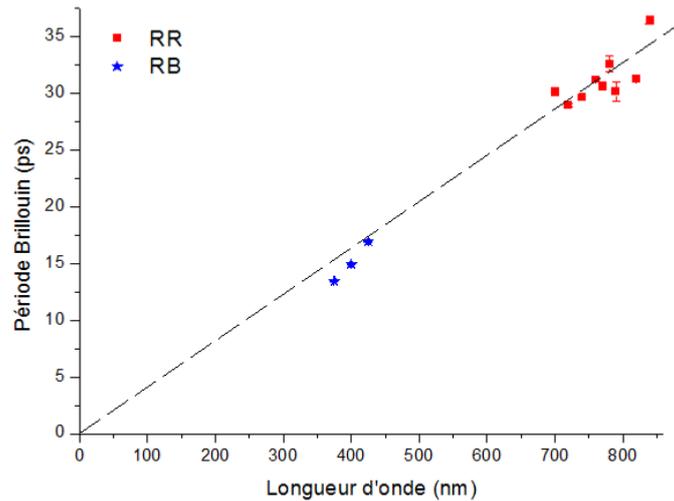


Figure 65: Période Brillouin en fonction de la longueur d'onde – Echantillon or 15 nm sur PZT.

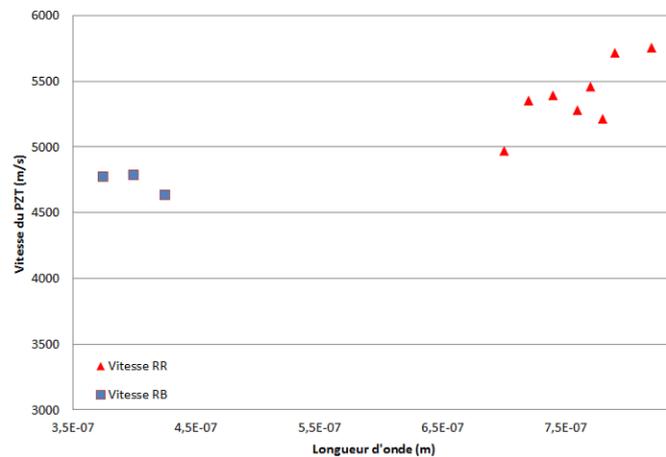


Figure 66: Vitesse acoustique dans le PZT en fonction de la longueur d'onde – Echantillon or 15 nm sur PZT.

### 2.6.5. Synthèse de l'étude de la vitesse longitudinale du PZT en fonction de la fréquence

Nous reportons en Figure 67 l'évolution de la vitesse acoustique longitudinale du PZT en fonction de la fréquence de génération de l'impulsion acoustique. Nous notons **une vitesse plus faible de 9.1 % à « basses fréquences », avant 10 GHz, par rapport à la vitesse « hautes fréquences », au-delà de 50 GHz.** La mesure par acoustique picoseconde nous permet de mettre en évidence un raidissement élastique qui se traduit par une augmentation marquée de la vitesse acoustique longitudinale. Ce phénomène intervient dans la plage de fréquence attendue de la relaxation des parois de domaines, à savoir entre 10 et 40 GHz.

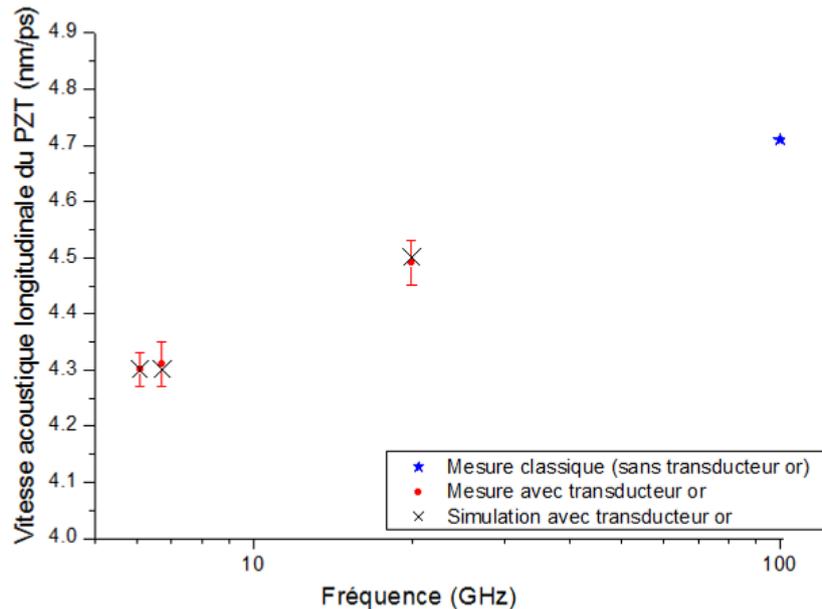


Figure 67: Evolution de la vitesse acoustique longitudinale du PZT en fonction de la fréquence d'excitation.

Si nous ajoutons à la Figure 67, les vitesses acoustiques calculées à partir de l'étude des oscillations Brillouin nous obtenons la Figure 68. Nous notons que les mesures des périodes Brillouin en Rouge – Bleu nous permettent de faire apparaître un plateau aux hautes fréquences.

L'étude des Brillouin en Rouge – Rouge est par contre à discuter. Comme évoqué au paragraphe précédent, soit cette dispersion est représentative de notre mauvaise connaissance des indices optiques à ces longueurs d'onde, soit un autre phénomène entre en compte. Ce peut être un phénomène acoustique, comme par exemple le retour de l'impulsion acoustique après sa propagation dans l'empilement sous le PZT qui viendrait perturber les périodes Brillouin et donc fausser notre interprétation. Mais ce peut être un phénomène tout autre. Nous avançons l'hypothèse que ces mesures pourraient mettre en évidence la **résonance des domaines entre 30 et 40 GHz.**

Dans le cas des matériaux magnétiques, quelques références mettent en évidence des phénomènes de résonance au sein de la microstructure, notamment celle des parois de domaines magnétiques [110, 111, 112]. Ce phénomène intervient lorsque la fréquence d'excitation du matériau correspond à la fréquence de résonance naturelle des parois de domaines. Celle-ci est déterminée à l'aide de la

raideur élastique de la paroi et d'une masse associée. Par contre l'étude de la résonance des domaines de polarisation ou des parois de domaines des matériaux ferroélectriques n'est pas référencée dans la bibliographie.

La Figure 69 présente un exemple d'imagerie des domaines sur du PZT 30/70, grâce à la technique PFM (*Piezoresponse Force Microscopy*, pour microscopie à force piézoélectrique, qui est un mode d'utilisation des microscopes à force atomique, AFM) [118]. La largeur des domaines est de l'ordre de 50 nm, et on constate une alternance de domaines de nature différente. Supposons une résonance des domaines avec une propagation se faisant avec la vitesse longitudinale dans le PZT, autour de 4.5 nm/ps. En utilisant simplement la relation  $\lambda = c/f$ , on obtient une fréquence de résonance de l'ordre de  $f = 90$  GHz, ce qui est du même ordre de grandeur que la résonance à 35 GHz observée sur la Figure 68. En utilisant la vitesse des ondes transverses ( $c_t = 1.9$  nm/ps), la fréquence de résonance est autour de 40 GHz, très proche de ce qui est observé expérimentalement. **On peut donc conjecturer une résonance des domaines de polarisation avec une propagation d'ondes transverses dans le PZT.**

Evidemment, la mise en évidence de la résonance des domaines n'est pour l'instant qu'une hypothèse que d'autres mesures doivent étayer. Ces mesures devraient être très précises, comme la mesure d'un temps de vol comme c'est par exemple le cas pour l'étude des sauts de réflectivité. On pourrait mettre en œuvre différents échantillons de PZT avec des transducteurs en or très fins (considérés comme transparents), dont les épaisseurs très bien contrôlées engendreraient des impulsions dans la gamme de 25 à 40 GHz.

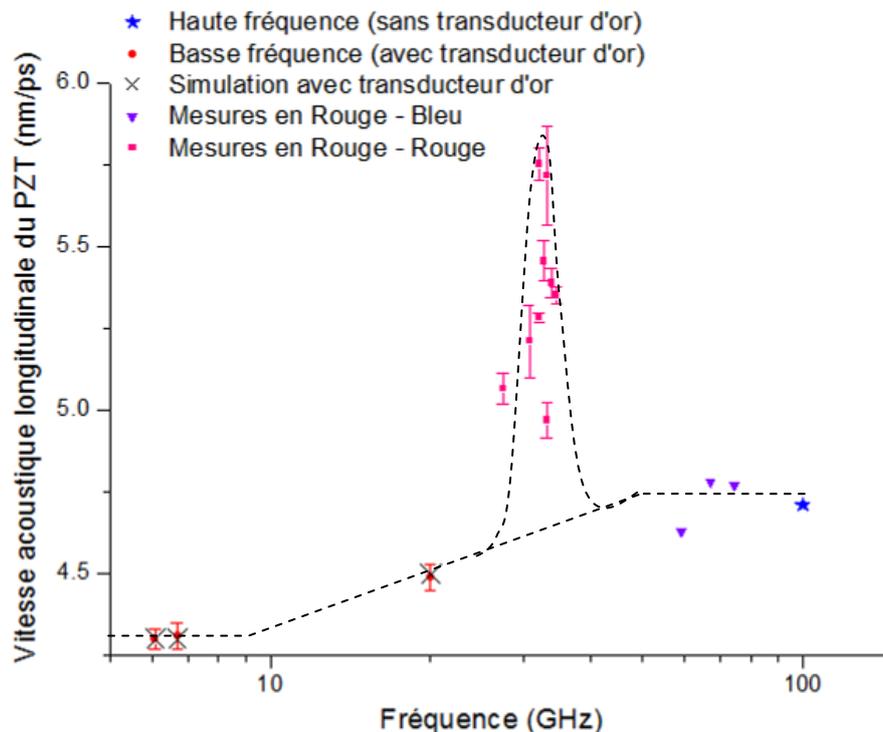


Figure 68: Evolution de la vitesse acoustique longitudinale du PZT en fonction de la fréquence d'excitation – Valeurs issues des échantillons avec transducteur en or et de l'étude des périodes Brillouin.

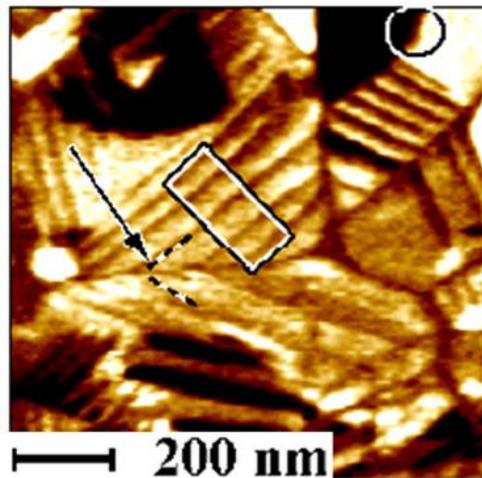


Figure 69: Mesure PFM sur PZT polycristallin 30/70 – Mise en évidence de la taille des domaines de polarisation [118].

## 2.7. Synthèse sur la caractérisation du PZT par acoustique picoseconde

Nous avons caractérisé divers PZT déposés en couches minces par acoustique picoseconde. Nous nous sommes focalisés sur le PZT polycristallin pour lequel nous avons étudié l'influence de son orientation cristallographique et nous savons désormais que le PZT (111) possède un module d'Young 8 % plus élevé que le PZT (100). L'acoustique picoseconde nous a ainsi permis de mettre en évidence l'anisotropie du PZT. A partir de diverses hypothèses, nous avons calculé la matrice de raideur élastique du PZT dans sa maille cubique. Pour la suite, nous continuerons à considérer le PZT comme étant isotrope, et nous le décrirons par son module d'Young et son coefficient de Poisson pour plus de simplicité.

Nous avons également étudié l'influence de l'épaisseur de la couche mince de PZT et nous pouvons ressortir une tendance à l'augmentation du module d'Young quand l'épaisseur augmente jusqu'à environ 1 à 1.5  $\mu\text{m}$ , puis une stagnation de ce module d'Young. Nous avons lié ce comportement au procédé de fabrication utilisé, le sol-gel, induisant une densification de la couche lorsque l'épaisseur augmente, jusqu'à une valeur seuil autour du micromètre.

Nous disposons d'échantillons de PZT de natures différentes (polycristallin, monocristallin, « grad free »). Nous avons constaté, par exemple, que le procédé de mise en œuvre « grad free » a tendance à rigidifier le PZT, le module d'Young d'un PZT « grad free » (100) étant équivalent à celui d'une couche de PZT « classique » (111).

Nous avons également évalué les propriétés du PZT en fonction de la tension, étude qui serait à poursuivre en utilisant une détection interférométrique.

Enfin nous avons mis en évidence une influence marquée de la fréquence d'excitation du matériau, de plus de 9%, sur la vitesse acoustique du PZT. Nous avons rapproché ce phénomène à la **relaxation**

**des parois de domaines qui surviendrait entre 10 et 40 GHz.** Des mesures complémentaires seraient utiles pour préciser nos hypothèses, notamment celle de la **résonance des domaines de polarisation que nous pensons observer entre 30 et 40 GHz.**

Notre but était de préciser les propriétés mécaniques du PZT afin d'être capable de dimensionner au mieux des microsystèmes piézoélectriques. Pour la suite, nous nous focalisons sur un PZT majoritairement orienté (100), d'épaisseur 2  $\mu\text{m}$ , que nous considérerons isotrope. Ce PZT correspond au matériau que nous utiliserons dans l'exemple d'application que nous allons présenter au Chapitre 3. Pour préciser le module d'Young et le coefficient de Poisson à utiliser en pratique, nous devons considérer la mesure de vitesse longitudinale obtenue à basse fréquence, avant relaxation des parois de domaines, à savoir  $c_L = 4.3 \text{ nm/ps}$ . A partir de cette valeur, nous pouvons recalculer  $v_L$ , puis le module d'Young et le coefficient de Poisson. Nous surestimerons légèrement ce module d'Young afin de tenir compte de l'effet d'épaisseur décrit au paragraphe 2.2.3. Nous retiendrons  $E = 75 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0.39$ . Le Tableau 14 résume les données d'entrée que l'on retiendra pour le dimensionnement de plaques résonantes pour des applications de restitution haptique.

Paramètre	Valeur initiale	Valeur corrigée
Densité $\rho$ ( $\text{kg/m}^3$ )	7700	7700
Constante diélectrique $\epsilon$	1200 à 1600	1200 à 1600
Coefficient piézoélectrique $e_{31,f}$ ( $\text{C/m}^2$ )	-15 à -25	-15 à -25
Contrainte résiduelle (MPa)	100 à 300	100 à 300
<b>Module d'Young (GPa)</b>	<b>100</b>	<b>75</b>
<b>Coefficient de Poisson</b>	<b>0.3</b>	<b>0.39</b>

**Tableau 14: Propriétés du PZT sol-gel déposé en couches minces au CEA.**



## Chapitre 3 : Exemples d'application aux actionneurs PZT déposés en couches minces

### 3.1. Introduction

L'étape de dimensionnement des microsystemes et micro-actionneurs intervient au début de la chaîne de conception. Il en résulte un intérêt évident pour un design prédictif des démonstrateurs développés dans le domaine industriel aussi bien que dans le cadre des projets de R&D. Ce design prédictif requiert au minimum l'utilisation de données matériaux précises, telles que le module d'Young et le coefficient de Poisson.

Nous avons présenté dans le chapitre précédent la caractérisation des propriétés mécaniques du PZT par acoustique picoseconde. Ces données doivent nous permettre de designer au mieux des actionneurs performants.

Nous commencerons par extraire le coefficient piézoélectrique à partir de la comparaison entre la mesure et la modélisation du comportement d'un cantilever actionné par le PZT. Nous verrons que le fait de disposer du module d'Young et du coefficient de Poisson du PZT, grâce aux mesures d'acoustique picoseconde, nous permet de réduire grandement l'incertitude sur l'extraction du coefficient piézoélectrique  $e_{31,f}$ .

Etant muni de données d'entrée robustes telles que le module d'Young, le coefficient de Poisson et le coefficient piézoélectrique, nous allons dimensionner des dalles avec un retour haptique utilisant des actionneurs à base de PZT. Nous introduirons ce qu'est l'haptique, quels sont les domaines d'application et le principe mis en œuvre. Nous présenterons par la suite l'étude de dimensionnement qui a été faite. Les dispositifs ont été réalisés et caractérisés électromécaniquement. Ces mesures ont été post-simulées afin d'établir des modèles prédictifs. Le bon accord entre la mesure et la simulation montre tout le bénéfice de l'acoustique picoseconde pour le dimensionnement de microsystemes.

## 3.2. Extraction du coefficient piézoélectrique $e_{31,f}$

Pour dimensionner au mieux nos actionneurs à base de PZT, il est important de connaître le coefficient piézoélectrique, par exemple le  $e_{31,f}$ . Pour ce faire, nous allons utiliser une micro-poutre encastrée-libre (*cantilever*) telle que celle présentée en Figure 70. Le croisement de mesures (résonance, déflexion) et de modèles analytiques va nous permettre d'extraire le  $d_{31}$ , puis de calculer le  $e_{31,f}$ .

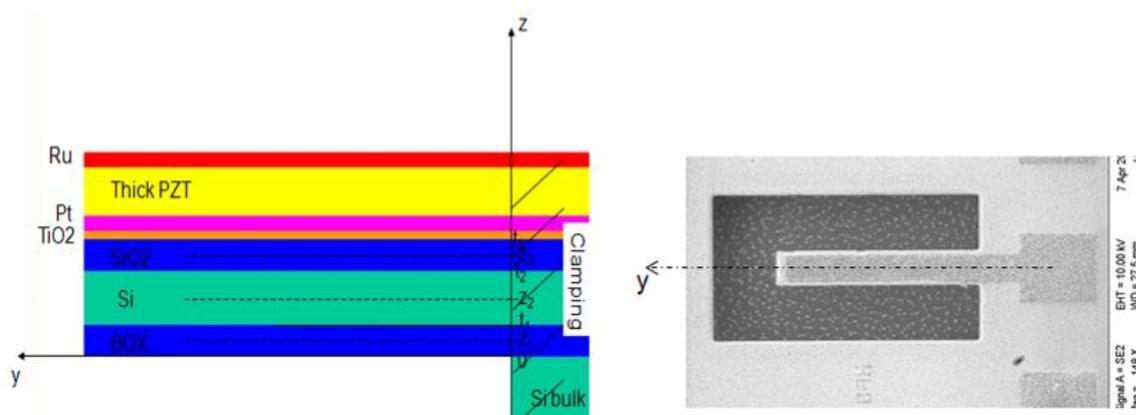


Figure 70: Poutre utilisée pour l'extraction du  $d_{31}$ , vue en coupe schématique et photographie MEB de dessus.

### 3.2.1. Précision de la longueur de cantilever par étude de la fréquence de résonance

Nous commencerons par préciser la longueur ( $L$ ) réelle de la poutre multicouche afin de réduire autant que possible l'incertitude de notre calcul. Pour cela, nous comparons la modélisation analytique et la mesure de la fréquence de résonance du mode fondamental de flexion hors plan du cantilever ( $f_1$ ). Cette fréquence peut s'exprimer par l'équation suivante, fonction des propriétés mécaniques et des dimensions de chaque couche [119].

$$f_1 = \frac{\lambda_1^2}{2\pi} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N E_i I_i}{\frac{\sum_{i=1}^N \rho_i t_i}{\sum_{i=1}^N t_i} A}} \quad \text{Équation 44}$$

$N$  est le nombre de couches,  $\lambda_1$  est une constante qui correspond au premier mode de vibration hors plan (on considère  $\lambda_1=1.875/L$  pour ce mode).  $A$  est la section de la poutre.  $E_i$ ,  $\rho_i$  et  $t_i$  sont respectivement le module d'Young, la densité et l'épaisseur de chaque couche.  $I_i$  est le moment d'inertie des couches individuelles, qui s'exprime par l'équation suivante.

$$I_i = \frac{bt_i^3}{12} + A_i d_i^2 \quad \text{Équation 45}$$

$b$  est la largeur de la poutre et  $A_i$  la section des couches individuelles.  $d_i$  est la distance entre l'axe neutre de la poutre ( $z_n$ , donné dans [120]) et l'axe neutre de chaque couche constitutive.

$$z_n = \frac{\sum_{i=1}^N z_i E_i A_i}{\sum_{i=1}^N E_i A_i} \quad \text{Équation 46}$$

$z_i$  est la distance entre le substrat et l'axe neutre de chaque couche (voir Figure 70).

Les dimensions de la poutre et les épaisseurs de chaque couche constitutive sont données dans le Tableau 15. Les propriétés matériaux utilisées dans le calcul analytique sont reportées dans le Tableau 16.

Paramètre	B	L	t <sub>BOX</sub>	t <sub>Si</sub>	t <sub>SiO2</sub>	t <sub>Pt</sub>	t <sub>PZT</sub>	t <sub>Ru</sub>
Valeur (µm)	50	Layout 170	0.5	5	0.5	0.1	1.87	0.1

**Tableau 15: Dimensions de la poutre étudiée.**

Matériau	E <sub>i</sub> (GPa)	Coefficient de Poisson	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
Ru	450	0.3	4.5
PZT	75	0.39	7.7
Pt	180	0.3	21
SiO <sub>2</sub>	70	0.3	2.1
Si	169	0.06	2.3

**Tableau 16: Propriétés matériaux.**

Pour mesurer la fréquence de résonance des poutres, nous utilisons le vibromètre laser du CEA-LETI, dont le principe de fonctionnement est détaillé au paragraphe 3.3.5.2. Nous appliquons une tension mixte, DC+AC à l'électrode supérieure (10 V + 0.1 V) alors que l'électrode inférieure est reliée à la masse (Figure 71). La fréquence de résonance mesurée est de 220.8 kHz. En comparant le modèle et cette mesure, nous pouvons extraire la longueur de la poutre, soit L = 182 µm. Cette valeur est à comparer à la longueur prévue initialement sur le masque de photolithographie (170 µm). Cet important désaccord met en évidence l'imperfection des conditions d'encastrement à cause de la gravure du substrat silicium (XeF<sub>2</sub>) utilisée pour libérer la structure mécanique.

Nous notons un écart inférieur à 1.6 % entre la fréquence de résonance mesurée et celle simulée à l'aide de *CoventorWare*<sup>®</sup> (224.5 kHz) lorsque nous implémentons la longueur de poutre extraite précédemment (182 µm), preuve de la pertinence de cette longueur.

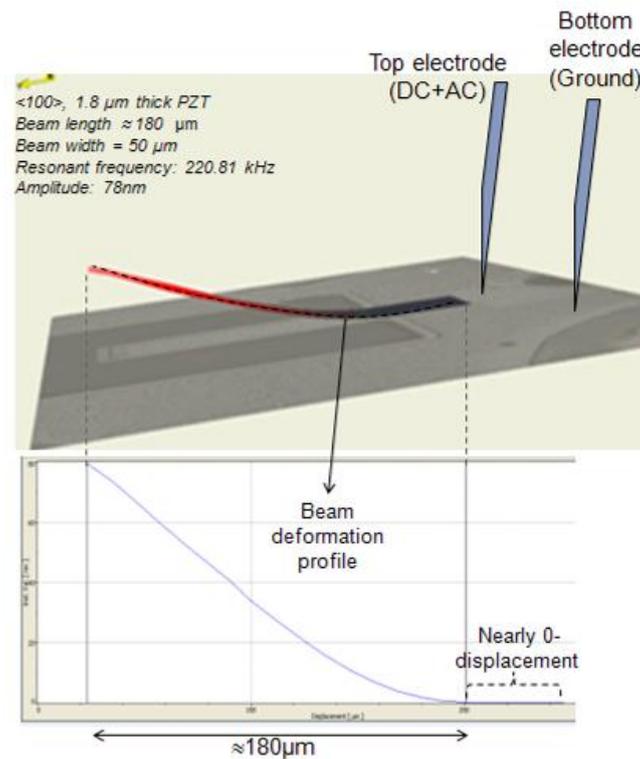


Figure 71: Mesure au vibromètre laser du premier mode de flexion hors plan d'une poutre actionnée par un PZT orienté (100) d'une épaisseur de 1.87 µm.

### 3.2.2. Extraction du coefficient $d_{31}$ par étude de la déflexion de la poutre et calcul du $e_{31,f}$

La flèche du déplacement ( $\delta$ ) de la poutre encastée-libre multicouche actionnée par notre PZT, sous une tension d'actionnement  $V_i$  est décrite dans [16].

$$\delta = \frac{L^2}{2R} \quad \text{Équation 47}$$

$R$  est le rayon de courbure. Il s'exprime en fonction du coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  à l'aide de l'équation suivante.

$$\frac{1}{R} = \frac{3 \left( \sum_{i=1}^N E_i t_i (2h_{i-1} + t_i) \left( d_{31} \frac{V_i}{t_i} - c \right) \right)}{\sum_{i=1}^N E_i t_i (6h_{i-1}^2 + 6h_{i-1} t_i + 2t_i^2 - 3t_B (2h_{i-1} + t_i))} \quad \text{Équation 48}$$

$h_i$  sont les coordonnées de la face supérieure de la couche  $i$ .  $c$  et  $t_B$  sont exprimés par les équations suivantes.

$$c = \frac{E_{PZT} d_{31} V}{\sum_{i=1}^N E_i t_i}$$

$$t_B = \frac{\sum_{i=1}^N E_i t_i (2h_{i-1} + t_i)}{2 \sum_{i=1}^N E_i t_i}$$

Équation 49

Nous utilisons un profilomètre optique WYKO pour caractériser la flèche de la poutre lorsque celle-ci est actionnée sous une tension de -40 V (Figure 72). Cet appareil utilise l'interférométrie pour mesurer la déformation de la poutre. Nous calculons le déplacement différentiel maximal de la poutre qui est la différence entre sa position actionnée (-40 V) moins sa position sans actionnement (0 V). Ainsi nous prenons en compte le fait que la poutre n'est initialement pas plane du fait des contraintes résiduelles dans les différentes couches. Pour le cantilever considéré, le déplacement différentiel maximal est  $5.0 \pm 0.5 \mu\text{m}$  (l'incertitude vient de la dispersion des déplacements différentiels mesurés sur plusieurs cantilevers de même nature et de mêmes dimensions).

En utilisant le modèle analytique décrit précédemment, et en utilisant la longueur de poutre extraite dans le paragraphe précédent, nous pouvons extraire le coefficient piézoélectrique du PZT comme étant  $d_{31} = 167 \pm 15 \text{ pm/V}$ . Nous savons que  $d_{31}$  et  $e_{31,f}$  sont liés par l'équation suivante [19].

$$e_{31,f} = \frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E}$$

$$\Rightarrow e_{31,f} = \frac{E d_{31}}{1 - \nu}$$

Équation 50

Nous calculons  $e_{31,f} = -22 \pm 2 \text{ C/m}^2$ , qui correspond bien à l'intervalle de valeurs attendues. Notons que si nous avons extrait le coefficient piézoélectrique en se basant sur le module d'Young et le coefficient de Poisson approximés en début de thèse, à savoir  $E = 100 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0.3$ , nous aurions obtenus  $e_{31,f} = -19 \pm 2 \text{ C/m}^2$ , soit un écart de l'ordre de 13 %.

Nous savons que ce coefficient est fortement dépendant des conditions électriques qui sont appliquées au matériau, rendant difficile son extraction précise [121]. **L'acoustique picoseconde est une méthode de caractérisation supplémentaire désormais à notre disposition.** Elle nous permet de fixer la valeur du module d'Young et du coefficient de Poisson du PZT afin de réduire l'incertitude sur l'extraction du coefficient piézoélectrique. On peut comprendre ici tout l'apport de l'acoustique picoseconde pour la caractérisation complète du PZT déposé en couches minces.

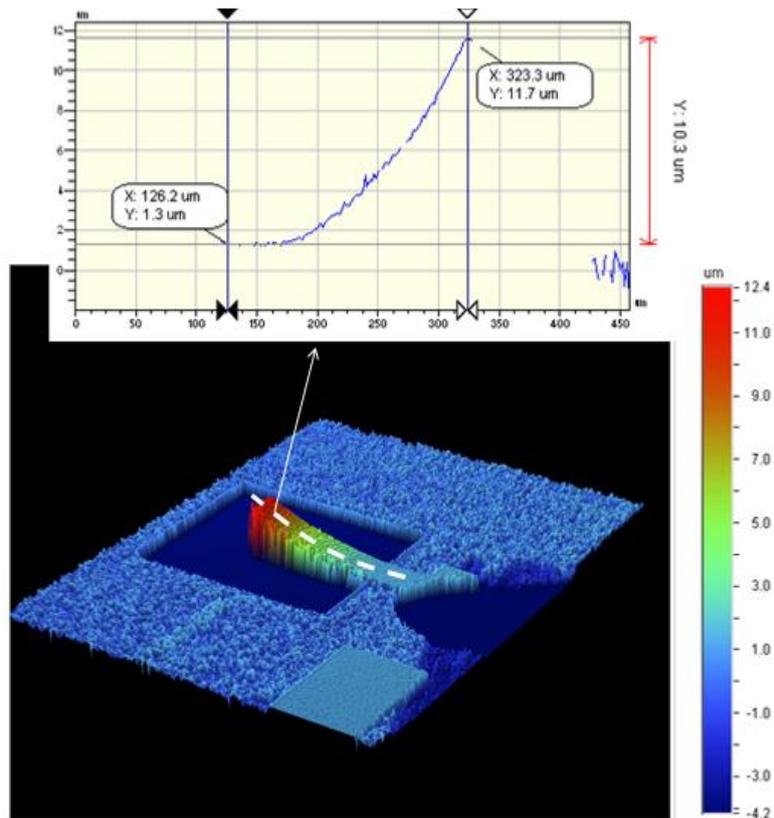


Figure 72: Caractérisation par profilomètre optique (WYCO) de la déformation de la poutre encastrée-libre actionnée sous -40V.

### 3.3. Dimensionnement de plaques haptiques

Nous disposons désormais de toutes les propriétés nécessaires pour dimensionner des plaques haptiques à base d'actionneurs PZT. Nous allons présenter dans les sections suivantes la technologie de base qui sera employée, le principe de fonctionnement et l'étude de dimensionnement menée pour que nos démonstrateurs à base de PZT déposé en couches minces répondent aux spécifications. Enfin nous présenterons les caractérisations et post simulations effectuées sur ces dispositifs, qui nous ont permis de mettre en place des modèles prédictifs.

#### 3.3.1. Technologie de base

La Figure 73 montre schématiquement l'empilement technologique utilisé pour réaliser un actionneur PZT déposé en couches minces. Nous utilisons un substrat de silicium standard de 200mm (épaisseur de 725  $\mu\text{m}$ ), sur lequel nous réalisons une oxydation ( $\text{SiO}_2$  500 nm). Nous déposons ensuite le bloc piézoélectrique consistant en une électrode inférieure de 100 nm de platine (déposée sur 10 nm de  $\text{TiO}_2$  servant de barrière et de couche d'adhérence), suivit du dépôt du PZT sol-gel (2  $\mu\text{m}$ ), puis de l'électrode supérieure de ruthénium (100 nm). Nous gravons les actionneurs à l'aide de trois masques de photolithographie. Nous commençons par une gravure humide du ruthénium puis du PZT. Enfin nous gravons le platine par usineur ionique, en nous arrêtant sur le  $\text{SiO}_2$ . Pour protéger les actionneurs, nous déposons une couche de 300 nm de  $\text{SiO}_2$  que nous gravons localement afin de reprendre les contacts respectivement sur les électrodes

inférieure et supérieure. Enfin, nous déposons et gravons des pistes et des plots en or (couche de 300 nm déposée sur 20 nm de titane) afin d'appliquer le champ électrique entre les deux électrodes. Ce procédé de réalisation ne requière que 5 niveaux de photolithographie.

Notons que pour réaliser des micro-pompes ou encore des haut-parleurs MEMS, une étape de gravure du substrat par la face arrière peut être nécessaire afin de libérer la structure mécanique.

La Figure 73 donne également une vue MEB en coupe. Nous remarquons que la couche de PZT présente une microstructure très dense, preuve de la qualité de cette couche.

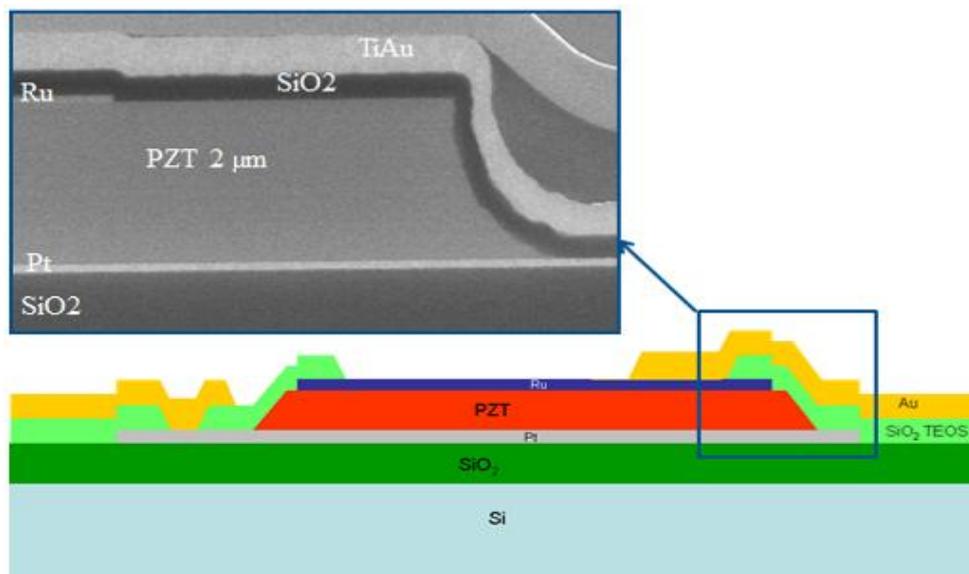


Figure 73: Vue schématique en coupe de l'empilement technologique de base utilisé pour réaliser des objets actionnés par du PZT déposé en couches minces et coupe MEB correspondante.

### 3.3.2. Actionnement par effet bilame

Les actionneurs à base de PZT utilisent pour la plupart l'effet bilame. Cet effet nous permet d'obtenir une déflexion hors plan micrométrique alors que la déformation du PZT dans le plan est au maximum nanométrique, dans la gamme des tensions utilisées.

Le principe consiste à empiler une couche active (l'actionneur en PZT avec ces électrodes) avec une couche mécanique passive (par exemple le silicium) comme le montre très schématiquement la Figure 74-a. Lorsque nous appliquons un champ électrique hors-plan, entre les électrodes inférieure et supérieure, le PZT va se contracter dans le plan proportionnellement au coefficient piézoélectrique  $e_{31}$  (ou  $d_{31}$ ). Ce champ électrique n'aura par contre aucun effet sur la couche mécanique. Nous avons donc l'apparition d'un couple mécanique qui va provoquer la déformation de la structure mécanique comme schématisée sur la Figure 74-b.

Les équations décrivant l'actionnement piézoélectrique par effet bilame, d'un composant fonctionnant en statique ou en dynamique, peuvent se retrouver dans la bibliographie. Par exemple

pour le cas simple d'un cantilever multicouche [16, 122, 119], pour des membranes circulaires [123, 124], ou dans le cas de plaques haptiques [125, 91].

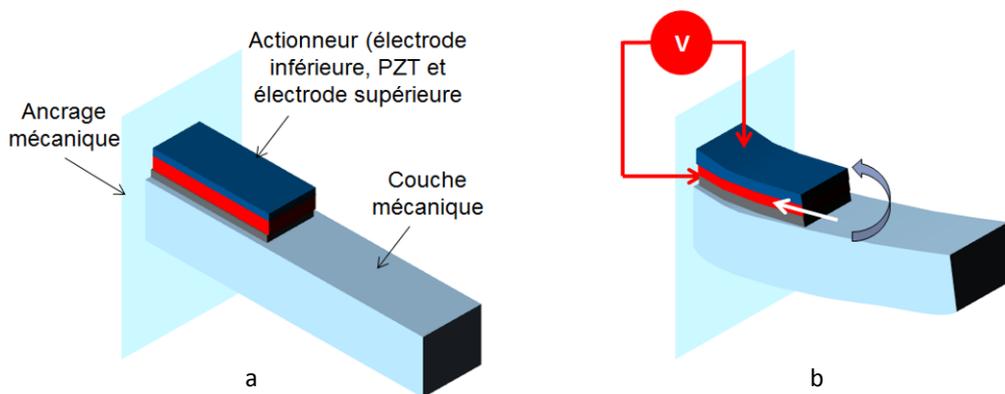


Figure 74: Principe schématique de l'effet bilame (a- sans actionnement et b- avec actionnement).

### 3.3.3. Généralités sur l'haptique et l'effet squeeze film

#### 3.3.3.1. Définitions et principales applications aux systèmes haptiques

L'haptique est un terme qui concerne la sensibilité cutanée (définition du dictionnaire Larousse). Pour notre part, nous développons des interfaces haptiques, donc des systèmes qui doivent permettre à l'utilisateur d'interagir avec son environnement par le sens du toucher.

Avec l'émergence des dalles tactiles (capacitives ou résistives), des applications haptiques sont apparues, permettant par exemple une meilleure immersion dans les jeux vidéo. Ce type de système pourrait également permettre d'augmenter de façon exponentielle les achats de vêtements sur internet, avec la possibilité de les toucher virtuellement à domicile, de son ordinateur ou de son *Smartphone*. Le domaine des *Smartphones* ou des tablettes PC serait concerné, avec la possibilité d'ajouter des touches ou claviers virtuels (Figure 75). L'haptique peut également être utile dans le cadre de la formation médicale, des industries dangereuses (manipulation chimique ou nucléaire), etc...



Figure 75: Illustration de quelques applications aux interfaces haptiques.

### 3.3.3.2. Bref état de l'art et présentation de l'effet squeeze film

Il existe différents principes permettant d'obtenir un retour haptique :

- Les solutions vibrotactiles : vibration macroscopique provoquant un étirement mécanique de la peau.
- Les solutions à retour de force.
- Les solutions à modulation de friction.

Les systèmes haptiques les plus simples et les plus répandus consistent en des moteurs à actionnement inertielle tels que l'ERM (pour *Eccentric Rotating Mass*, Figure 76) ou le LRA (pour *Linear Resonant Actuator*, Figure 77) [126]. Ces systèmes sont déjà présents dans nos *Smartphones* mais ne permettent de délivrer qu'une simple vibration macroscopique. Ils utilisent un actionnement magnétique ou piézoélectrique. Dans ce dernier cas, ce sont des céramiques piézoélectriques macroscopiques requérant des tensions d'actionnement de plusieurs dizaines, voire centaines de volts.

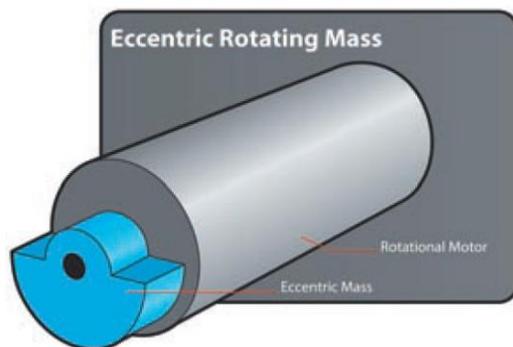


Figure 76: Schéma de principe d'un ERM.

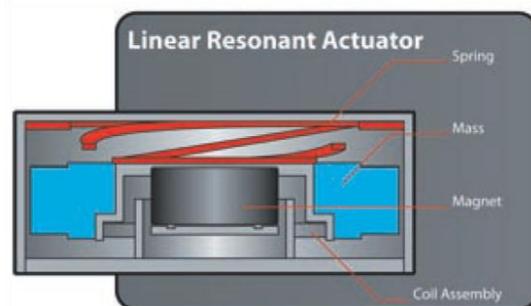


Figure 77: Schéma de principe d'un LRA.

La faible bande passante de ces actionneurs conditionne la finesse des sensations tactiles disponibles. Afin de disposer d'effets haptiques plus variés et plus fins, différents groupes explorent des solutions plus ou moins complexes. On peut noter une solution présentant un réseau de pistons actionnés par des éléments opto-mécaniques (*Liquid-Crystalline Elastomers*, LCE) se déformant lorsqu'ils sont illuminés par des LED [127]. Ce principe, schématisé à la Figure 78, est étudié pour développer des systèmes en Braille.

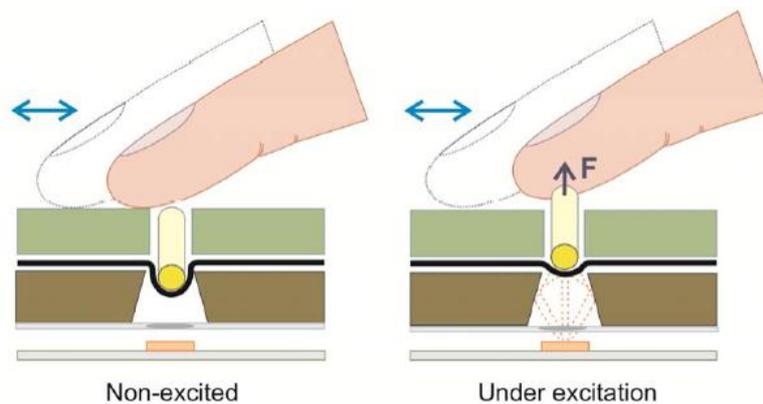


Figure 78: Schéma de principe d'un système haptique opto-mécanique [127].

Un système micro fluide a également été développé comme interface haptique, comme le schématisent la Figure 79 et la Figure 80. Un fluide est poussé dans un réseau de cavités par des actionneurs en PDMS, provoquant le gonflement de membranes qui deviennent perceptibles au toucher [128].

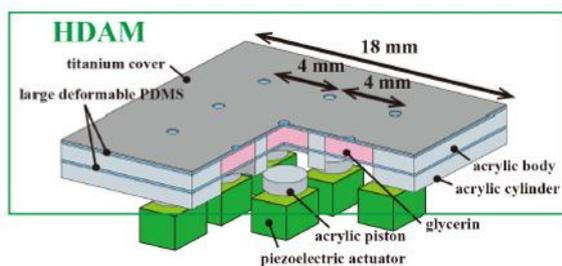


Figure 79: Vue schématique en perspective du système haptique micro fluide [128].

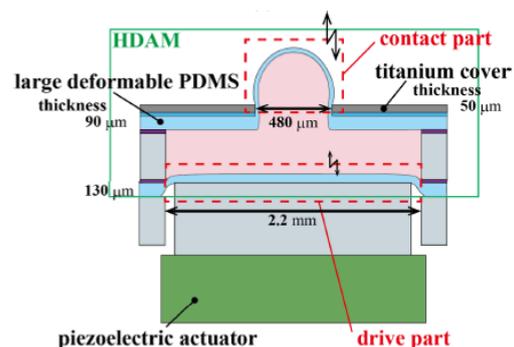


Figure 80: Vue en coupe d'un actionneur micro fluide [128].

Ces deux développements semblent complexes à mettre en œuvre pour des effets haptiques limités.

De son côté, *Senseg* développe des systèmes à retour haptique basés sur l'attraction des charges électriques (force de Coulomb ou électro-attraction). Comme le schématise la Figure 81, le principe repose sur la modulation de la force d'attraction entre l'écran, présentant un état de charge positif, et le doigt considéré comme étant à la masse [132]. *Senseg* revendique la possibilité d'obtenir des effets haptiques complexes telles que la structuration de surface, des vibrations... Ce système, prometteur et innovant, peut néanmoins être parasité par des migrations de charges ou des charges statiques.

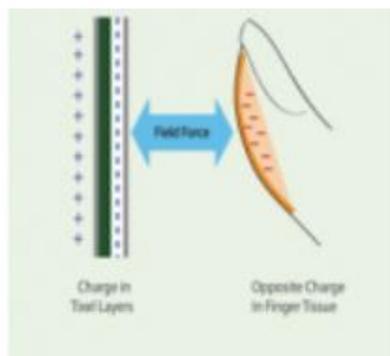


Figure 81: Schéma de principe de la solution haptique développée à Senseg [132].

Pour obtenir des interfaces haptiques intégrées et performantes, l'IRCICA (Lille) travaille sur l'**effet *squeeze film***, obtenu à l'aide d'un actionnement à base de céramiques piézoélectriques. Le concept repose sur la mise en vibration d'une plaque selon un mode de Lamb antisymétrique, qui induit l'apparition d'une lame d'air à sa surface. Cette couche d'air va provoquer alternativement une dépression et une surpression sur le doigt (*squeeze force*) qui va diminuer la sensation de frottement entre la plaque et le doigt. Il en résulte une sensation tactile locale (Figure 82) [91, 125, 129]. La plaque haptique est ensuite à intégrer dans un système possédant un capteur de position localisant le doigt, ainsi qu'une électronique synchronisant l'effet haptique suivant la position du doigt sur la dalle, le motif et la sensation à reproduire. De ce système, résulte la possibilité d'obtenir des effets haptiques complexes, tels que la texturation de surface.

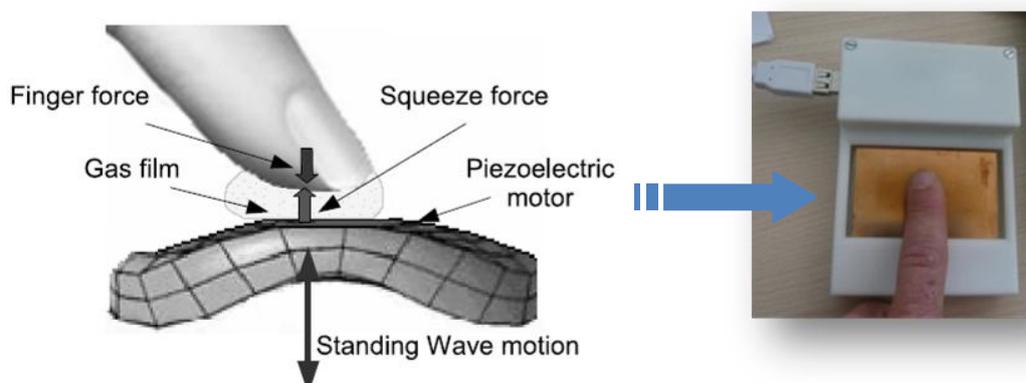


Figure 82: Schématisation de l'effet *squeeze film* [129] et démonstrateur IRCICA.

Pour notre part, nous choisissons de développer des actionneurs à base de PZT déposé en couches minces pour provoquer l'effet *squeeze film*.

### 3.3.3.3. Spécifications

Le tableau suivant récapitule les spécifications qui nous sont données. Nous désirons dimensionner des actionneurs en PZT pour des plaques 40×30 et 60×40 mm<sup>2</sup> (dimensions sous multiples d'un

écran de Smartphone). Nous recherchons un mode de Lamb antisymétrique (mode dit de « tôle ondulée ») au-delà de 20 kHz, pour éviter la gamme audible. L'amplitude de vibration hors-plan doit être supérieure ou égale à 1  $\mu\text{m}$ . La tension de commande doit être inférieure à 20 V.

Dimensions ( $\text{mm}^2$ )	60×40 ou 40×30
Fréquence (kHz)	> 20kHz
Amplitude de déformation ( $\mu\text{m}$ )	$\geq \pm 1\mu\text{m}$
Tension d'actionnement (V)	< 20V

**Tableau 17: Spécifications pour le dimensionnement de plaques haptiques avec actionneurs en PZT déposé en couches minces.**

### 3.3.4. Dimensionnement de plaques haptiques

Nous allons présenter l'étude de dimensionnement réalisée à l'aide du logiciel de calcul par éléments finis (FEM pour *Finite Element Method*) CoventorWare®. Cette première étude est relative. En effet, nous utilisons un coefficient d'amortissement (dans l'air par exemple) arbitraire, car nous n'avons pas au préalable idée du facteur de qualité de notre composant.

#### 3.3.4.1. Modèle FEM et méthodologie d'étude

A terme, notre solution haptique doit pouvoir être intégrée sur un substrat transparent, tel que le verre. Or le PZT, que nous choisissons comme matériau d'actionneur, ne peut pas être déposé directement sur verre du fait du fort budget thermique induit par son procédé d'élaboration. Il devra donc être déposé sur substrat de silicium et être reporté par la suite. Le travail réalisé dans le cadre de cette thèse se bornera à la preuve de concept de l'obtention d'un effet haptique à l'aide d'actionneurs déposés en couches minces sur des substrats de silicium. Notre modèle consiste donc en une plaque de silicium monocristallin orienté (100), présentant un *notch* aligné sur (110), d'épaisseur 725  $\mu\text{m}$  et d'actionneurs en PZT d'épaisseur 2  $\mu\text{m}$ . Afin de limiter le temps de calcul, nous négligeons l'influence des électrodes en platine et ruthénium du fait de leur faible épaisseur devant l'épaisseur du substrat (0.1  $\mu\text{m}$  devant 725  $\mu\text{m}$ ). Nous considérons notre plaque comme étant libre-libre (pas de conditions d'encastrement). Cette condition correspondra aux conditions de caractérisation comme nous le verrons plus loin. Les propriétés mécaniques utilisées sont données dans le Tableau 18. Nous négligeons les contraintes résiduelles dans le PZT, de nouveau du fait de l'épaisseur dominante du substrat. La méthodologie d'étude est la suivante pour chaque dimension de plaque :

- Analyse modale de la plaque : nous sélectionnons les fréquences d'intérêt des modes recherchés et extrayons la longueur d'onde.

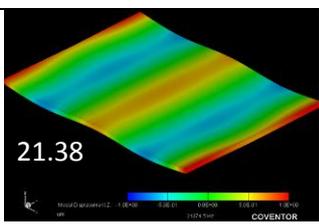
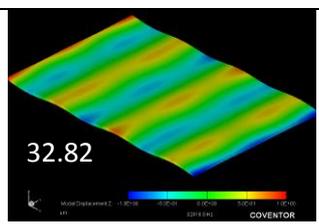
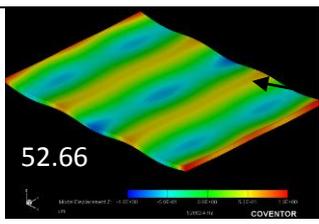
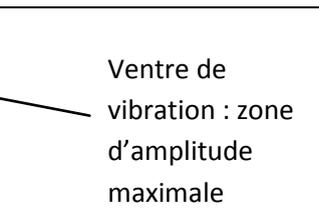
- Positionnement des colonnes d'actionneurs centrées sur des ventres de vibration (des zones de déplacement maximal du substrat) en phase (le PZT étant ferroélectrique, il ne peut que se contracter aux tensions d'actionnement utilisées).
- Etude harmonique : nous réalisons une étude paramétrique afin de dimensionner les actionneurs les plus efficaces pour la plaque et la fréquence considérée. Nous utiliserons en simulation des tensions d'actionnement négatives afin de prendre en compte la nature ferroélectrique du PZT, comme expliqué au Chapitre 1.

Matériau	Silicium {110}	PZT
Module d'Young (GPa)	169	75
Coefficient de Poisson	0.06	0.39
$e_{31,f}$ (C/m <sup>2</sup> )	-	-22

**Tableau 18: Données matériaux.**

### 3.3.4.2. Etude modale

Nous avons fait l'analyse modale des plaques 40×30 et 60×40 mm<sup>2</sup>. Le Tableau 19 donne les fréquences d'intérêt retenues, allant de 21.38 à 52.66kHz. Les fréquences les plus basses permettront d'obtenir les plus grandes amplitudes de vibration. Les fréquences les plus hautes, présentant les plus petites longueurs d'onde et donc un plus grand nombre de ventres de vibration où localiser les colonnes d'actionneurs, permettront de positionner les actionneurs au plus près de l'extrémité de la plaque (zone de toucher plus grande).

Dimensions de la plaque (mm <sup>2</sup> )	40×30	60×40
Fréquence 1 retenue (kHz)		
Fréquence 2 retenue (kHz)		

**Tableau 19: Analyse modale des plaques 40×30 et 60×40 mm<sup>2</sup> (dilatation de l'amplitude de vibration hors-plan × 500).**

### 3.3.4.3. Etude paramétrique relative

Nous cherchons à dimensionner les actionneurs en PZT permettant d'obtenir le plus grand déplacement du substrat pour chacun des modes de vibration listés dans le Tableau 19. Cette étude FEM est relative, car réalisée avec un coefficient d'amortissement arbitraire. La Figure 83 indique les paramètres que nous faisons varier :

- Largeur de l'actionneur :  $w$
- Position des deux colonnes d'actionneurs :  $e$  et  $d$
- Nombre d'actionneurs par colonne :  $L$ ,  $a$  et  $b$
- Nombre de colonnes : 1 ou 2 colonnes
- Position relative des colonnes : colonnes distantes d'une longueur d'onde ou positionnées aux extrémités de la dalle, colonnes en opposition de phase ( $d$ )

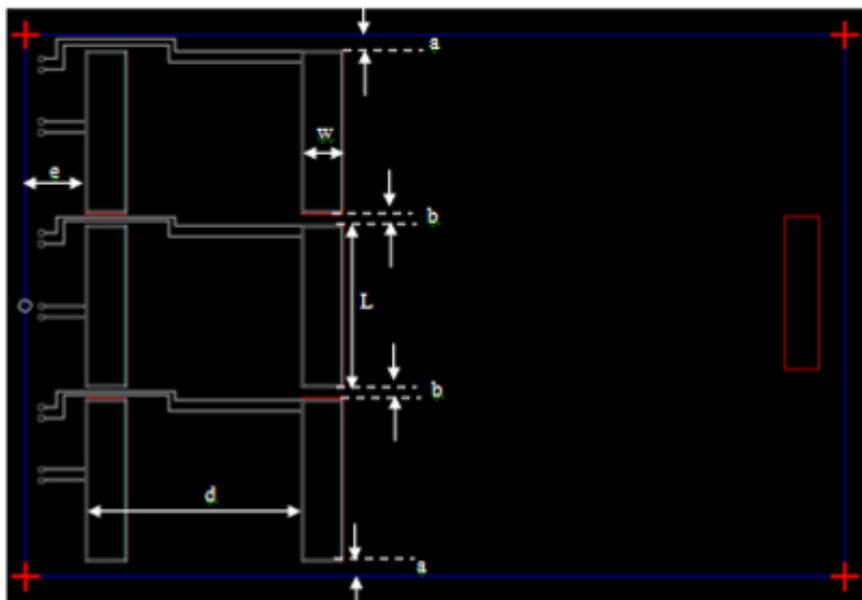


Figure 83 : Vue schématique de la plaque (bords en bleu) avec ces actionneurs (en gris) – paramètres de l'étude d'optimisation des actionneurs.

#### 3.3.4.3.1. Etude des plaques $60 \times 40 \text{ mm}^2$

Nous étudions le mode à 32.82 kHz, représenté à la Figure 84. Nous choisissons dans un premier temps de simuler arbitrairement 2 colonnes de 3 actionneurs avec  $L=12130 \mu\text{m}$ ,  $w=3000 \mu\text{m}$  et  $a=905 \mu\text{m}$ ,  $b=900 \mu\text{m}$ . Nous étudions par simulation FEM l'influence des paramètres liés  $e$  et  $d$  sous - 30 V. Comme le montre la Figure 85,  $e = 6000 \mu\text{m}$  et  $d = 17500 \mu\text{m}$  nous permettent d'obtenir la plus grande amplitude de déplacement de la plaque. Ces valeurs correspondent à deux colonnes d'actionneurs parfaitement centrées sur des ventres de vibration. Nous étudions ensuite l'optimum de déplacement en fonction de la largeur de l'actionneur. Nous constatons qu'une largeur

d'actionneur  $w = 3000 \mu\text{m}$  permet d'obtenir une plus grande amplitude de déplacement de plaque que  $w = 2500\mu\text{m}$  (Figure 86). Nous nous limitons à cette largeur d'actionneur, qui induit déjà une très grande surface d'actionneur et donc une grande valeur de capacité (en lien avec la consommation électrique).

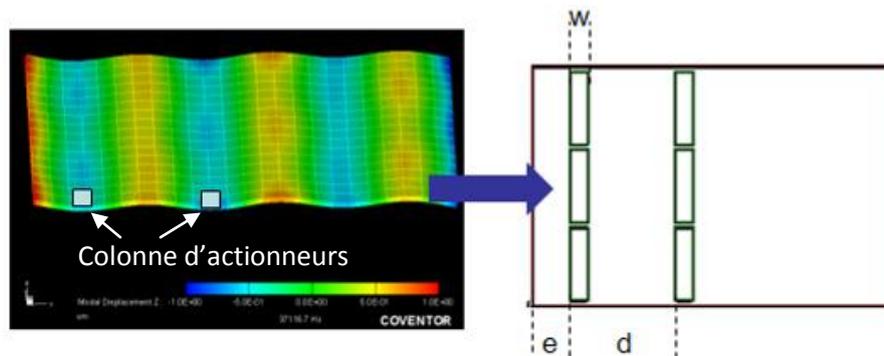


Figure 84: Illustration du mode à 32.82 kHz et paramètres étudiés sur une plaque 60×40 mm<sup>2</sup>.

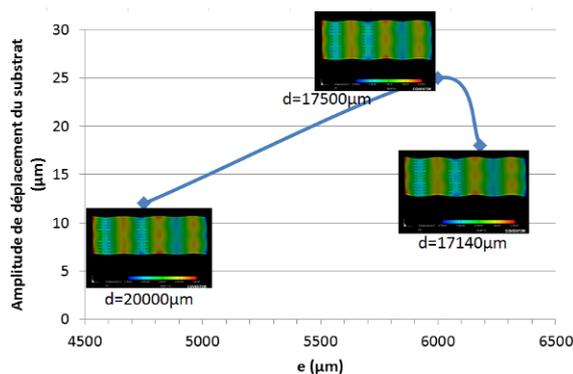


Figure 85: Etude des paramètres  $e$  et  $d$  sur une plaque 60×40 mm<sup>2</sup> à 32.82 kHz.

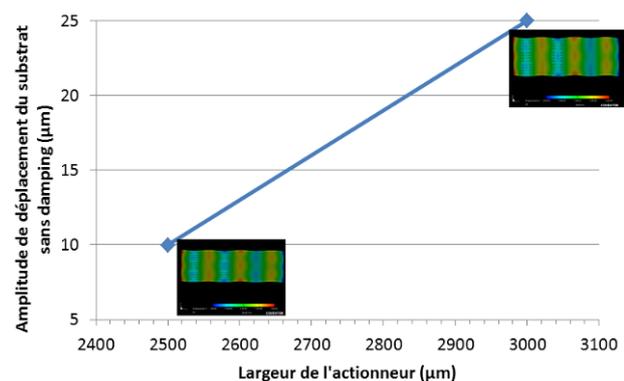


Figure 86: Etude de l'influence de la largeur de l'actionneur sur une plaque 60×40 mm<sup>2</sup> à 32.82 kHz.

Nous étudions la position relative et le nombre de colonnes d'actionneurs. Nous traçons l'amplitude de déplacement du substrat relativement à l'amplitude maximum (normée à 100 %) en fonction des différentes positions des colonnes d'actionneurs que nous avons étudiées (Figure 87). Nous notons que deux colonnes d'actionneurs séparées par une longueur d'onde, et donc positionnées sur deux ventres de vibration successifs en phases, permettent d'obtenir la plus grande amplitude de déplacement du substrat. Notons que les deux autres configurations restent intéressantes et devront être étudiées expérimentalement. En effet, la configuration avec deux colonnes positionnées aux extrémités permet d'augmenter la zone de toucher alors que la configuration avec une seule colonne permet de diminuer la valeur de la capacité de l'actionneur (et donc la consommation électrique).

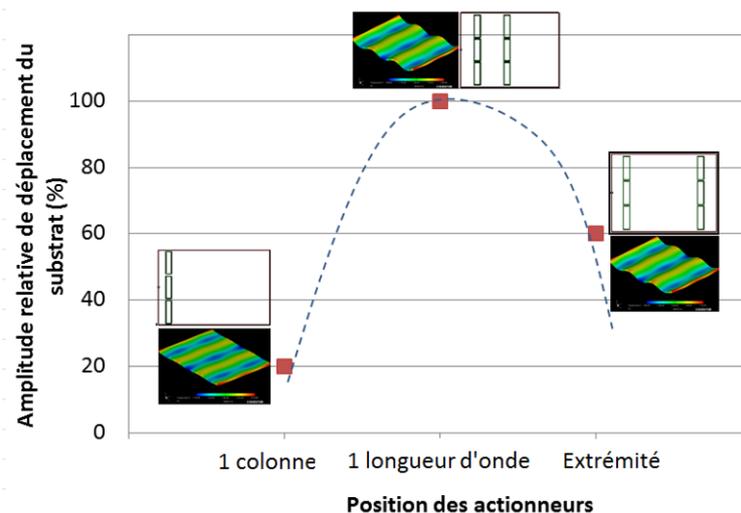


Figure 87: Etude de la position relative des colonnes d'actionneurs sur une plaque 60×40 mm<sup>2</sup> à 32.82 kHz.

Enfin, nous étudions l'influence du nombre d'actionneurs par colonne. Nous simulons des dispositifs identiques mais avec une surface d'actionneur qui varie légèrement du fait de la discrétisation plus ou moins importante des actionneurs unitaires. La simulation ne nous permet pas de ressortir un effet lorsque le nombre d'actionneurs par colonne varie entre 1 et 28. Nos démonstrateurs présenteront indifféremment 1, 6 ou 28 actionneurs par colonne.

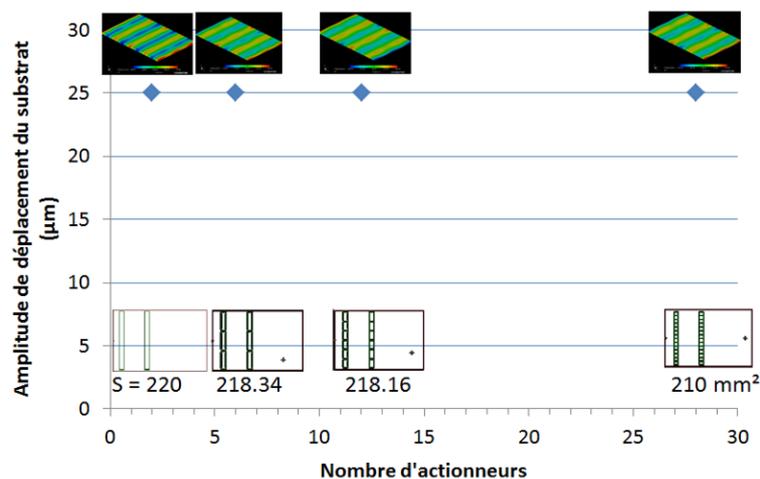


Figure 88: Etude de l'influence du nombre d'actionneurs par colonne sur une plaque 60×40 mm<sup>2</sup> à 32.82 kHz.

### 3.3.4.3.2. Etude des plaques 40×30 mm<sup>2</sup>

Nous étudions le mode à 52.66 kHz, représenté à la Figure 89. Nous choisissons de simuler 2 colonnes de 3 actionneurs avec  $L = 9000 \mu\text{m}$ ,  $w = 3000 \mu\text{m}$  et  $a = 900 \mu\text{m}$ ,  $b = 600 \mu\text{m}$ . Nous étudions l'influence des paramètres liés  $e$  et  $d$  sous  $-30 \text{ V}$  :  $e = 4375 \mu\text{m}$  et  $d = 14375 \mu\text{m}$  nous permettent d'obtenir la plus grande amplitude de déplacement de la plaque (Figure 90). Nous étudions ensuite

l'optimum de déformation en fonction de la largeur de l'actionneur. Nous constatons cette fois qu'une largeur d'actionneur  $w = 2500 \mu\text{m}$  induit une plus grande amplitude de déplacement de plaque que  $w = 3000 \mu\text{m}$  (Figure 91). L'efficacité de l'actionneur piézoélectrique augmente lorsque la largeur d'actionneur augmente jusqu'à une valeur limite ( $2500 \mu\text{m}$ ). Au-delà de cette valeur, l'actionneur perd de son efficacité car il déborde d'un ventre de vibration pour s'approcher des zones de faibles déplacements (points nodaux).

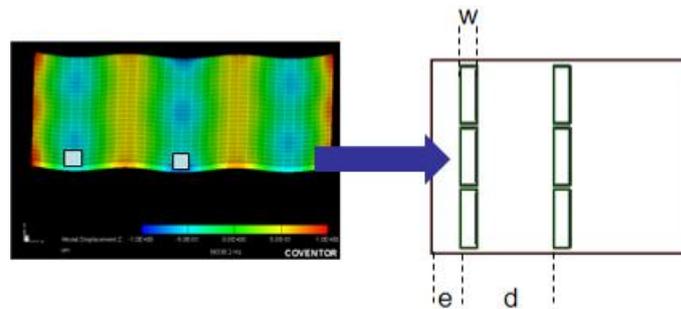


Figure 89: Aspect du mode de vibration à 52.66 kHz et paramètres étudiés sur une plaque  $40 \times 30 \text{ mm}^2$ .

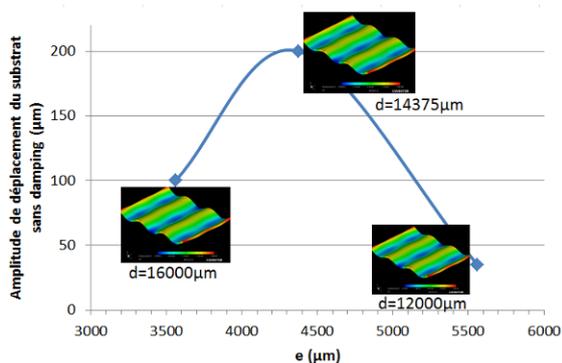


Figure 90: Etude de la position des colonnes d'actionneurs sur une plaque  $40 \times 30 \text{ mm}^2$  (paramètres  $e$  et  $d$ ).

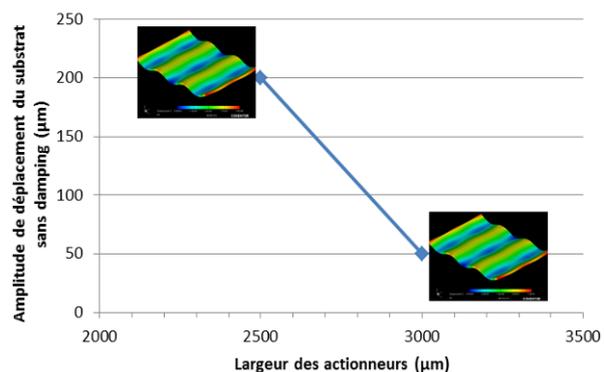


Figure 91: Etude de la largeur d'actionneurs sur une plaque  $40 \times 30 \text{ mm}^2$ .

Enfin, nous étudions la position relative des colonnes d'actionneurs et le nombre de colonnes. De nouveau, nous normons l'amplitude de déplacement du substrat par rapport à la valeur maximale. Comme le montre la Figure 92, nous retrouvons le même résultat que celui obtenu sur les plaques  $60 \times 40 \text{ mm}^2$ , à savoir que la configuration avec deux colonnes d'actionneurs positionnées sur deux ventres de vibration successifs en phase induit le plus grand déplacement de substrat.

Nous avons également étudié une plaque de  $40 \times 30 \text{ mm}^2$  vibrant à plus basse fréquence (21.38 kHz). Le Tableau 20 récapitule les caractéristiques de ce design.

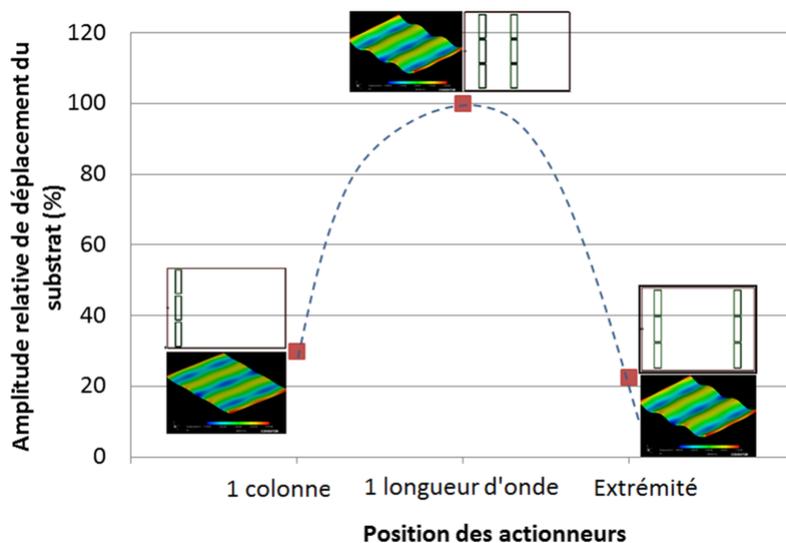


Figure 92: Etude de la position relative des colonnes et du nombre de colonnes d'actionneurs sur une plaque 40×30 mm<sup>2</sup>.

Paramètres	Valeur retenue à 21.38 kHz	
L, w	9000 μm, 2500 μm	
a, b	900 μm, 600 μm	
Nombre de colonnes et d'actionneurs	2 colonnes de 6 actionneurs séparées par une longueur d'onde	
e, d	7500 μm, 22500 μm	
Déformation simulée sous -30V	18μm	

Tableau 20: Caractéristiques du design étudié sur une plaque 40×30 mm<sup>2</sup> à 21.38 kHz.

### 3.3.4.4. Synthèse de l'étude de design : masques de photolithographie

L'étude de dimensionnement décrite partiellement dans les sections précédentes a menée à la réalisation d'un jeu de masque de photolithographie (Figure 93). Nous disposerons de 4 designs de plaques 60×40 mm<sup>2</sup> et 6 designs de plaques 40×30 mm<sup>2</sup> par substrat. Notons que nous avons également 12 designs de plaques 30×20 mm<sup>2</sup> qui se sont retrouvées moins intéressantes à étudier, du fait de leurs « faibles » dimensions, peu propices au test par toucher. Les caractéristiques de ces designs et de ceux dont l'étude n'a pas été reportée dans ce chapitre, se retrouvent en Annexe F.

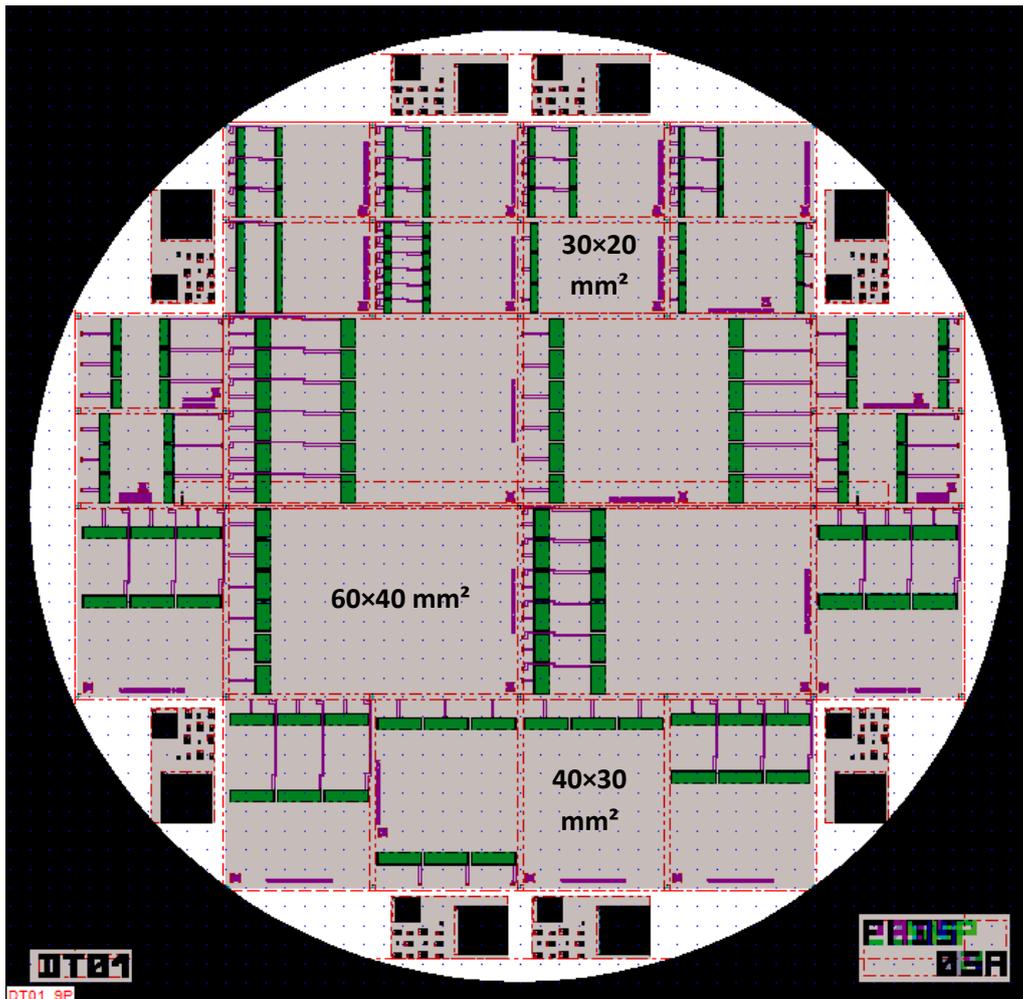


Figure 93: Aperçu global du jeu de masque DT01.

### 3.3.5. Caractérisations électromécaniques

#### 3.3.5.1. Préparation des échantillons

Des démonstrateurs ont été réalisés en utilisant la technologie décrite au paragraphe 3.3.1. Les substrats sont ensuite découpés afin d'obtenir les plaques individuelles. Ces plaques sont reportées sur un support en aluminium sur lesquelles elles sont fixées à l'aide d'un scotch double face adapté (adhésif 3M *Dual Lock*®). Il est important de positionner les plots de scotch, les plus ponctuels possible, **aux points nodaux de la plaque** afin de ne pas dégrader le mode (voir même le tuer). Ces fixations ponctuelles, positionnées aux points nodaux, correspondent à une plaque libre – libre comme approximé lors de l'étude de dimensionnement. Nous utilisons ensuite des *wires bonding* en or afin de connecter électriquement les électrodes des actionneurs à un connecteur électrique, qui sera lui-même relié au générateur (*Agilent*). La Figure 94 montre une plaque 40×30 mm<sup>2</sup> prête pour la caractérisation.

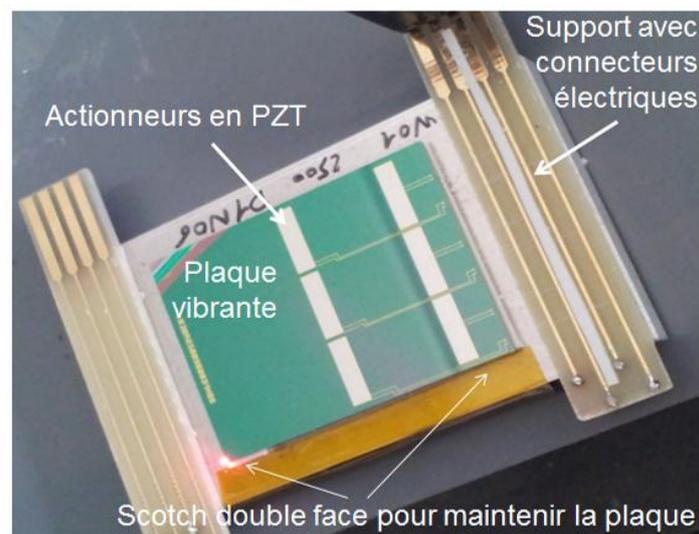


Figure 94: Vue d'un dispositif 40×30 mm<sup>2</sup> prête à la caractérisation.

#### 3.3.5.2. Présentation du vibromètre laser et mode opératoire

Nous désirons valider la fréquence des modes de vibration étudiés ainsi que mesurer l'amplitude de déplacement de nos plaques. Pour cela, nous utilisons un **vibromètre laser POLYTEC MSA-400** disponible au CEA (Figure 95). Nous avons également réalisé quelques mesures de vibrométrie à l'IRCICA à Lille (Figure 96). Cet appareil est constitué d'une source de lumière monochromatique (laser) et d'un interféromètre permettant de mesurer l'effet Doppler (altération de la fréquence du faisceau laser réfléchi par le mouvement de la surface de la plaque). De cette interférométrie entre le signal réfléchi et un signal de référence, nous pouvons extraire la vitesse et le déplacement d'un point à la surface de la plaque [130]. Pour obtenir une cartographie de notre plaque, il nous faut réaliser plusieurs mesures, avec un pas dans le plan du substrat adapté au mode de vibration étudié, puis les assembler informatiquement.



Figure 95: Vibromètre laser CEA.



Figure 96: Vibromètre laser IRCICA.

Pour utiliser le PZT toujours au-delà de son champ coercitif, qui correspond à environ 4 V pour un PZT de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, nous appliquons une composante continue en plus de la composante alternative nécessaire pour faire résonner la plaque. Ainsi en appliquant par exemple 12 V DC + 4 V AC pic à pic, la tension totale aux bornes de l'actionneur oscille entre 8 et 16 V.

### 3.3.5.3. Résultats de caractérisation et post simulation

Les caractérisations ont été réalisées à la pression atmosphérique. Nous avons post-simulé ces mesures en introduisant et ajustant un paramètre d'amortissement mathématique théorique (*damping coefficient*).

#### 3.3.5.3.1. Caractérisation et post-simulation des plaques 60x40 mm<sup>2</sup>

La Figure 97 montre l'évolution de l'amplitude de déplacement du substrat en fonction de la tension AC appliquée sur une plaque avec 2 colonnes de 6 actionneurs positionnées aux extrémités ( $V_{DC} = 12 \text{ V} + V_{AC/pic-pic} = \text{variable}$ ). Nous comparons les valeurs mesurées à celles simulées lorsque nous introduisons un paramètre d'amortissement afin d'ajuster le facteur de qualité de la plaque (représentant par exemple l'amortissement dans l'air). Notons que nous n'utilisons qu'un seul paramètre d'amortissement par dimension de plaque, à savoir  $2.5 \cdot 10^{-8}$  pour les plaques 60x40 mm<sup>2</sup>. Nous constatons un bon accord entre les fréquences mesurées et les fréquences simulées (écart < 1 %) ainsi qu'entre les amplitudes de déplacement mesurées et celles simulées (écart d'environ 6 %). Il est important de noter que nous **obtenons la spécification requise en terme d'amplitude de déplacement du substrat, c'est-à-dire plus de 1  $\mu\text{m}$  (1.15  $\mu\text{m}$ ), pour seulement 8V AC pic à pic**. La cartographie du mode de vibration de la Figure 98 résulte de l'addition de plusieurs mesures au vibromètre laser (pas en x et en y de 2  $\mu\text{m}$ ). Cette cartographie nous confirme que nous travaillons bien sur le mode de vibration recherché. Le Tableau 21 récapitule les caractérisations menées sur les différentes configurations d'actionneurs. La synthèse des mesures sera faite au paragraphe 3.3.5.4.

**Un ressenti haptique a été constaté sur cette plaque** lorsque nous avons modulé le signal à 10 Hz en amplitude. Pour compenser l'effet rigidificateur du doigt sur la plaque, nous avons légèrement décalé la fréquence du signal d'entrée (32.67 plutôt que 32.76 kHz) et augmenté la tension d'actionnement (14 V<sub>AC</sub>). Ce ressenti haptique se traduit par une alternance de sensations rugosité / lisse sur la plaque, correspondant à la modulation à 10 Hz de l'actionnement, et donc la modulation d'un coefficient de frottement alternativement normal (sans actionnement) et faible (lorsque l'on actionne la plaque). **Nous validons ainsi la possibilité d'obtenir un ressenti haptique en utilisant des actionneurs PZT déposés en couches minces.**

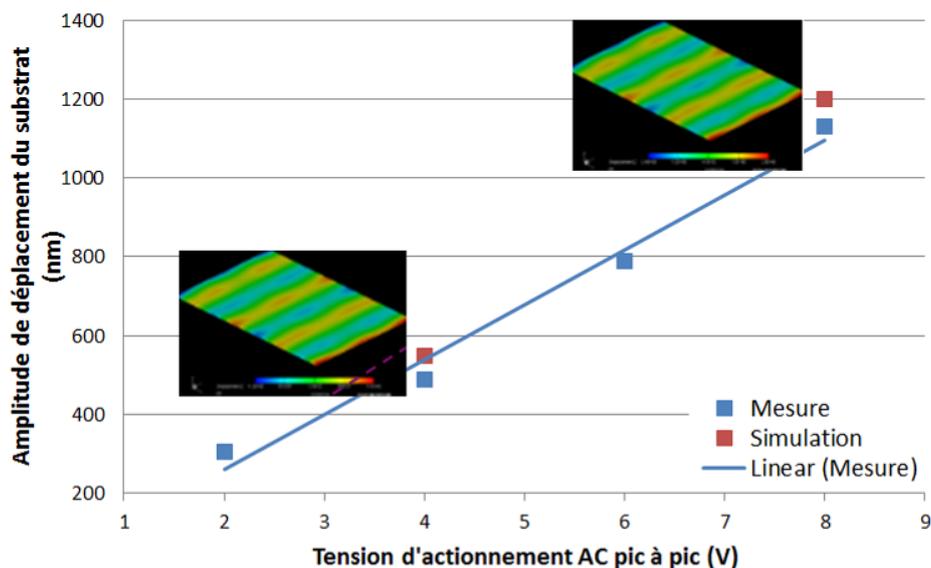


Figure 97 : Amplitude de déplacement du substrat mesurée en fonction de la tension AC appliquée comparée à l'amplitude post-simulée - plaque 60×40 mm<sup>2</sup> à 32.7 kHz (paramètre d'amortissement :  $2.5 \cdot 10^{-8}$ ).

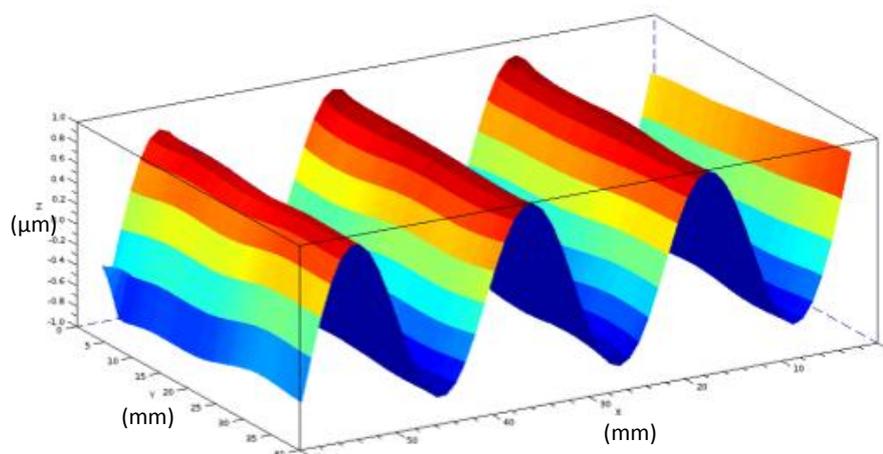


Figure 98: Cartographie au vibromètre laser du mode de vibration étudié sur la plaque 60×40 mm<sup>2</sup>, avec 2 colonnes d'actionneurs aux extrémités, sous  $12 V_{dc} + 8 V_{ac/pp}$  (Fréquence de résonance mesurée = 32.7 kHz).

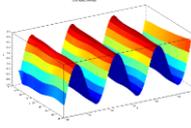
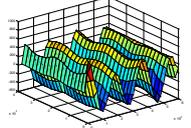
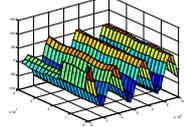
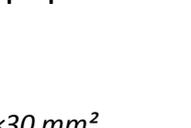
Nom et configuration	Fréquence (kHz)	Conditions d'actionnement	Amplitude mesurée ( $\mu\text{m}$ ) IRCICA/CEA	Cartographie	Courant/Puissance approximative
6040A30006000D2N12 Colonnes aux extrémités 1/2 colonnes, 6 actionneurs	IRCICA: 32.766	12V <sub>DC</sub> +4V <sub>AC</sub>	0.305		i=250mA
		12V <sub>DC</sub> +12V <sub>AC</sub>	1.1		i=780mA
	Simulation 32.82	32.67kHz@10Hz et 12V <sub>DC</sub> +14V <sub>AC</sub>	Effet haptique		
6040A30006000D2N12 Colonnes aux extrémités 2/2 colonnes, 12 actionneurs	IRCICA: 32.763	12V <sub>DC</sub> +2V <sub>AC</sub>	0.305		i=300mA, P=45mW
		12V <sub>DC</sub> +4V <sub>AC</sub>	0.49		i=350mA, P=100mW
		12V <sub>DC</sub> +6V <sub>AC</sub>	0.79		i=520mA, P=540mW
	Simulation 32.82	12V <sub>DC</sub> +8V <sub>AC</sub>	1.13		i=700mA, P=700mW
		12V <sub>DC</sub> +7V <sub>AC</sub> déphasage 106°	1		l=336mA, P=128mW
		32.67kHz@10Hz	Effet haptique		
6040A30006000D1N12 $\lambda$ entre 2 colonnes 2/2 colonnes, 12 actionneurs	CEA: 32.783 Simulation 32.82	12V <sub>DC</sub> +4V <sub>AC</sub>	0.552		
6040A30006000D1N06 1 COLUMN 1/1 colonne, 6 actionneurs	CEA: 32.797 Simulation 32.82	12V <sub>DC</sub> +4V <sub>AC</sub>	0.065		

Tableau 21: Caractérisations électromécaniques sur les plaques 60x40 mm<sup>2</sup>.

### 3.3.5.3.2. Caractérisation et post-simulation des plaques 40x30 mm<sup>2</sup>

Nous avons appliqué un potentiel mixte AC+DC à l'électrode supérieure d'une plaque de 40x30 mm<sup>2</sup> simulée à 21.38 kHz ( $V_{DC} = 10 \text{ V} + V_{AC/pic} \text{ à } pic = 4 \text{ V}$ ) présentant deux colonnes d'actionneurs séparées par une longueur d'onde. La Figure 99 donne la cartographie du mode de vibration. Nous obtenons 450 nm d'amplitude de déplacement du substrat. Nous avons post-simulé ce résultat de mesure. A l'aide d'un paramètre d'amortissement de  $10^{-8}$ , nous obtenons un bon accord entre mesure et simulation aussi bien en termes de fréquence (écart < 1 %) que d'amplitude de déplacement (écart < 1 %). Nous pouvons prédire que moins de  $V_{AC} = 10 \text{ V}$  seront nécessaire pour obtenir l'amplitude de déplacement du substrat recherchée (Figure 100).

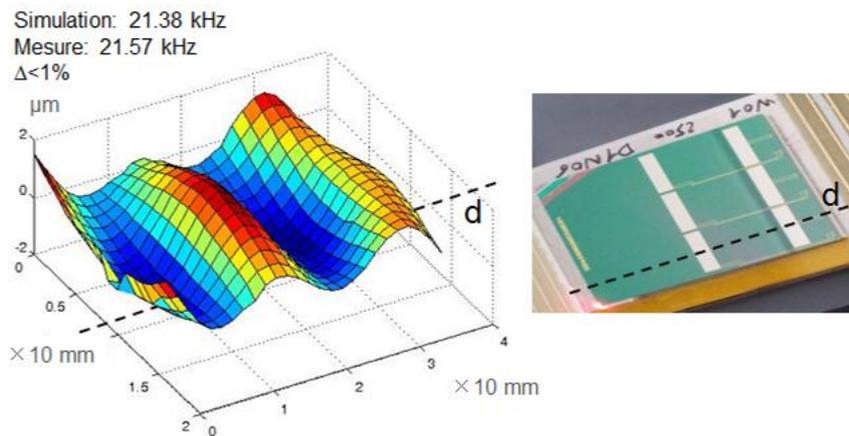


Figure 99: Cartographie au vibromètre laser d'une plaque de 40×30 mm<sup>2</sup> (10 V<sub>DC</sub> + 4 V<sub>AC/pp</sub>) avec une fréquence de résonance mesurée à 21.57 kHz.

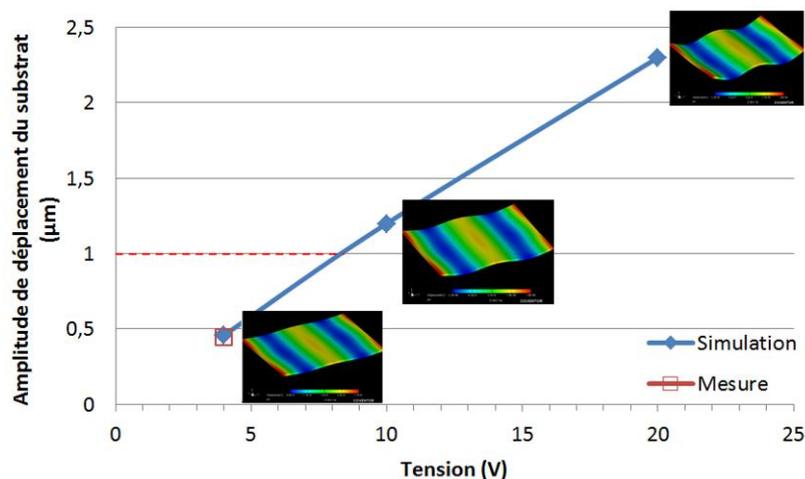


Figure 100: Amplitude de déplacement du substrat simulée sous *CoventorWare* en fonction de la tension d'actionnement (paramètre d'amortissement de 10<sup>-8</sup>) et comparaison au point mesuré (10 V<sub>DC</sub> + 4 V<sub>AC/pp</sub>).

Nous avons également caractérisé et post-simulé une plaque de 40×30 mm<sup>2</sup> vibrant à 52.5 kHz avec ces colonnes d'actionneurs positionnées à ces extrémités. La Figure 101 donne l'évolution de l'amplitude de déplacement de la plaque en fonction de la tension d'actionnement ( $V_{DC} = 12 \text{ V} + V_{AC/pic \text{ à pic}} = \text{variable}$ ). Nous notons un bon accord entre les fréquences mesurées et simulées (écart < 1 %), ainsi qu'entre les amplitudes mesurées et celles simulées lorsque nous introduisons le paramètre d'amortissement défini préalablement (écart < 1 % avec 10<sup>-8</sup>). Nous notons de nouveau qu'un déplacement micrométrique est atteint pour seulement 8 V<sub>AC/pic à pic</sub> et qu'un **effet haptique est ressenti lorsque nous modulons à 10 Hz en amplitude le signal d'entrée** (18 V<sub>AC</sub>). Le Tableau 22 résume les caractérisations électromécaniques réalisées sur les plaques de 40×30 mm<sup>2</sup>. La synthèse des mesures sera faite au paragraphe 3.3.5.4.

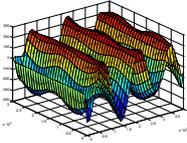
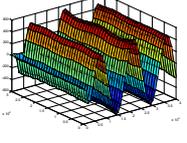
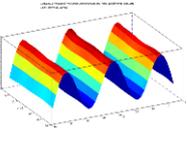
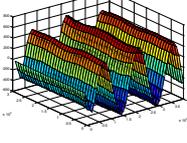
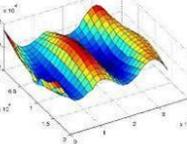
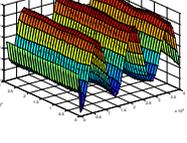
Nom et configuration	Fréquence (kHz)	Conditions d'actionnement	Amplitude mesurée ( $\mu\text{m}$ ) IRCICA/CEA	Cartographie	Courant/Puissance approximative
4030A25009000D1N03 1 Colonne 1/1 colonne, 3 actionneurs	IRCICA: 52.555 CEA: 52.553 Simul: 52.66	$12V_{DC}+4V_{AC}$	0.3/0.27		$i=100\text{mA}$
		$12V_{DC}+8V_{AC}$	0.65		$i=200\text{mA}$
		$12V_{DC}+12V_{AC}$	1		$i=350\text{mA}$
4030A25009000D1N06 $\lambda$ entre 2 colonnes 2/2 colonnes, 6 actionneurs	CEA: 52.502 Simul: 52.66	$12V_{DC}+4V_{AC}$	0.56		
4030A25009000D3N06 2 colonnes aux extrémités 1/2 colonnes, 3 actionneurs	IRCICA: 52.510 CEA: 52.516 Simul: 52.66	$12V_{DC}+4V_{AC}$	0.48		$i=220\text{mA}$
		$12V_{DC}+8V_{AC}$	0.76		$i=330\text{mA}$
		$12V_{DC}+12V_{AC}$	1		$i=440\text{mA}$
		$12V_{DC}+18V_{AC}$	Effet haptique		
4030A25009000D3N06 2 colonnes aux extrémités 2/2 colonnes, 6 actionneurs	IRCICA: 52.512 CEA: 52.516 Simul: 52.66	$12V_{DC}+4V_{AC}$	0.53/0.59		$i=300\text{mA}$
		$12V_{DC}+8V_{AC}$	1.14		$i=420\text{mA}$
		$12V_{DC}+14V_{AC}$ 52.447kHz@10Hz	Effet haptique		$i=820\text{mA}$ , $P=820\text{mW}$
4030A25009000D3N06 2 colonnes aux extrémités 1/2 colonnes, 3 actionneurs	IRCICA: 21.57 Simul: 21.38	$5V_{DC}+4V_{AC}$	0.45		
4030A25009000D2N06 $\lambda$ entre 2 colonnes 2/2 colonnes, 6 actionneurs	CEA: 52.515 Simul: 52.66	$12V_{DC}+4V_{AC}$	0.29		

 Tableau 22: Caractérisations électromécaniques sur les plaques  $40 \times 30 \text{ mm}^2$ .

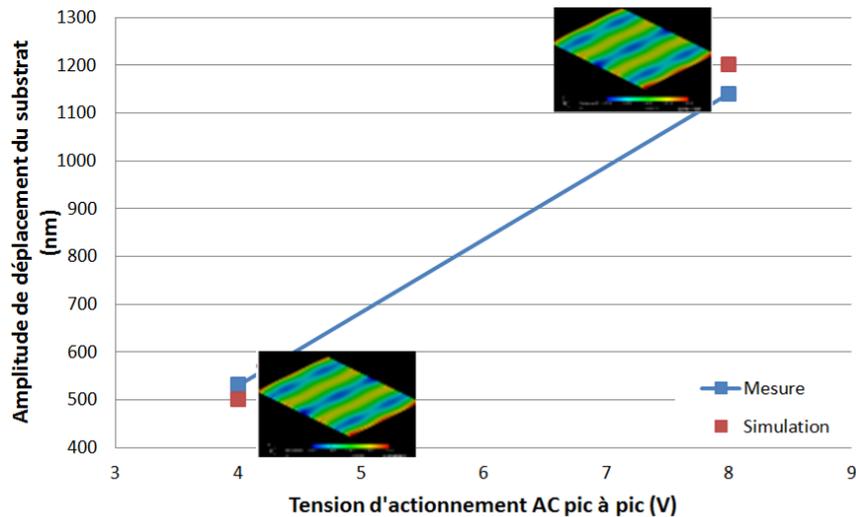


Figure 101 : Amplitude de déplacement du substrat mesurée et simulée (paramètre d'amortissement de  $10^{-8}$ ) en fonction de la tension d'actionnement, d'une plaque de  $40 \times 30$  mm<sup>2</sup> vibrant à 52.5 kHz.

#### 3.3.5.4. Synthèse de l'étude de caractérisation

Nous avons constaté un écart inférieur au pourcent entre les fréquences mesurées et les fréquences simulées. De même l'écart entre les amplitudes de déformation du substrat simulées et mesurées est inférieur à 6%, plus souvent inférieur au pourcent. Ces très faibles écarts montrent la pertinence des données d'entrée de nos modèles, dont le module d'Young et le coefficient piézoélectrique du PZT que nous avons pu extraire grâce aux mesures d'acoustique picoseconde.

La Figure 102 nous permet de comparer les amplitudes de déplacement mesurées sur des plaques  $60 \times 40$  et  $40 \times 30$  mm<sup>2</sup> ( $12 V_{DC} + 4 V_{AC}$  pic à pic) en fonction de la configuration des actionneurs. Les designs avec 1 colonne d'actionneurs donnent toujours des amplitudes de déplacement plus petites qu'avec deux colonnes. Pour les configurations à deux colonnes d'actionneurs, la mesure confirme l'étude de simulation : **deux colonnes séparées par une longueur d'onde induisent les plus grandes amplitudes de déplacement** de plaque. Néanmoins, deux colonnes localisées aux extrémités permettent d'obtenir des amplitudes de déplacement de plaque tout à fait satisfaisantes, seulement 5 à 11% plus petites que la meilleure configuration pour respectivement les plaques  $40 \times 30$  et  $60 \times 40$  mm<sup>2</sup>. **Du fait de la plus grande zone de toucher disponible dans la configuration avec actionneurs aux extrémités de la plaque, cette configuration retient notre attention.**

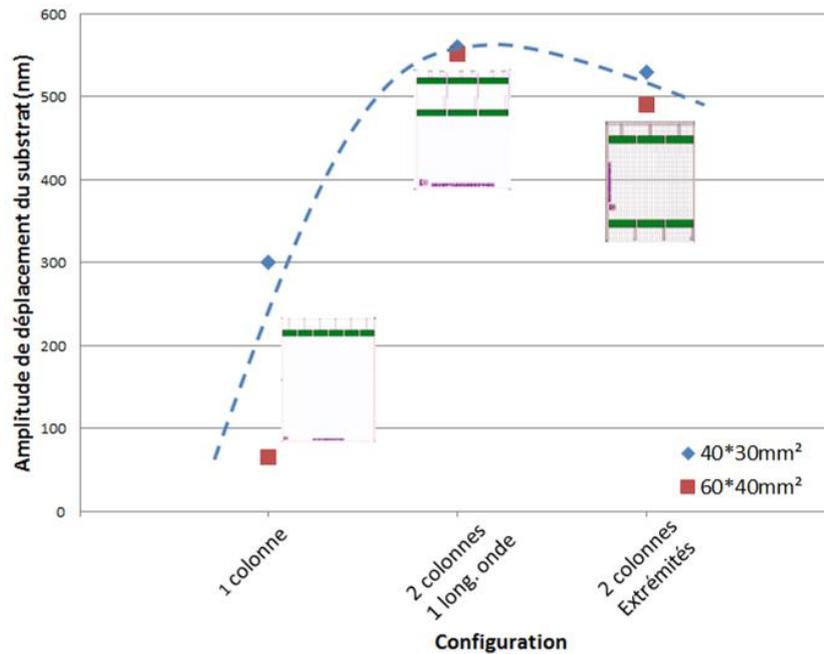


Figure 102 : Amplitude de déplacement de la plaque en fonction de la configuration d'actionneurs (1 colonne, 2 colonnes aux extrémités ou séparées par une longueur d'onde).

Nous avons mesuré le courant dissipé ainsi que l'amplitude de déplacement des dispositifs avec deux colonnes successivement en actionnant 1 sur 2 puis 2 sur 2 colonnes d'actionneurs. La Figure 103 montre que sur certains dispositifs, si le courant augmente fortement lorsque nous actionnons deux colonnes plutôt qu'une, l'amplitude de déformation augmente peu, voire pas du tout. Ce phénomène pourrait signifier un fonctionnement non optimal de nos dispositifs avec deux colonnes d'actionneur.

Pour comprendre ce phénomène, nous étudions la plaque de 60×40 mm<sup>2</sup> avec deux colonnes d'actionneurs positionnées vers les extrémités (6040A30006000D2N12). Nous actionnons indépendamment les deux colonnes avec un générateur Agilent double source. Lorsque nous actionnons en même temps les deux colonnes, nous n'obtenons qu'un faible déplacement de la plaque (280 nm pour 0° entre les deux sources électriques). Par contre, en introduisant un déphasage entre les deux sources électriques (106°), nous obtenons plus d'un micromètre d'amplitude de déplacement, avec la même tension d'actionnement. Ce phénomène peut s'expliquer à la vue des dimensions des pistes de ce dispositif, données à la Figure 104. Nous constatons un facteur 3 entre la résistance d'accès à la colonne d'actionneurs de droite (longueur de piste d'environ 14 000 μm) et celle de gauche (longueur de piste d'environ 5 400 μm). Cette disparité induit des conditions d'actionnement très différentes entre les deux colonnes, pouvant expliquer le dysfonctionnement constaté plus haut. **Pour la suite, un design électrique présentant des résistances d'accès uniformes entre les colonnes sera à privilégier.**

Notons que les courants dissipés impliquent une consommation relativement forte, à limiter dans l'optique d'applications nomades. Cette consommation est liée au courant nécessaire pour charger la grande capacité induite par les grandes surfaces d'actionneur de PZT (plusieurs dizaines de mm<sup>2</sup>).

La minimisation de ces capacités sera requise afin de limiter la consommation électrique (discrétisation des électrodes, réduction du nombre d'actionneurs et de la surface d'actionneurs par colonnes).

Enfin, comme le montre la Figure 104, nous avons choisi d'implanter les plots de contact et donc les zones de *wire bonding*, à l'extrémité de la plaque. Or par expérience, cette zone présente la plus grande amplitude de déplacement du substrat (zone de « fouet »), et engendre une grande fragilité des *wires bonding*. **Pour la suite, nous choisirons de positionner les plots de contact sur le grand côté de la plaque, à des points nodaux** (déplacement nul ou minimal).

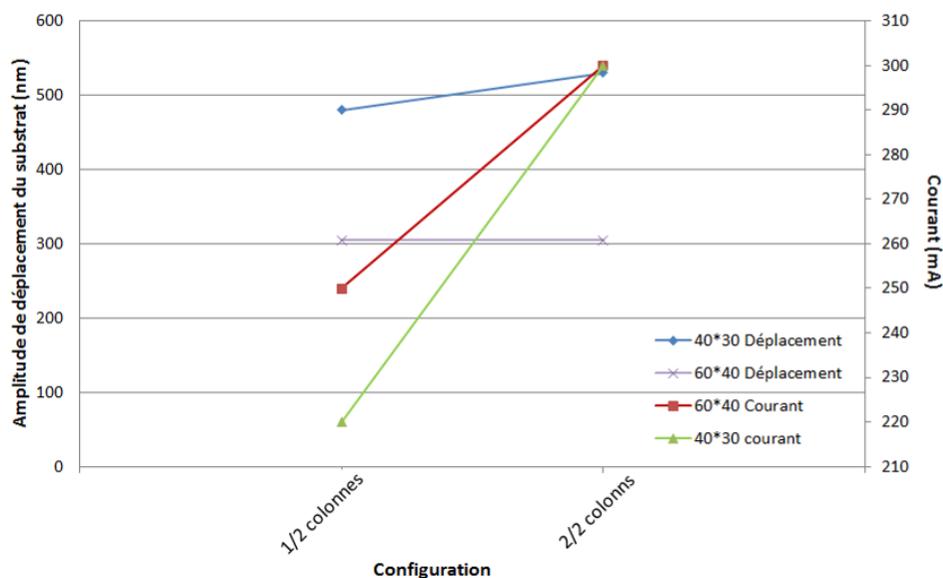


Figure 103 : Amplitude de déplacement des plaques lorsque nous actionnons 1/2 ou 2/2 colonnes pour des plaques de 60×40 and 40×30 mm<sup>2</sup>.

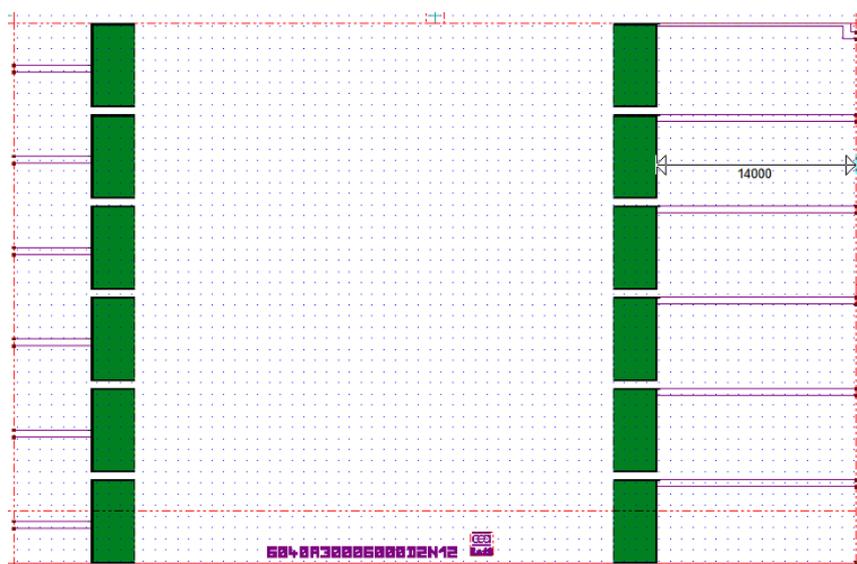


Figure 104 : Vue du layout du dispositif 6040A30006000D2N12.

Ces constatations ont amené à un nouveau dimensionnement. Un nouveau jeu de masques de photolithographie et une seconde réalisation technologique ont donc été réalisées en prenant en compte ces recommandations. Entre autre, la Figure 105 donne un exemple de plaque  $40 \times 30 \text{ mm}^2$  à consommation électrique réduite. Les résistances d'accès aux plots de contact sont réduites et uniformes et les plots sont positionnés à des points nodaux. La mesure au vibromètre laser (Figure 106), en bon accord avec la simulation, nous permet d'obtenir une amplitude de déplacement du substrat de plus de  $0.8 \mu\text{m}$  sous seulement  $4 V_{ac-pp}$  ( $12 V_{dc}$ ). Le courant électrique est de  $237 \text{ mA}$ , induisant une consommation d'approximativement  $100 \text{ mW}$ . Ce courant est inférieur d'environ  $30 \%$  aux courants répertoriés dans le Tableau 22, nécessaires pour obtenir une amplitude de déplacement du substrat similaire à partir des dispositifs issus de la première étude dimensionnement.

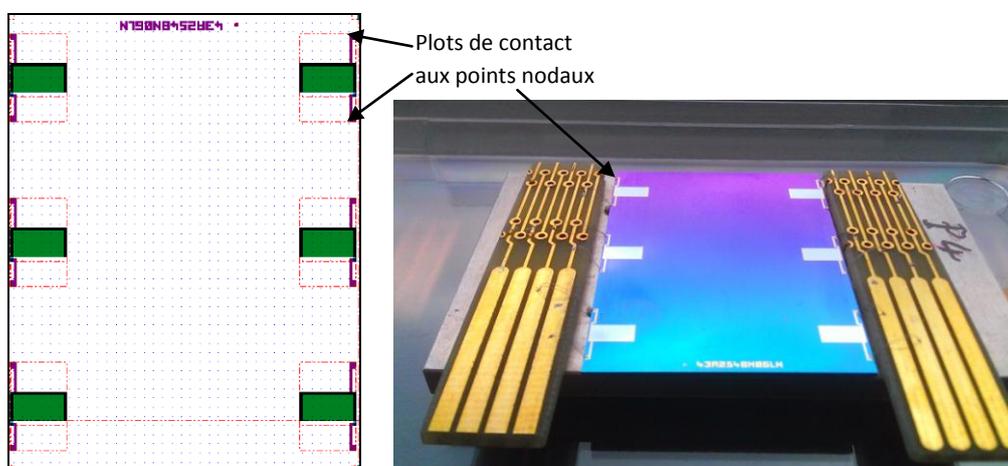


Figure 105: Aperçu du layout et photographie d'une plaque haptique avec dimensionnement d'actionneurs avec consommation électrique réduite.

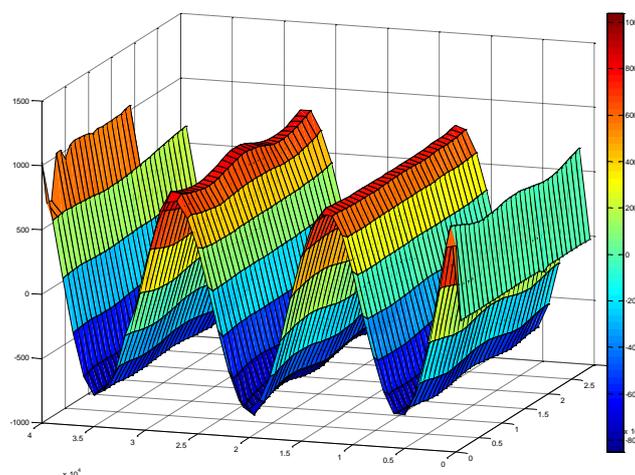


Figure 106 : Amplitude de déplacement du substrat sous  $4 V_{ac-pp} + 12 V_{dc}$ ,  $F = 51.717 \text{ kHz}$  (simulée à  $52.1 \text{ kHz}$ )

### 3.4. Conclusion

Nous avons montré comment calculer le coefficient piézoélectrique ( $d_{31}$  ou  $e_{31,f}$ ) à partir de la comparaison entre la mesure et la modélisation du comportement d'un cantilever actionné par PZT. Nous avons montré que connaître avec précision le module d'Young du PZT par les mesures d'acoustique picoseconde, nous permet de réduire l'incertitude sur l'extraction du coefficient piézoélectrique, grandeur difficile à caractériser avec précision, du fait de sa dépendance avec les conditions électriques appliquées au matériau. **Nous avons ainsi dans cette thèse, caractérisé le triplet « module d'Young, coefficient de Poisson et coefficient piézoélectrique » du PZT.**

Nous nous sommes ensuite focalisés sur le dimensionnement de plaques pour des applications haptiques. Nous avons montré une partie de l'étude de dimensionnement réalisée, ainsi que la caractérisation électromécanique de ces objets. Pour des plaques de  $40 \times 40$  et  $60 \times 60$  mm<sup>2</sup>, nous avons mis en évidence que  $8 V_{AC,pic-pic}$  (et  $V_{DC} = 12$  V) sont suffisants pour obtenir la spécification visée en terme d'amplitude de déformation de substrat, à savoir 1  $\mu$ m. Sur ces dispositifs, **un ressenti haptique a été constaté, validant le concept.** L'étude d'optimisation, entreprise via la seconde réalisation technologique, prouve que nous obtiendrons ces caractéristiques pour des consommations électriques réduites, de l'ordre de 150 mW. La post-simulation des résultats de caractérisation nous a permis de développer des modèles prédictifs, avec des écarts simulation – mesure de l'ordre du pourcent. Nous montrons donc l'intérêt de disposer précisément des propriétés des matériaux constitutifs tel que le module d'Young du PZT ou du coefficient piézoélectrique. Cet exemple d'application nous montre tout l'apport de l'acoustique picoseconde pour le dimensionnement « prédictif » de microsystèmes et pour la caractérisation complète des couches minces telles que le PZT.

## Conclusions et perspectives

L'objectif premier de cette thèse était de mesurer le module d'Young et le coefficient de Poisson du PZT, dans le but de mettre en place des modèles pour le dimensionnement prédictif des MEMS avec actionneurs PZT. Ces modèles prédictifs requièrent, au minimum, la bonne connaissance des propriétés mécaniques des matériaux considérés. Nous nous sommes tournés naturellement vers l'acoustique picoseconde qui avait été utilisée dans le cadre de la belle aventure que fut le développement des résonateurs BAW, de 2002 à 2008, entre le CEA, *STMicroelectronics* et l'IEMN-ISEN, malheureusement pas couronnée par un lancement industriel. L'acoustique picoseconde avait prouvé son apport dans le cadre d'un développement industriel, pour la métrologie des couches minces, y compris sur des matériaux piézoélectriques tel que l'AlN.

La caractérisation du PZT par acoustique picoseconde a mis en évidence toute la complexité de ce matériau. Le PZT présentant un rapport Zr/Ti de 52/48 est dans sa phase morphotropique, phase complexe où coexiste des phases quadratique, rhomboédrique et une phase monoclinique. Une présentation sommaire de ce matériau nous a permis de mettre en évidence cette complexité qui explique, sans doute en partie, la méconnaissance précise de ses propriétés mécaniques. Les signaux d'acoustique picoseconde sur le PZT ont sans doute également rendu compte de cette complexité, ceux-ci étant le plus souvent bruités, les phénomènes à analyser étant très atténués. Néanmoins, de nombreuses mesures de vitesses acoustiques longitudinales et transverses nous ont permis d'extraire un module d'Young moyen de l'ordre de 80 GPa pour le PZT majoritairement orienté (100), avec un coefficient de Poisson de 0.4, ainsi qu'un module d'Young de 87 GPa pour le PZT polycristallin majoritairement orienté (111). Cette différence de module d'Young a mis en évidence une anisotropie du PZT. Si nous avons approximé la matrice de raideur élastique du PZT anisotrope, nous l'avons fait dans le cadre d'hypothèses (maille cubique, modèles en picoseconde valables pour des matériaux isotropes). Une des perspectives à cette thèse serait de reprendre l'étude de ce matériau en focalisant sur son anisotropie et en mettant en œuvre les mesures et les modèles nécessaires au calcul complet et rigoureux de sa matrice de raideur élastique. Pour la suite de la thèse, nous avons donc considéré le PZT comme étant isotrope.

L'étude par acoustique picoseconde a également permis de mettre en évidence un effet d'épaisseur, avec une tendance à l'augmentation de la vitesse acoustique lorsque l'épaisseur augmente, ce phénomène étant plus marqué sous une épaisseur seuil de l'ordre de 1 à 1.5  $\mu\text{m}$ . Nous avons lié ce comportement au procédé de mise en œuvre du PZT, le sol-gel, qui induit des recuits toutes les trois couches unitaires. Plus le PZT est épais, plus il verra de recuits, qui à notre sens amènent à une rigidification du matériau jusqu'à une raideur seuil.

Toutes les mesures n'ont pas été couronnées de succès. Nous avons tenté à de nombreuses reprises, de mesurer l'effet sur la vitesse acoustique longitudinale de l'application d'un champ électrique aux bornes de notre PZT. Travail réalisé avec succès sur l'AlN quelques années plus tôt. Nous ne sommes jamais parvenus à nos fins. Une explication pourrait expliquer l'absence d'effet de la tension sur le temps de vol : l'effet d'épaisseur induit par le champ électrique pourrait être de sens opposé à l'effet du champ sur la vitesse acoustique. Néanmoins, de mauvaises conditions de mesures peuvent

également être incriminées et une autre perspective à cette thèse serait de reprendre cette étude en utilisant une détection interférométrique, plus adaptée à la caractérisation du phénomène principal recherché, à savoir le déplacement de la surface de l'échantillon.

Nous avons eu l'opportunité de travailler également sur la fréquence de génération de l'onde acoustique. Comme nous l'avons expliqué dans ce manuscrit, la génération classique en acoustique picoseconde se fait à hautes fréquences, au-delà de la relaxation des parois des domaines de polarisation, phénomène connu pour rigidifier le matériau. L'utilisation d'un transducteur en or permettant de générer des ondes acoustiques à une fréquence fonction de l'épaisseur d'or, couplée à la mise en place par l'équipe de l'IEMN-ISEN d'une détection interférométrique, nous a permis de constater la relaxation des parois de domaines dans la gamme de fréquence attendue, à savoir entre 10 et 40 GHz. La mesure de la vitesse acoustique longitudinale à basses fréquences, nous a permis d'extraire le module d'Young et le coefficient de Poisson représentatif de notre matériau d'actionneur,  $E = 75 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0.4$ . Ces résultats prouvent l'apport de l'acoustique picoseconde pour la caractérisation complète des couches minces telles que le PZT. Ces mesures nous ont par ailleurs permis de constater une grande dispersion des vitesses acoustiques entre 30 et 40 GHz. Ce phénomène peut s'expliquer par une mauvaise connaissance des indices optiques du PZT aux longueurs d'onde considérées. Une caractérisation de ces indices sur toute la gamme des longueurs d'onde utilisées en acoustique picoseconde colorée permettrait d'exploiter avec une plus grande précision les oscillations Brillouin. Nous avons avancé une autre hypothèse, corroborée par un rapide calcul analytique, la résonance des domaines de polarisation. Cette hypothèse, qui n'est pas référencée dans la bibliographie, serait à étayer par d'autres mesures que nous conseillons en perspective.

Nous touchons au but ! Nous avons précisé les propriétés mécaniques, indispensables pour réaliser un dimensionnement prédictif des MEMS piézoélectriques. Nous avons, à l'aide de ces grandeurs, extrait précisément le coefficient piézoélectrique du PZT à partir de la comparaison de mesures et de la modélisation du comportement d'une poutre encastree-libre actionnée par du PZT déposé en couches minces. Nous extrayons  $e_{31,f} = -22 \pm 2 \text{ C/m}^2$ , qui correspond bien à l'intervalle de valeurs attendues. Notons que l'utilisation de l'acoustique picoseconde nous a permis de préciser de 13 % le coefficient piézoélectrique, par rapport à celui que nous aurions calculé à partir du module d'Young approximé au début de la thèse. Le triplet mesuré dans cette thèse, module d'Young – coefficient de Poisson – coefficient piézoélectrique, a enfin été utilisé pour dimensionner des plaques vibrantes pour des applications haptiques. Nous avons présenté une partie de l'étude menée sous *CoventorWare*, qui a donné lieu à la réalisation de deux jeux de masques. Les démonstrateurs ont été fabriqués à l'aide des technologies silicium et caractérisés. Pour des plaques de  $40 \times 40$  et  $60 \times 60 \text{ mm}^2$ , nous avons mis en évidence que  $8 \text{ V}_{AC,pic-pic}$  (et  $V_{DC} = 12 \text{ V}$ ) sont suffisants pour obtenir l'amplitude de déformation du substrat de  $1 \mu\text{m}$  recherchée. Sur ces dispositifs, un ressenti haptique a été constaté, validant le concept. La post-simulation nous a permis de développer des modèles prédictifs, avec des écarts entre la simulation et la mesure de l'ordre du pourcent. Cet exemple d'application montre ainsi l'intérêt de disposer précisément des propriétés des matériaux constitutifs tel que le module d'Young du PZT ou du coefficient piézoélectrique et prouve l'apport de l'acoustique picoseconde pour le dimensionnement « prédictif » de microsystèmes. En perspectives sur les plaques haptiques, il faut désormais travailler à l'intégration d'actionneurs piézoélectriques déposés en couches minces sur des substrats transparents, dans le but d'adresser des applications

de type *Smartphone*. Le PZT ne pouvant pas être déposé directement sur les substrats transparents du fait d'un fort budget thermique, une technologie de report doit être envisagée. Pour cela, la découpe de barrettes de silicium possédant les actionneurs PZT et leur report sur les substrats transparents sont requis. Des développements dans ce sens ont débutés et la preuve de concept préliminaire du transfert d'un mode de vibration au substrat transparent, par l'utilisation d'actionneurs reportés, a déjà été faite. L'optimisation de ce procédé est en cours et dans cette optique, l'acoustique picoseconde pourrait encore avoir son rôle à jouer pour la caractérisation et le contrôle de la qualité des interfaces de collage. L'aventure conjointe des MEMS piézoélectriques et de l'acoustique picoseconde n'est donc certainement pas terminée...



## Bibliographie

- [1] Yole, « Where the MEMS markets are going? », 2010.
- [2] C. Billard, N. Buffet, A. Reinhardt, G. Parat, S. Joblot, P. Bar, « 200mm manufacturing solution for coupled resonator filters », Proceedings of the European Solid State Device Research Conference (ESSDERC), 14-18 September, 2009, pp. 133-136.
- [3] D. Petit, E. Cesar, P. Bar, S. Joblot, G. Parat, O. Berchaud, J. Verdier, JF. Carpentier, « Temperature compensated BAW resonator and its integrated thermistor for a 2.5GHz electrical thermally compensated oscillator », Radio Frequency Integrated Circuits Symposium (RFIC), 7-9 June, 2009, pp. 339-342.
- [4] JY. Park, HC. Lee, JU. Bu, « Low voltage operated piezoelectric RF MEMS switches for advanced handset applications », *34<sup>th</sup> European Microwave Conference*, 2004, pp. 1437-1440.
- [5] M. Cueff, E. Defaÿ, P. Rey, G. Le Rhun, F. Perruchot, C. Ferrandon, D. Mercier, F. Domingue, A. Suhm, M. Aïd, L. Liu, S. Pacheco, M. Miller, "A fully package piezoelectric switch with low voltage actuation and electrostatic hold", *IEEE Int. Conf. on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) Conference*, pp. 212-215, 2010.
- [6] JS. Pulskamp, SS. Bedair, RG. Polcawich, D. Judy, SA. Bhave, « Ferroelectric PZT RF MEMS resonators », *IEEE Frequency Control Symposium (FCS)*, 2011.
- [7] JS. Pulskamp, DC. Judy, RG. Polcawich, R. Kaul, H. Chandrahilim, SA. Bhave, « Monolithically integrated piezoMEMS SP2T switch and contour mode filters », *IEEE 22nd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 25-29 January, 2009, pp. 900-903.
- [8] W. Liao, W. Liu, JE. Rogers, F. Usmani, Y. Tang, B. Wang, H. Jiang, H. Xie, « Piezoelectric micromachined ultrasound transducer array for photoacoustic imaging », *The 17<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (Transducers)*, 2013, pp. 1831-1834.
- [9] R. Dejaeger, F. Casset, B. Desloges, G. Le Rhun, P. Robert, S. Fanget, Q. Leclere, K. Ege, JL. Guyader, "Development and characterization of a piezoelectrically actuated MEMS digital loudspeaker", *European Conference on Solid-State Transducers (Euroensors)*, September 9-12, 2012.
- [10] JS. Pulskamp, RG. Polcawich, RQ. Rudy, SS. Bedair, RM. Proie, T. Ivanov, GL. Smith, « Piezoelectric PZT MEMS technologies for small-scale robotics and RF applications », *MRS bulletin*, Volume 37, November 2012, pp. 1062-1076.

- [11] KH. Koh, T. Kobayashi, C. Lee, « Development of actuation mechanisms for MEMS mirror using PZT thin film cantilever actuators », *16<sup>th</sup> Opto-electronics and communications conference (OECC)*, 2011, pp. 323-324.
- [12] PK. Krishna, AD. Rani, KR. Prasad, « Design and analysis of a four beam MEMS piezoelectric accelerometer », *CiiT International Journal of Programmable Device Circuits and Systems*, November 2009.
- [13] HQ. Li, DC. Roberts, JL. Steyn, KT. Turner, O. Yaglioglu, « Fabrication of a microvalve with piezoelectric actuation », *IEEE The Sixteenth Annual International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 19-23 January, 2003, pp. 92-95.
- [14] J. Brünahl, AM. Grishin, « Piezoelectric shear mode drop-on-demand inkjet actuator », *Sensors and Actuators A* 101, 2002, pp. 371-382.
- [15] S. Yoshida, N. Wang, M. Kumano, Y. Kawai, S. Tanaka, M. Esashi, « Fabrication and characterization of laterally-driven piezoelectric bimorph MEMS actuator with sol-gel-based-high-aspect-ratio PZT structure », *J. Micromech. Microeng.*, vol. 23, 2013, 065014, 11 p.
- [16] E. Defaÿ, « Integration of ferroelectric and piezoelectric thin films », Wiley, 2011.
- [17] J. Lu, Y. Zhang, T. Itoh, R. Maeda, « Micro disk resonator with on-disk piezoelectric thin film transducers for integrated MEMS ubiquitous applications », *Transducers conference*, 5-9 June, 2011, pp. 514-517.
- [18] A. Meklid, « Etude de la transition de phase de la solution solide de céramique piézoélectrique dans le système ternaire :  $(0.80-x)\text{Pb}(\text{Cr}_{1/5},\text{Ni}_{1/5},\text{Sb}_{3/5})\text{O}_3-x\text{PbTiO}_3-0.20\text{PbZrO}_3$  », Thèse de l'université de Kasdi Merbah Ouargla, 2011.
- [19] K. Prume, « Measurement of  $d_{33,f}$  and  $e_{31,f}$  of piezo cantilever with a 4-point bending sample holder », *Tutorial aixACCT*, November 23, 2006.
- [20] M. Cueff, « Microactionneurs piézoélectriques », Thèse de l'université de Grenoble, soutenue le 17/11/2011.
- [21] R. Zachariasz, A. Zarycka and J. Ilczuk, « Determination of the lead titanate zirconate phase diagram by the measurements of the internal friction and Young's modulus », *Materials Science\_Poland*, vol. 25, n° 3, 2007.
- [22] JH. Park, TY. Kwon, DS. Yoon, H. Kim and TS. Kim, « Fabrication of microcantilevers sensors actuated by piezoelectric  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  thick films and determination of their electromechanical characteristics », in *Advanced Functional Materials*, Vol. 15, Issue 12, December 2005, pp. 2021-2028.
- [23] Z. Huang, G. Leighton, R. Wright, F. Duval, HC. Chung, P. Kirby, RW. Whatmore, « Determination of piezoelectric coefficients and elastic constant of thin films by laser scanning vibrometry techniques », *Sensors and Actuators A* 135, 2007, pp. 660-665.

- [24] E. Hong, SV. Krishnaswamy, CB. Freidhoff and S. Trolier-McKinstry, «Fabrication of piezoelectric diagram using lead zirconate titanate (PZT) films », Mat. Res. Soc. Symposium, Proc. Vol. 287, 2002, pp. B5.16.1-B5.16.6.
- [25] P. Delobelle and O. Guillon, « True Young modulus of Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> films measured by nanoindentation », Applied Physics Letters, vol. 85, n°22, November 29, 2004, 5185-5187.
- [26] PE. Janolin, « Instabilités structurales sous contraintes dans les matériaux ferroélectriques », thèse de l'école centrale de Paris, 29/11/2006.
- [27] QQ. Zhang, SJ. Gross, S. Tadigadapa, TN. Jackson, FT. Djuth, S. trolier-McKinstry, « Lead zirconate titanate films for d<sub>33</sub> mode cantilever actuators », Sensors and Actuators A 105, 2003, pp. 91-97.
- [28] S. Trolier-McKinstry and P. Muralt, « Thin film piezoelectrics for MEMS », Journal of Electroceramics, 12, July 17, 2004, pp. 7-17.
- [29] FFC. Duval, SA. Wilson, G. Ensell, NMP. Evanno, MG. Cain, RW. Whatmore, « Characterization of PZT thin film micro-actuators using a silicon micro-force sensor », Sensors and Actuators A 133, 2007, pp. 35-44.
- [30] H. Nazeer, L. Abelman, NR. Tas, JW. van Honschoten, MH. Siekman, and MC. Elwenspoek, « Determination of young's modulus of PZT and CO<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub> thin films by means of micromachined cantilevers », In Proceedings of the 20th Micromechanics Europe Workshop, 21-23 Sept 2009, pp. 278-281.
- [31] H. Nazeer, LA. Woldering, L. Abelman and MC. Elwenspoek, « Determination of Young's modulus of PZT – influence of cantilever orientation », In Proceedings of the 21<sup>st</sup> Micromechanics and Micro Systems Europe Workshop (MME), 26-29 September 2010, pp. 257-260.
- [32] S. Yagnamurthy, I. Chasiotis, J. Lambros, RG. Polcawich, JS. Pulskamp and M. Dubey, « Mechanical and ferroelectric behavior of PZT-based thin films », Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 20, n°6, December 2011, pp. 1250-1258.
- [33] YC. Hu, CS. Wei, CC. Hsiao, DTW. Lin, « Extracting the Young's Modulus and Stress Gradient of Thin Film from the Pull-in Voltage of a Micro Curled Cantilever Beam », Proceedings of the 2<sup>nd</sup> IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, January 16-19, 2007, pp. 278-281.
- [34] GJ. McShane, M. Boutchich, A. Srikantha Phani, DF. Moore, TJ. Lu, « Young's modulus measurement of thin-film materials using micro-cantilevers », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 16, n° 10, Oct. 2006, pp. 1926-1934.
- [35] K. Matoy, H. Schönherr, T. Detzel, T. Schöberl, R. Pippan, C. Motz, G. Dehm, « A comparative micro-cantilever study of the mechanical behavior of silicon based passivation films », Thin Solid Films, Vol. 518, n° 1, 2 November 2009, pp. 247-256.

- [36] HD. Espinosa, BC. Prorok, M. Fischer, « A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin film and MEMS materials », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 (2003), pp. 47-67.
- [37] S. Sundararajan, B. Bhushan, « Development of AFM-based techniques to measure mechanical properties of nanoscale structures », *Sensor and Actuators A* 101 (2002), pp. 338-351.
- [38] M. Tanaka, T. Namazu, S. Inoue, « Poisson's ratio measurement method for thin film materials by on chip bending test with optical interference image analysis », *Materials and Devices for smart systems III*, 1-4 December 2008, pp. 269-274.
- [39] JH. Kim, SC. Yeon, YK. Jeon, JG. Kim, YH. Kim, « Nano-indentation method for the measurement of the Poisson's ratio of MEMS thin films », *Sensors and Actuators A* 108, 2003, pp. 20-27.
- [40] JC. Marshall, DL. Herman, PT. Vernier, DL. DeVoe, M. Gaitan, « Young's Modulus Measurements in Standard IC CMOS Processes Using MEMS Test Structures », *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 28, n° 11, November 2007, pp. 960-963.
- [41] SH. Kim, « Determination of mechanical properties of electroplated Ni thin film using the resonant method », *Materials Letters* 61 (2007), pp. 3589-3592.
- [42] CL. Dai, YM. Chang, « A resonant method for determining mechanical properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and SiO<sub>2</sub> thin films », *Materials Letters*, Vol. 61, n° 14-15, 3089-92, June 2007.
- [43] B. Ilic, S. Krylov, H. Craighead, « Determination of density and Young's modulus of atomic layer deposited thin film by resonant frequency measurements of optically excited nanocantilevers », *IEEE 22nd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS 2009)*, 25-29 January, 2009, pp. 650-653.
- [44] HC. Tsai, W. Fang, « Determining the Poisson's ratio of thin film materials using the resonant method », *Sensors and Actuators A* 103 (2003), pp. 377-383.
- [45] C. Liang, BC. Prorok, « Measuring the thin film elastic modulus with a magnetostrictive sensor », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 17 (2007), pp. 709-716.
- [46] Y. Xiang, X. Chen, JL. Vlassak, « Plane-strain bulge test for thin films », *J. Mater. Res.*, Vol. 20, n° 9, September 2005, pp. 2360-2370.
- [47] DH. Xiang, M. Chen, YP. Ma, FH. Sun, « Measurement of Elastic Modulus and Residual Stress of Diamond Thin Films », *Key Engineering Materials*, Vol. 329, January 2007, pp. 545-550.
- [48] M. Olfatnia, T. Xu, LS. Ong, JM. Miao, ZH. Wang, « Investigation of residual stress and its effects on the vibrational characteristics of piezoelectric-based multilayered microdiaphragms », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20 (2010).

- [49] BA. Walmsley, Y. Liu, XZ. Hu, MB. Bush, JM. Dell, L. Faraone, « Poisson's Ratio of low temperature PECVD Silicon Nitride thin films », *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 16, n°3, June 2007.
- [50] R. Liu, H. Wang, X. Li, G. Ding, C. Yang, « A micro-tensile method for measuring mechanical properties of MEMS materials », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 18 (2008), pp. 1-7.
- [51] X. Li, G. Ding, T. Ando, M. Shikida, K. Sato, « Mechanical properties of mono-cristalline silicone thin film measured by different methods », *2006 IEEE International Symposium on MicroNanoMechanical and Human Science*, 5-8 November, 2006, pp. 1-6.
- [52] Z. Tang, F. Xu, W. Xu, « An experimental method for micro-scale uniaxial tension test », *Key engineering Materials*, Vol. 326-328 (2006), pp. 233-236.
- [53] KM. Jackson, « Fracture strength, elastic modulus and Poisson's ratio of polycrystalline 3C thin film silicon carbide found by microsample tensile testing », *Sensors and Actuators A*, vol. 125, n°1, 21 October 2005, pp. 34-40.
- [54] P. Martins, « Caractérisation mécanique des matériaux pour les micro/nanosystèmes- Procédés applicable aux épaisseurs submicroniques », *Thèse de l'institut national des sciences appliquées de Lyon*, soutenue le 29/01/2009.
- [55] Y. Cheng, Y. Liao, J. Li, ZS. Guo, « Mechanical characterization of zinc oxide thin films on glass substrates by nanoindentation », *Second International Conference on Smart Materials and Nanotechnology in Engineering, Proceedings of the SPIE*, Vol. 7493, 2009, pp. 749309-749309-6.
- [56] S. Liu, QJ. Wang, « Determination of Young's modulus and Poisson's ratio for coatings », *Surface & coatings Technology* 201 (2007), pp. 6470-6477.
- [57] TH. Fang, WJ. Chang, CM. Lin, « Nanoindentation and nanoscratch characteristics of Si and GaAs », *Microelectronic Engineering* 77 (2005), pp. 389-398.
- [58] N. Cherault, « Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexions dans les circuits sub-microélectroniques », *Thèse de l'école des Mines de Paris*, 10 Février 2006.
- [59] TH. Fang, SR. Jian, DS. Chuu, « Nanomechanical properties of lead zirconate titanate thin films by nanoindentation », *Journal of Physics: Condensed Matter* 15, 2003, pp. 5253-5259.
- [60] JY. Chang, GP. Yu, JH. Huang, « Determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by combining  $\sin^2\psi$  X-ray diffraction and laser curvature methods », *Thin Solid Films* 517 (2009), pp. 6759-6766.
- [61] KF. Badawi, P. Villain, P. Goudeau, PO. Renault, « Measuring thin film and multilayer elastic constant by coupling in situ tensile testing with X-ray diffraction », *Applied Physics Letters*, Vol. 80, n° 25, 24 June 2002, pp. 4705-4707.

- [62] P. Goudeau, PO. Renault, P. Villain, C. Coupeau, V. Pelosin, B. Boukbeker, KF. Badawi, D. Thiaudière, M. Gailhanou, « Characterization of thin film elastic properties using X-ray diffraction and mechanical methods: application to polycrystalline stainless steel », *Thin Solid Films* 398-399, 2001, pp. 496-500.
- [63] MA. Moram, ZH. Barber, CJ. Humphreys, « Accurate experimental determination of the Poisson's ratio of GaN using high-resolution x-ray diffraction », *Journal of Applied Physics*, Vol. 102, Issue 2, 18 June 2009, 023505-023505-4.
- [64] X. Xiao, XY. You, « Determining of Young's Modulus of Multi-layered Structure by SAWs Method », *International conference on Microwave and Millimeter Wave Technology (ICMMT)*, 21-24 April 2008, pp. 641-644.
- [65] DC. Hurley, VK. Tewary, AJ. Richards, « Thin-film elastic-properties measurements with laser-ultrasonic SAW spectrometry », *International Conference on Metallurgical and Thin Film*, Vol. 398-399, n° 28, 30 April 2001, pp. 326-330.
- [66] D. Schneider, MD. Tucker, « Non-destructive characterization and evaluation of thin-films by laser-induced ultrasonic surface waves », *Thin Solid Films*, Vol. 290-291, 15 December 1996, pp. 305-311.
- [67] H. Ollendorf, D. Schneider, T. Schwarz, A. Mucha, « Non-destructive evaluation of TiN films with interface defects by surface acoustic waves », *Fouth International Conference on Plasma Surface Engineering (Surface and Coatings Technology)*, Vol. 74-75, Part 1, September 1995, pp. 246-252.
- [68] P. Richard, O. Behrend, G. Gremaud, A. Kulik, « Characterization of thin films using generalized lamb wave dispersion relations », *Journal de Physique IV, Colloque C7, supplement au journal de Physique III, Vol. 3*, novembre 1993, pp. 2173-2176.
- [69] JH. Zhao, Y. Du, M. Morgen, PS. Ho, « Simultaneous measurement of Young's modulus, Poisson ratio, and coefficient of thermal expansion of thin films on substrates », *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, n° 3, 1 February 2000, pp. 1575-1577.
- [70] E. Wu, AJD. Yang, CA. Shao, « Simulatenously determining Young's modulud, coefficient of thermal expansion, Poisson ratio and thickness of thin films on silicon wafer », *Electronic Components and Technology Conference (ECTC)*, 2004, pp. 901-905.
- [71] C. Thomsen, J. Strait, Z. Vardeny, HJ. Maris, J. Tauc, JJ. Hauser, « Coherent phonon generation and detection by picosecond light pulses », *Physical Review Letters*, vol. 53, n° 10, 3 September 1984, pp. 989-992.
- [72] J. Tauc, HJ. Maris, C. Thomsen, « Optical generator and detector of stress pulses », *US Patent 4,710,030*, 1987.
- [73] PA. Mante, « Génération par impulsions laser ultracourtes d'ondes acoustiques hautes fréquences par des nanostructures », Thèse de l'université de Lille 1, soutenue le 16/11/10.

- [74] JF. Robillard, « Etude par acoustique picoseconde des vibrations individuelles et collectives de nanostructures organisées », Thèse de l'Université de Lille 1, soutenue le 22/07/08.
- [75] A. Devos, JF. Robillard, R. Côte, P. Emery, « High-laser-wavelength sensitivity of the picosecond ultrasonic response in transparent thin films », *Physical Review B* 74, 064114, 2006.
- [76] A. Devos, R. Côte, « A different way of performing picosecond ultrasonic measurements in thin transparent films based on laser-wavelength effects », *Applied Physics Letters* 86, 211903, 2005.
- [77] E. Dieulesaint et D. Royer, « Ondes élastiques dans les solides – Application au traitement du signal », Masson and Cie, 1974.
- [78] LD. Landau and EM Lifshitz, « Theory of elasticity – Course of theoretical Physics, Volume 7 », Pergamon press, Second revised and enlarged edition, 1970, pp. 101-102.
- [79] B. Noheda, JA. Gonzalo, R. Guo, SE. Park, LE. Cross, DE. Cox, G. Shirane, « The monoclinic phase in PZT: new light on morphotropic phase boundaries », ArXiv: Cond-Mat/0002409, 25 February 2000.
- [80] HH. Demarest, « Cube-resonance method to determine the elastic constants of solids », *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol. 49, Issue 3B, 1971, pp. 768-775.
- [81] E. Defaÿ, C. Millon, C. Malhaire, D. Barbier, « PZT thin films integration for the realisation of high sensitivity pressure microsensor based on a vibrating membrane », *Sensors and Actuators A, Physical*, vol. A99, 2002, pp. 64-67.
- [82] B. Willing, M. Kohli, P. Muralt, O. Oehler, « Thin film pyroelectric array as a detector for an infrared gas spectrometer », *Infrared physics & technology*, vol. 39, 1998, pp. 443-449.
- [83] P. Muralt, M. Kohli, T. Maeder, A. Kholkin, K. G. Brooks, N. Setter, R. Luthier, « Fabrication and characterization of PZT thin-film vibrators for micromotors », *Sensors and Actuators A* 48, 1995, pp. 157-165.
- [84] A. Bouzid, EM. Bourim, M. Gabbay, G. Fantozzi, « PZT phase diagram determination by measurement of elastic moduli », *Journal of European Ceramic Society*, 25, 2005, pp. 3213-3221.
- [85] Talents, n°139, Juillet-Aout 2013.
- [86] P. Emery, « L'acoustique picoseconde colorée: l'outil métrologique qu'attendait la technologie BAW », Thèse de l'Université de Lille 1, soutenue le 23/06/2008.

- [87] S. Humad, R. Abdolvand, GK. Ho, G. Piazza, F. Ayazi, « High frequency micromechanical piezo-on-silicon block resonators », IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), 8-10 December, 2003, pp. 39.3.1-39.3.4.
- [88] P. Bhattacharyya, PK. Basu, B. Mondal, H. Saha, « A low power MEMS gas sensor based on nanocrystalline ZnO thin films for sensing methane », *Microelectronics Reliability* 48, 2008, pp. 1772-1779.
- [89] Aa. Arora, An. Arora, VK. Dwivedi, PJ. George, K. Sreenivas, V. Gupta, « Zinc oxyde thin films-based MEMS acoustic sensor with tunnel for pressure compensation », *Sensors and Actuators A* 141, 2008, pp. 256-261.
- [90] CD. Chen, YJ. Wang, P. Chang, « A novel two-axis MEMS scanning mirror with a PZT actuator for laser scanning projection », *Optics Express*, Vol. 20, Issue 24, November 19, 2012, pp. 27003-27017.
- [91] P. Sergeant, F. Giraud, B. Lemaire-Semail, « Geometrical optimization of an ultrasonic tactile plate », *Sensors and Actuators A* 161, 2010, pp. 91-100.
- [92] CB. Eom, S. Trolrier-McKinstry, « Thin-film piezoelectric MEMS », *MRS Bulletin*, Vol. 37, November 2012, pp. 1007-1017.
- [93] E. Fujii, R. Takayama, K. Nomura, A. Murata, T. Hirasawa, A. Tomozawa, S. Fujii, T. Kamada, H. Torii, « Preparation of (001)-oriented  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  thin films and their piezoelectric applications », *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency control* vol. 54, n° 12, December 2007, pp. 2431-2438.
- [94] P. Babilotte, « Génération et détection par impulsion optique femtoseconde de phonons acoustiques cohérents dans le semi-conducteur piézoélectrique d'arséniure de gallium », Thèse de l'université du Maine, soutenue le 14 janvier 2010.
- [95] PA. Mante, JF. Robillard, A. Devos, « Complete thin film mechanical characterization using picosecond ultrasonics and nanostructured transducers: experimental demonstration on  $\text{SiO}_2$  », *Applied Physics Letters* 93, 071909, 2008.
- [96] PA. Mante, A.Devos, JF. Robillard, « Towards thin film complete characterization using picosecond ultrasonics », *IEEE Int. Ultrasonics Symposium*, 2008, pp. 1203-1206.
- [97] J. Abergel, M. Cueff, H. Michaud, M. Allain, G. Le Rhun, S. Fanget, E. Defaÿ, « Direct and indirect piezoelectric characterization of PZT thin film for MEMS applications », *PiezomEMS conference*, 2011.

- [98] E. Defaÿ, N. Ben Hassine, P. Emery, G. Parat, J. Abergel, A. Devos, « Tunability of Aluminium Nitride Acoustic Resonators: A phenomenological approach », *IEEE transactions on Ultrasonics, and Ferroelectrics, and Frequency control*, vol. 58, n° 12, December 2011, pp. 2516-2520.
- [99] A. Brugère, « Cinétique de formation et stabilité des domaines ferroélectriques créés par un Microscope à Force Atomique : étude de films minces monocristallins de  $\text{LiTaO}_3$  en vue d'applications mémoires », Thèse de l'INSA Lyon, soutenue le 14/01/2011.
- [100] C. Millon, « Contribution à l'étude de procédé de réalisation de structures metal/PZT/metal sur silicium pour microsystèmes », Thèse INSA du 16/07/2003.
- [101] G. Arlt, U. Bottger, S. Witte, « Emission of GHz shear waves by ferroelastic domain walls in ferroelectrics », *Applied Physics Letters*, Vol. 63, Issue 5, August 1993, pp. 602-604.
- [102] C. Rossignol, « Etude théorique et numérique d'expérience d'acoustique picoseconde », Thèse de l'université Pierre & Marie Curie, soutenue le 25/01/2000.
- [103] B. Perrin, C. Rossignol, B. Bonello, J.C. Jeannet, « Interferometric detection in picosecond ultrasonics », *Physica B* 263 – 264, 1999, pp. 571-573.
- [104] S. Sadtler, A. Devos, « 2D Phononic Crystals as Transducers for Mechanical Characterization of Ultra-Thin Films », 3<sup>rd</sup> International Symposium on Laser Ultrasonics and Advanced Sensing, June 25-28, 2013.
- [105] O.B. Wright, « Ultrafast nonequilibrium stress generation in gold and silver », *Phys. Rev. B* 49, 1994, pp. 9985-9988.
- [106] <http://kino-ap.eng.hokudai.ac.jp/picoacoustics.html>
- [107] E. Defaÿ, T. Lacrevez, T.T. Vo, V. Sbrugnera, C. Bermond *et al.* « Ferroelectric properties of  $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$  thin films until 40GHz », *Applied Physic Letter* 94, 052901, 2009.
- [108] F. Cayssol, « Etude de la dynamique d'une paroi de domaine magnétique dans les pistes submicroniques », Thèse de l'Université Diderot – Paris 7, soutenue le 28/10/2003.
- [109] J.C. Slonczewski, « Dynamics of domains and walls in soft magnetic films », *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 27, n° 4, July 1991, pp. 3532-3538.
- [110] O. Rousseau, « Effet électriques lors de la résonance ferromagnétique de nanostructures et de contacts atomiques », Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie – Paris VI, soutenue le 16/12/2011.
- [111] P.M. Gradzki, F.C. Lee, « Domain wall resonance and its effect on losses in ferrites », 22nd Annual IEEE Power Electronics Specialists Conference, 24-27 June, 1991, pp. 627-632.
- [112] G.F. Dionne, « Domain wall resonance effects on high-frequency permeability of ferrites », IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG 2003), March 30-April 3, 2003, pp. HC-01.

- [113] S. Wada, K. Muraoka, H. Kakemoto, T. Tsurumi, H. Kumagai, « Enhanced piezoelectric properties of  $\text{KNbO}_3$  crystals by domain engineering », *IEEE International Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 2004, pp. 221-224.
- [114] G. Suchanek, VS. Vidyarthi, G. Gerlach, AV. Solnyshkin, IL. Kislova, « Electron emission from ferroelectric thin films enhanced by the presence of  $90^\circ$  ferroelectric domains », *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, Vol. 54, n° 12, December 2007, pp. 2555-2561.
- [115] T. Sluka, D. Damjanovic, A. Tagantsev, E. Colla, M. Mtebwa, N. Setter, « The stress-assisted enhancement of piezoelectric properties due to mechanical incompatible domain structures in  $\text{BaTiO}_3$  », *IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics (ISAF)*, 9-12 August, 2010, pp. 1-4.
- [116] E. Hong, S. Trolier-McKinstry, R. Smith, SV. Krishnaswamy, CB. Freidhoff, « Vibration of micromachined circular piezoelectric diaphragms », *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 53, n° 4, April 2006, pp. 697-706.
- [117] G. Arlt, « Domain contributions to piezoelectricity in ceramics », *Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium*, 4-7 December, 1990, pp. 733-742.
- [118] C. Harnagea, « Local piezoelectric response and domain structures in ferroelectric thin films investigated by voltage-modulated force microscopy », PhD Thesis, Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät, Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg, 04/05/2001, p. 48.
- [119] IR. Voiculescu, ME. Zaghoul, RA. McGill, JF. Vignola, « Modelling and measurements of a composite microcantilevers beam for chemical sensing applications », *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science* 220, 1<sup>st</sup> June 2006, pp. 1601-1608.
- [120] N. Lobontiu, « Dynamics of Microelectromechanical Systems », Springer, 2007.
- [121] J. Abergel, M. Allain, H. Michaud, M. Cuffe, T. Ricard, C. Dieppedale, G. Le Rhun, D. Faralli, S. Fanget, E. Defaÿ, « Optimized gradient-free thin films for micro-actuators », *IEEE International Ultrasonics Symposium*, October 7-10, 2012.
- [122] RG. Ballas, HF. Schlaak and AJ. Schmid, « The constituent equations of piezoelectric multilayer bending actuators in closed analytical form and experimental results », *Sensors and Actuators A* 130-131, 2006, pp. 91-98.
- [123] T. Bakke, A. Vogel, O. Zero, F. Tyholdt, IR. Johansen and D. Wang, « A novel ultra-planar, long-stroke and low-voltage piezoelectric micromirror », *Journal of Micromechanics and Microengineering* 20, 064010, 2010.
- [124] Z. Li, L. Xu, M. Chen and Y. Xiao, « Theoretical modeling of a circular piezoelectric actuator for micro-systems », *International Conference on Information, Networking and Automation (ICINA)*, 2010, pp. 511-515.

- [125] M. Biet, F. Giraud, B. Lemaire-Semail, « Squeeze film effect for the design of an ultrasonic tactile plate », *IEEE transactions on ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency control*, vol. 54, n° 12, December 2007, pp. 2678-2688.
- [126] M. Levin, A. Woo, « Tactile-feedback solutions for an enhanced user experience », *Information Display* 18-21, October 2009.
- [127] N. Torras et al. « Nematic opto-mechanical actuators for the fabrication of refreshable tactile systems », *The 17<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (Transducers)*, 2013, pp. 1691-1694.
- [128] J. Watanabe, H. Ishikawa, X. Arouette, Y. Matsumoto, N. Miki, « Artificial tactile feeling displayed by large displacement MEMS actuator arrays », *25<sup>th</sup> International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2012, pp. 1129-1132.
- [129] M. Biet, F. Giraud, B. Lemaire-Semail, « Implementation of tactile feedback by modifying the perceived friction », *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 43, 2008, pp. 123-135.
- [130] <http://www.hgl-dynamics.fr/mats-237-Principe-de-la-vibrom%C3%A9trie-laser.html>
- [131] A. Devos, P. Emery, E. Defaÿ, G. Parat, « Ultrafast optical technique for measuring the electrical dependence of the elasticity of piezoelectric thin film: demonstration on AlN », *Review of Scientific Instruments* 84, 015007, 2013.
- [132] <http://senseg.com/technology/senseg-technology>

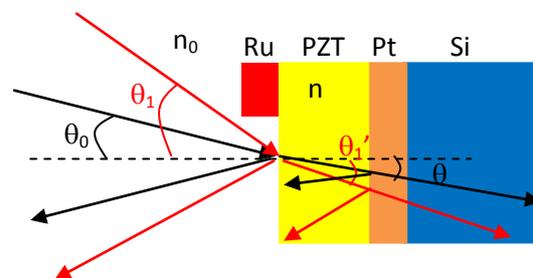


## Annexes

### A. Mesure de l'indice optique du PZT

L'analyse des signaux en acoustique picoseconde repose souvent sur la connaissance des indices optiques de la couche étudiée, à la longueur d'onde considérée. Pour le PZT, un indice de 2.4 autour d'une longueur d'onde de 400nm est souvent admis en première approximation. Une mesure ponctuelle en angle à l'aide de l'acoustique picoseconde permet d'extraire l'indice pour une longueur d'onde donnée. Ce résultat sera comparé aux mesures par ellipsométrie, en longueur d'onde, réalisées au CEA et à IBM.

#### a. Extraction de l'indice du PZT par acoustique picoseconde



La loi de Descartes définit la réfraction d'un faisceau optique, qui change de direction lorsqu'il traverse l'interface séparant deux milieux transparents d'indice optique différent  $n$  et  $n_0$ :  $n_0 \cdot \sin \theta_0 = n \cdot \sin \theta$ .

Nous savons que si nous dirigeons le laser sur un matériau transparent tel que le PZT, nous générons une oscillation Brillouin de fréquence  $f=1/T$ . Nous pouvons donc écrire:

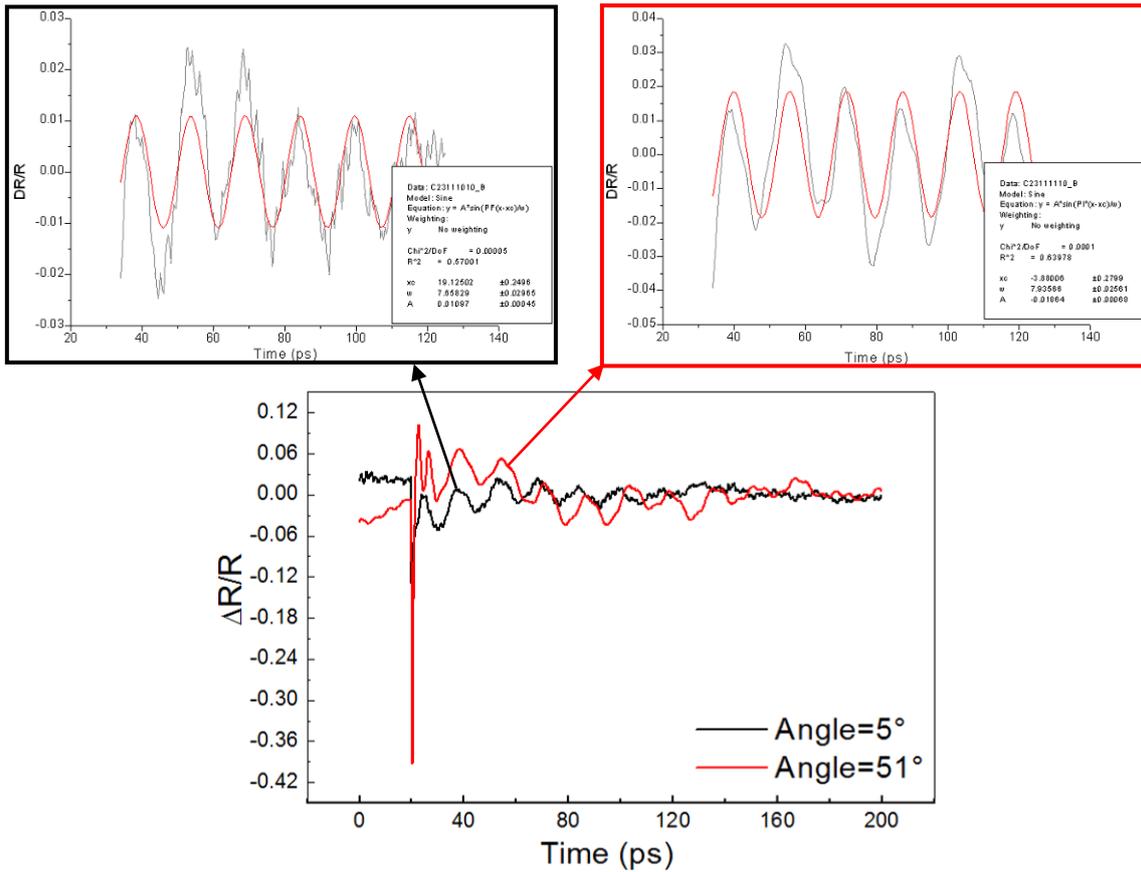
$$f^2 = -\left(\frac{2c_L}{\lambda}\right)^2 (n_0^2 \sin^2 \theta_0 - n^2)$$

Si nous réalisons des mesures à deux angles différents, nous allons pouvoir mesurer  $f_1$  et  $f_2$ , et en extraire la vitesse acoustique longitudinale à partir de l'**Error! Reference source not found.**

$$\text{suivante : } c_L = \frac{\lambda}{2n_0} \sqrt{\frac{f_2^2 - f_1^2}{\sin^2 \theta_1 - \sin^2 \theta_2}}$$

Pour  $n_0=1$  (indice de l'air), nous pouvons tracer  $f^2$  en fonction de  $\sin^2 \theta_0$ , qui est une droite qui nous donne à  $\sin^2 \theta_0=0$  la valeur de l'indice de la couche étudiée.

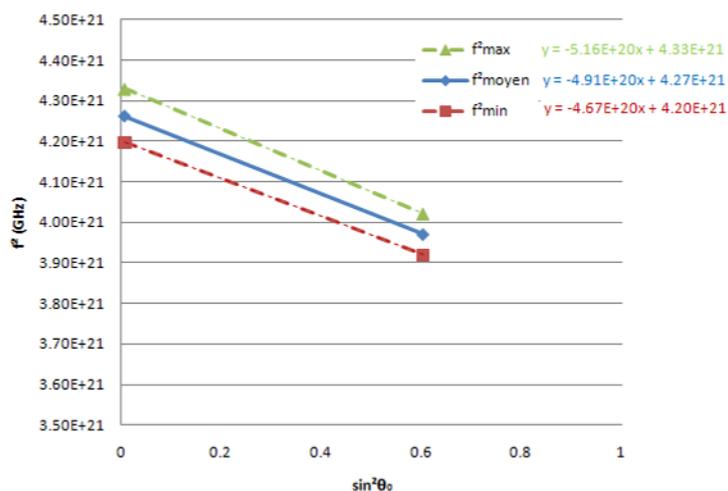
Sur un PZT (100) d'épaisseur  $2 \mu\text{m}$ , nous avons réalisé deux mesures en pompe rouge – sonde bleue à la même longueur d'onde (830/2nm) mais à deux angles de sonde différents : une incidence environ normale de  $5^\circ$ , et  $51^\circ$ . Nous reportons les signaux mesurés lorsque nous dirigeons le laser sur le PZT. Nous constatons une oscillation Brillouin dont nous extrayons la période pour chaque angle considéré.



Angle	T (ps)	f=1/T (GHz)
5°	15.316±0.059	65.3±0.5
51°	15.871±0.051	63.0±0.4

Nous traçons  $f^2$  en fonction de  $\sin^2\theta_0$ . Nous pouvons extraire la vitesse acoustique longitudinale dans le PZT ainsi que son indice. Nous calculons une vitesse acoustique longitudinale de  $4.60\pm 0.11\text{nm/ps}$  et un indice de  $2.95\pm 0.1$  à une longueur d'onde de  $415\text{nm}$ . Nous positionnerons ce point sur la courbe d'évolution de l'indice du PZT en fonction de la longueur d'onde mesurée par ellipsométrie.

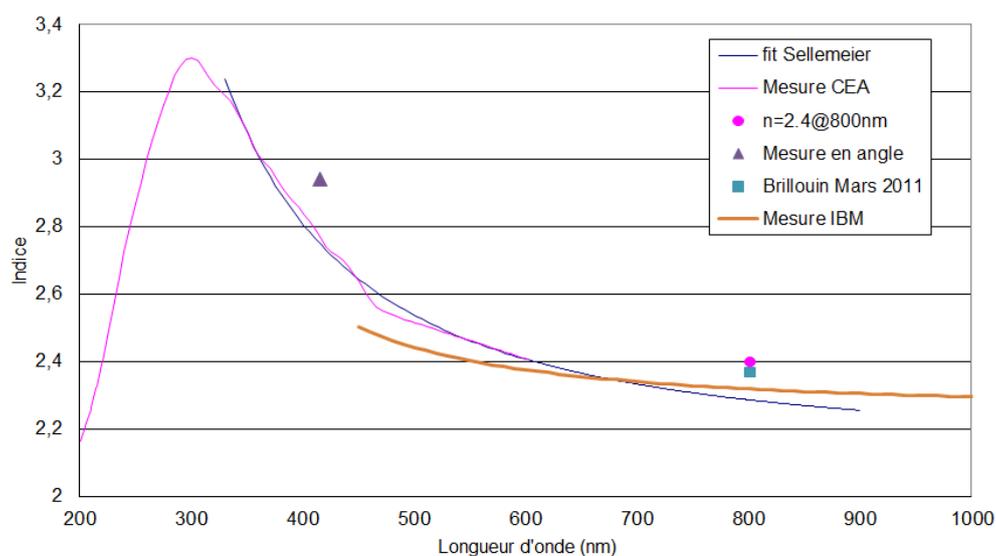
$$\left\{ \begin{array}{l} \left(\frac{2v}{\lambda}\right)^2 = \text{pente} \\ \left(\frac{2v}{\lambda}\right)^2 n^2 = f^2(\sin^2 \theta = 0) \end{array} \right. \Rightarrow \begin{cases} c_L = 4.60 \pm 0.11 \text{ nm / ps} \\ n = 2.95 \pm 0.1 \end{cases}$$



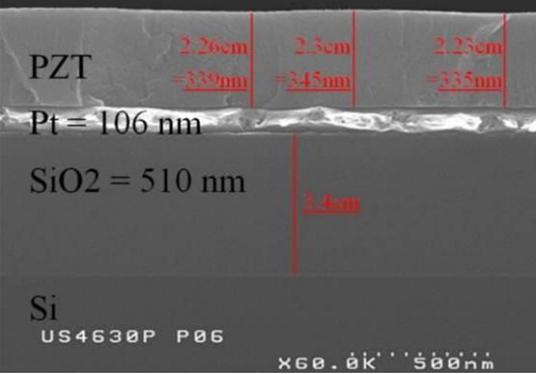
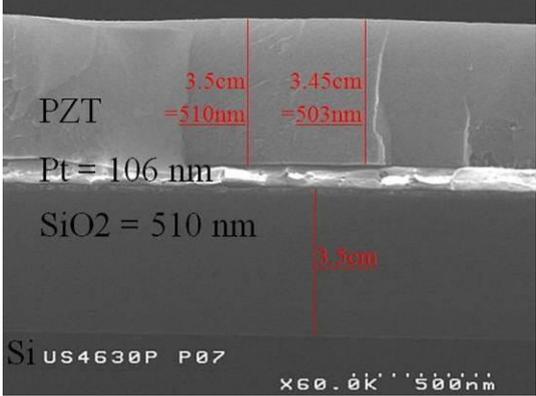
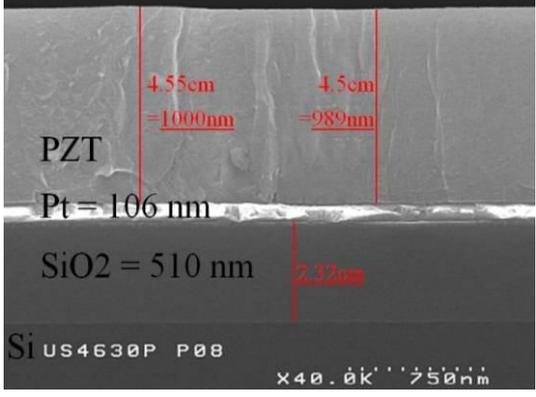
### b. Comparaison à la mesure d'indice par ellipsométrie

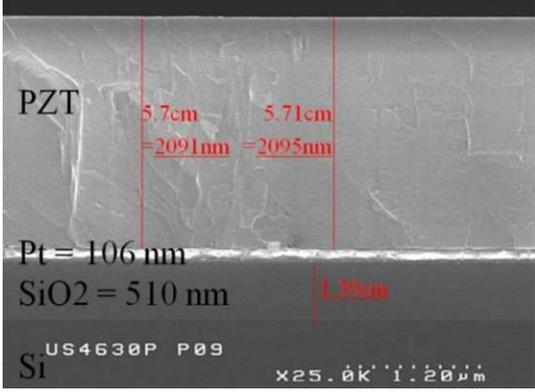
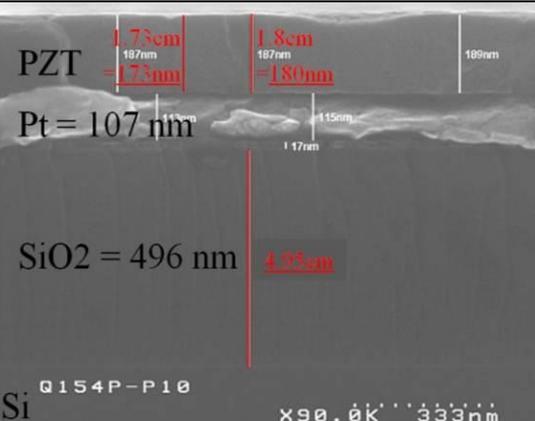
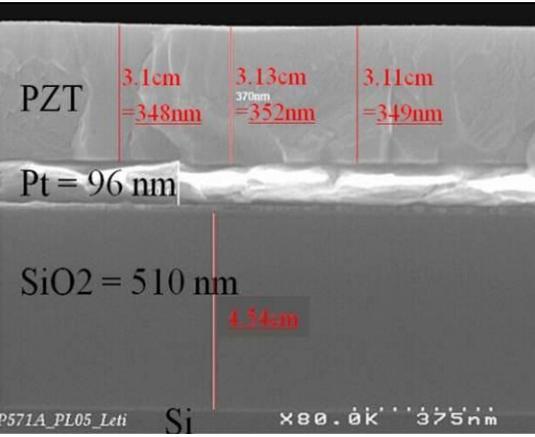
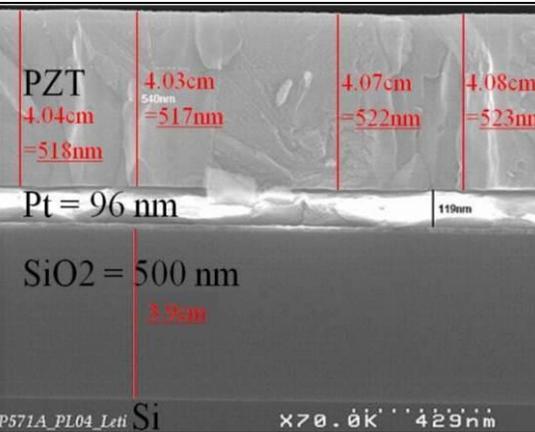
A titre de comparaison, nous nous reportons à la mesure de l'indice effectuée par ellipsométrie au CEA et à IBM sur le PZT étudié. Les données mesurées au CEA ont été fittées à l'aide d'un modèle de Sellmeier, qui est une relation empirique entre l'indice et la longueur d'onde pour un milieu transparent donné. La valeur de l'indice, fittée à 416.3nm, est 2.75. Soit un écart acceptable de 6.8% par rapport à l'indice extrait de notre mesure en angle.

Sur cette même courbe nous ajoutons un indice de 2.4 à 800nm. Cette valeur d'indice à cette longueur d'onde est une hypothèse de base souvent utilisée pour le PZT. Nous constatons que la mesure en angle ainsi que l'hypothèse à 800nm surestiment les valeurs issues de la courbe mesurée en ellipsométrie. On remarque également que la mesure IBM est proche de la mesure CEA bien que présentant une pente très différente.



## B. Coupe MEB pour préciser les épaisseurs des couches de PZT

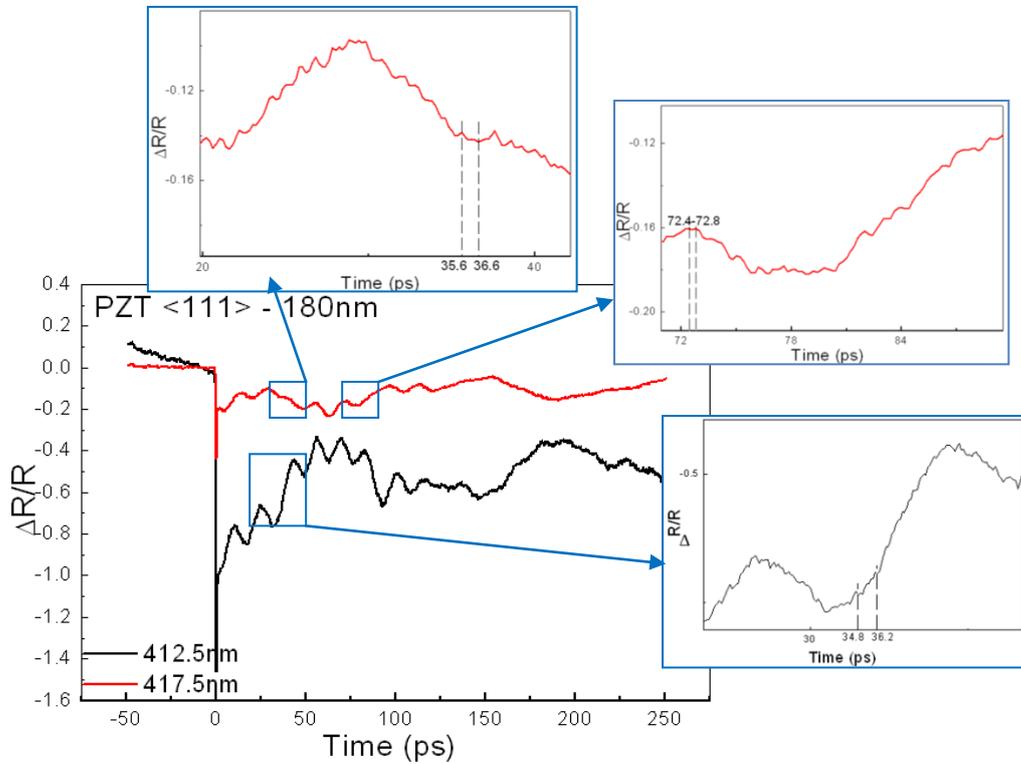
Echantillon	Coupe MEB [CEA]	Epaisseur PZT
U718P-P06 PZT <100> 0.35 $\mu$ m	 <p>PZT  <math>2.26\text{cm} = 339\text{nm}</math>   <math>2.3\text{cm} = 345\text{nm}</math>   <math>2.25\text{cm} = 335\text{nm}</math>            Pt = 106 nm            SiO<sub>2</sub> = 510 nm            Si            US4630P P06            x60.0k' '500nm</p>	$\approx 335 \pm 10\text{nm}$
U718P-P07 PZT <100> 0.54 $\mu$ m	 <p>PZT  <math>3.5\text{cm} = 510\text{nm}</math>   <math>3.45\text{cm} = 503\text{nm}</math>            Pt = 106 nm            SiO<sub>2</sub> = 510 nm            Si            US4630P P07            x60.0k' '500nm</p>	$\approx 506 \pm 4\text{nm}$
U718P-P08 PZT <100> 1.05 $\mu$ m	 <p>PZT  <math>4.55\text{cm} = 1000\text{nm}</math>   <math>4.5\text{cm} = 989\text{nm}</math>            Pt = 106 nm            SiO<sub>2</sub> = 510 nm            Si            US4630P P08            x40.0k' '750nm</p>	$\approx 995 \pm 5\text{nm}$

<p>U718P-P09 PZT &lt;100&gt; 2.1µm</p>	 <p>PZT 5.7cm = 2091nm    5.71cm = 2095nm Pt = 106 nm SiO2 = 510 nm 1.35µm US4630P P09 Si x25.0k 1.20µm</p>	<p>≈2087±2nm</p>
<p>Q154P-P10 PZT &lt;111&gt; 0.18µm</p>	 <p>PZT 1.73cm = 187nm    1.8cm = 187nm Pt = 107 nm SiO2 = 496 nm 4.55µm Q154P-P10 Si x90.0k 3.33µm</p>	<p>≈173±4nm</p>
<p>P571A-P05 PZT &lt;111&gt; 0.35µm</p>	 <p>PZT 3.1cm = 348nm    3.13cm = 370nm    3.11cm = 349nm Pt = 96 nm SiO2 = 510 nm 4.54µm P571A_PL05_Leti Si x80.0k 3.75µm</p>	<p>≈348±2nm</p>
<p>P571A-P04 PZT &lt;111&gt; 0.54µm</p>	 <p>PZT 4.03cm = 510nm    4.04cm = 518nm    4.07cm = 522nm    4.08cm = 523nm Pt = 96 nm SiO2 = 500 nm 3.9µm P571A_PL04_Leti Si x70.0k 4.29µm</p>	<p>≈525±3nm</p>

<p>P571A-P06 PZT &lt;111&gt; 1.05μm</p>		<p>≈1036±10nm</p>
<p>μS3935P-P13 PZT &lt;111&gt; 2.1μm</p>		<p>≈2192±3nm</p>

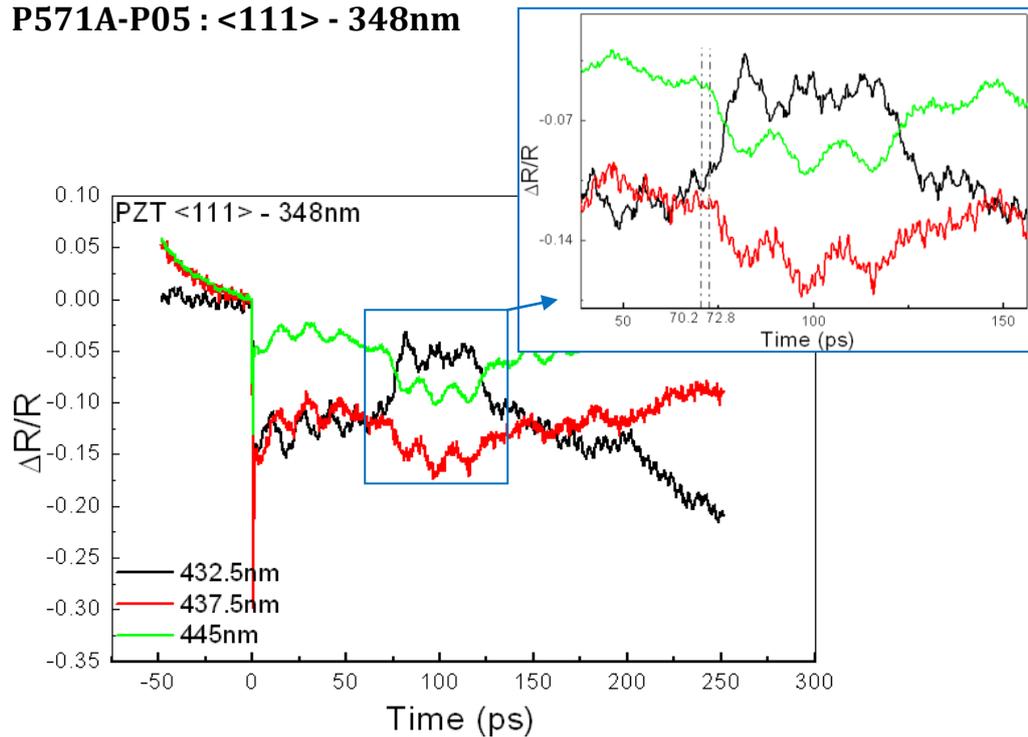
### C. Mesure de la vitesse acoustique longitudinale par acoustique picoseconde

a. Q154P-P010 : <111> - 173nm



Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
417.5	173±1nm	1 <sup>er</sup>	35.6ps	36.6ps	$c = \frac{\acute{e}p}{temps}$ $\frac{\Delta c}{c} = \frac{\Delta \acute{e}p}{\acute{e}p} + \frac{\Delta temps}{temps}$ $C_L = 4.81 \pm 0.09$
417.5		2 <sup>nd</sup>	72.4ps	72.8ps	
412.5		1 <sup>er</sup>	34.8ps	36.2ps	
	moyenne		35.5ps	36.4ps	
	moyenne		35.96±0.45ps		

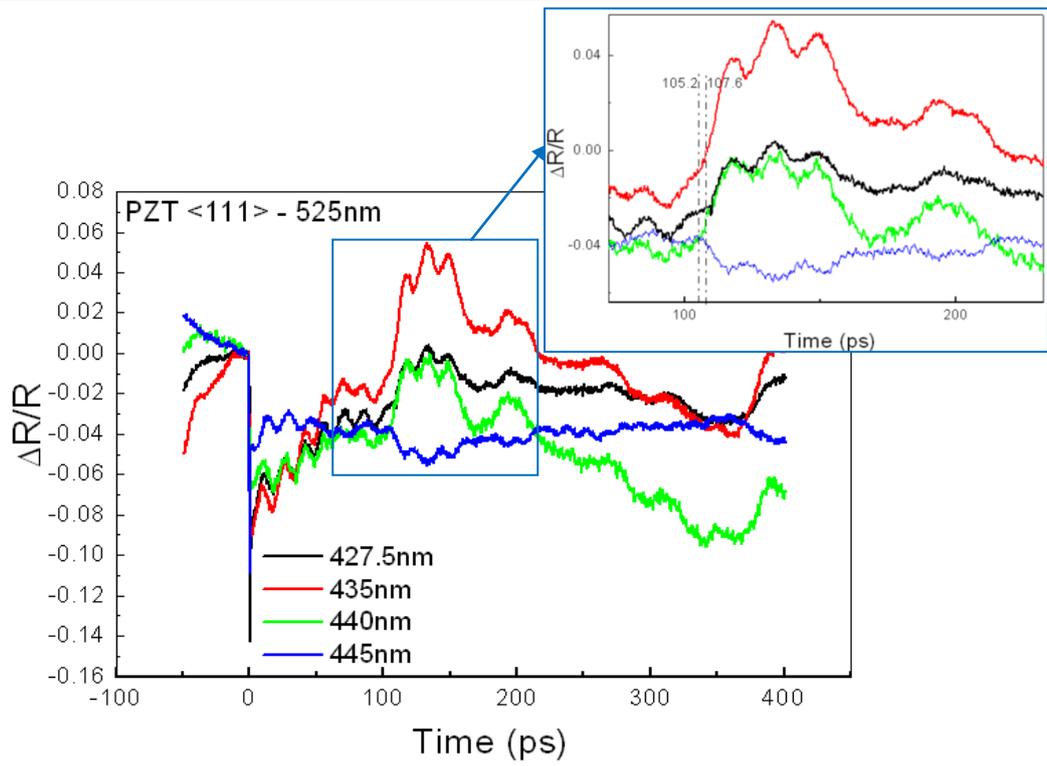
## b. P571A-P05 : &lt;111&gt; - 348nm



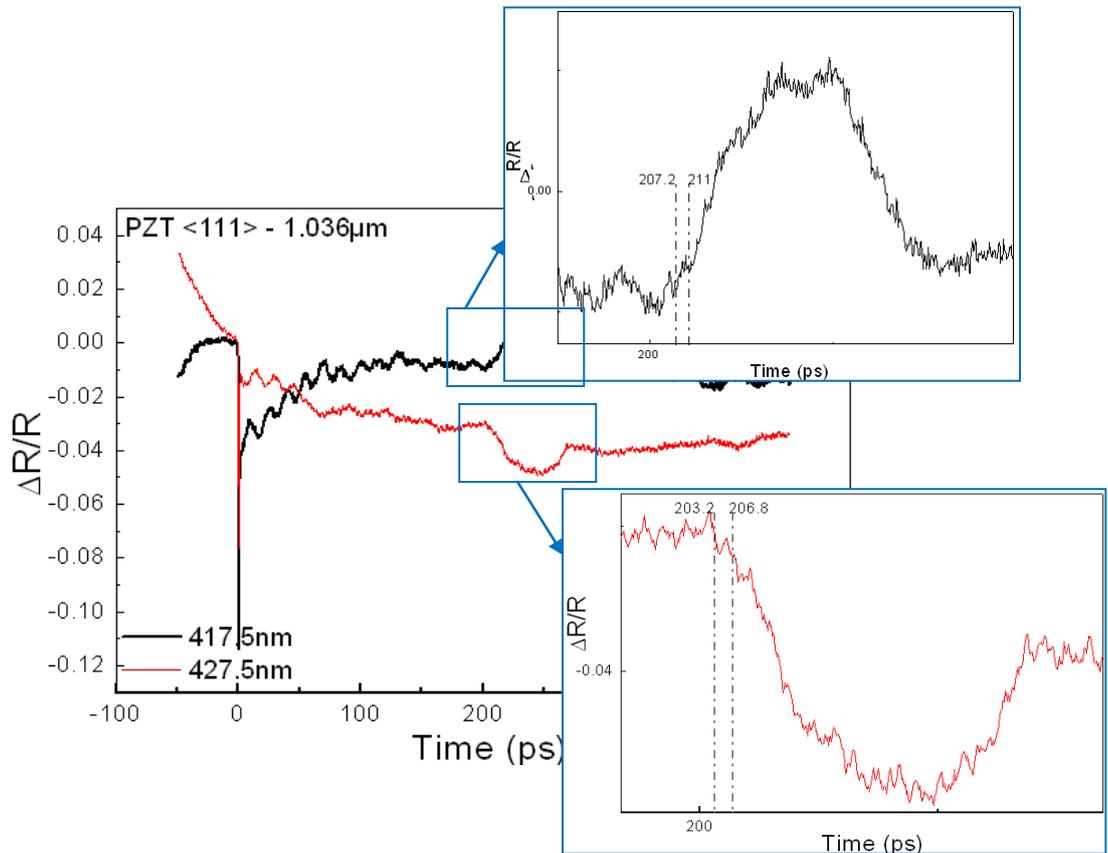
Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
432.5	348±1nm	1 <sup>er</sup>	70.2ps	72.8ps	C <sub>L</sub> =4.87±0.1
437.5					
455					
		Moyenne	71.5±1.3ps		

## c. P571A-P04 : &lt;111&gt; - 525nm

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
427.5	525±1nm	1 <sup>er</sup>	105.2ps	107.6ps	C <sub>L</sub> =4.93±0.06
435					
440					
445					
		Moyenne	106.4±1.2ps		

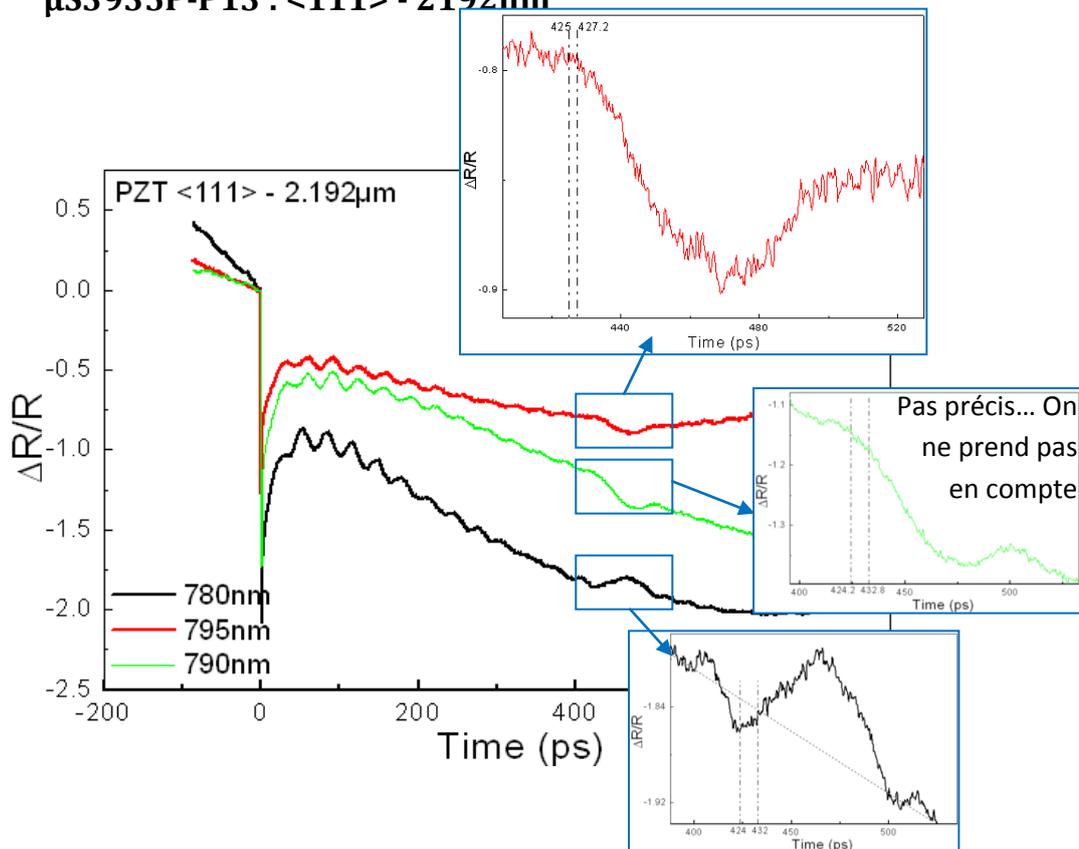


**d. P571A-P06 : <111> - 1036nm**



Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse max (nm/ps)
417.5	1036±1nm	1 <sup>er</sup>	207.2ps	211ps	C <sub>L</sub> =5.00±0.05
427.5			203.2ps	206.8ps	
	moyenne		205.2	208.9	
	moyenne		207.05±1.85ps		

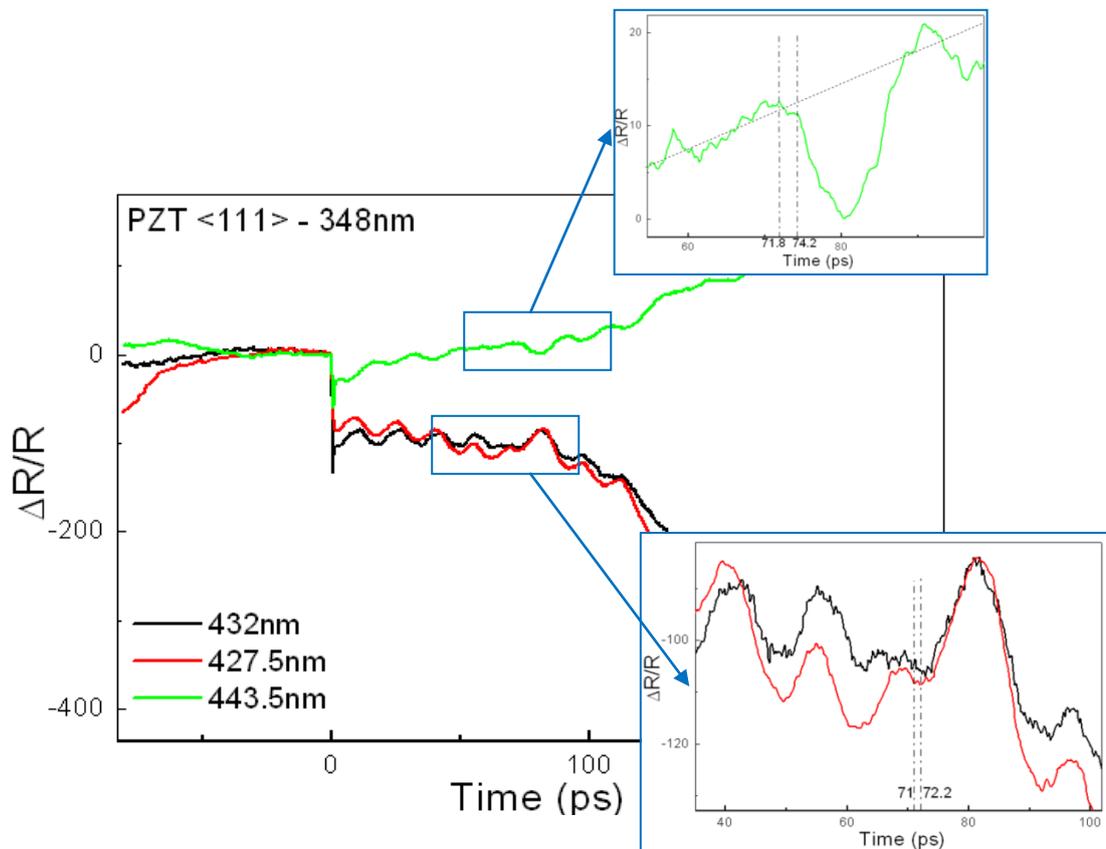
e. **μS3935P-P13 : <111> - 2192nm**



Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
795	2192±1nm	1 <sup>er</sup>	425ps	427.2ps	C <sub>L</sub> =5.13±0.03
780			424ps	432ps	
	Moyenne		424.5	429.6	
	Moyenne		427.05±2.55ps		

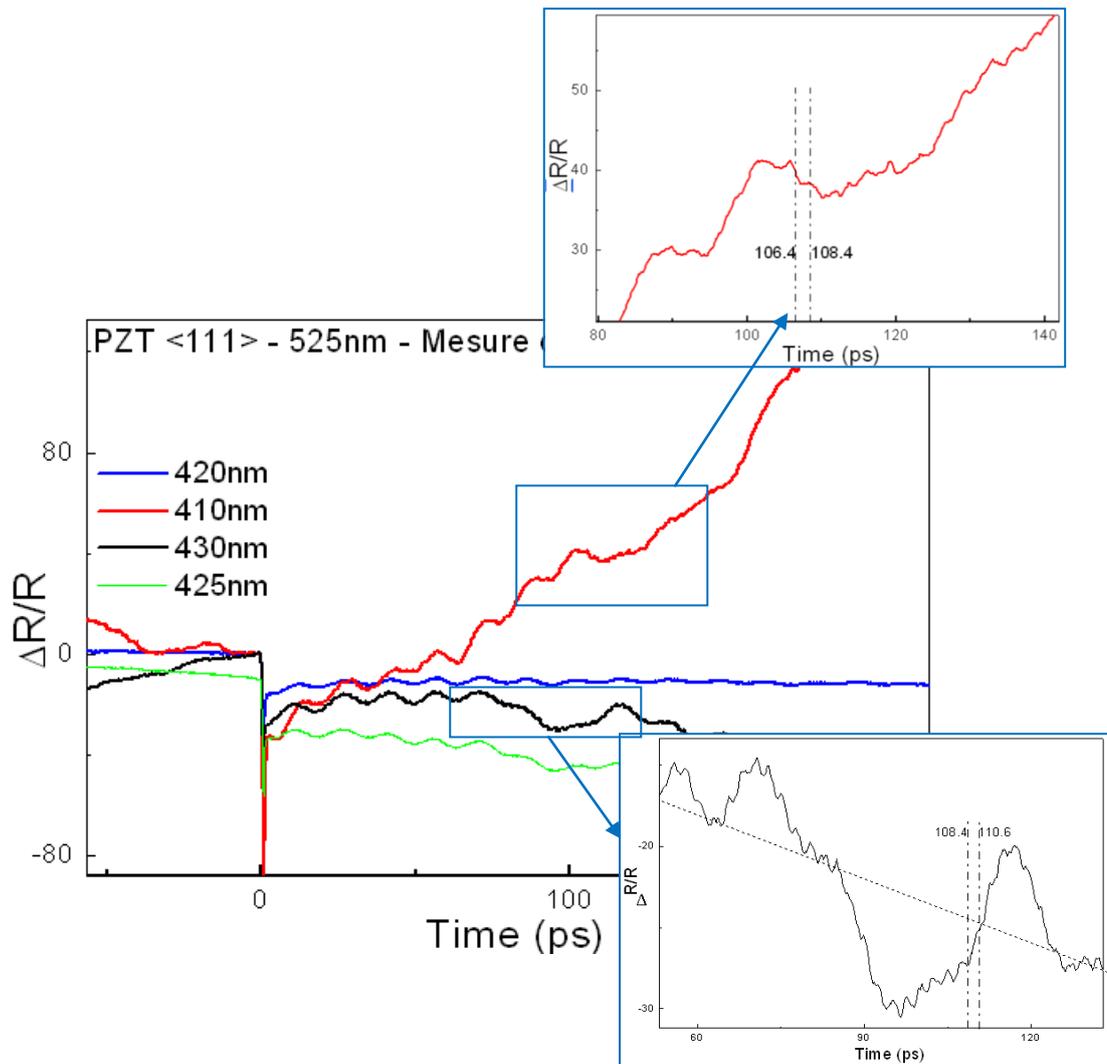
**f. P571A-P05 : <111> - 348nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
427.5	348±1nm (mesure MENAPIC)	1 <sup>er</sup>	71ps	72.2ps	$C_L=4.81±0.07$
432			71.8ps	74.2ps	
443.5			moyenne	71.4ps	
	moyenne	72.3±0.9ps			



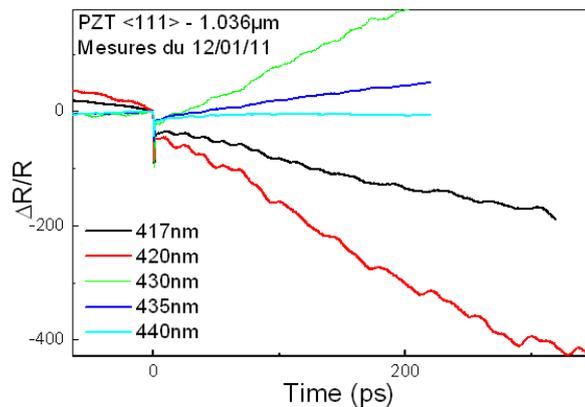
**g. P571A-P04 : <111> - 525nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
410	525±1nm (mesure MENAPIC)	1 <sup>er</sup>	106.4ps	108.4ps	$C_L=4.84±0.06$
430			108.4ps	110.6ps	
			moyenne	107.4ps	
	moyenne	108.45±1.05ps			



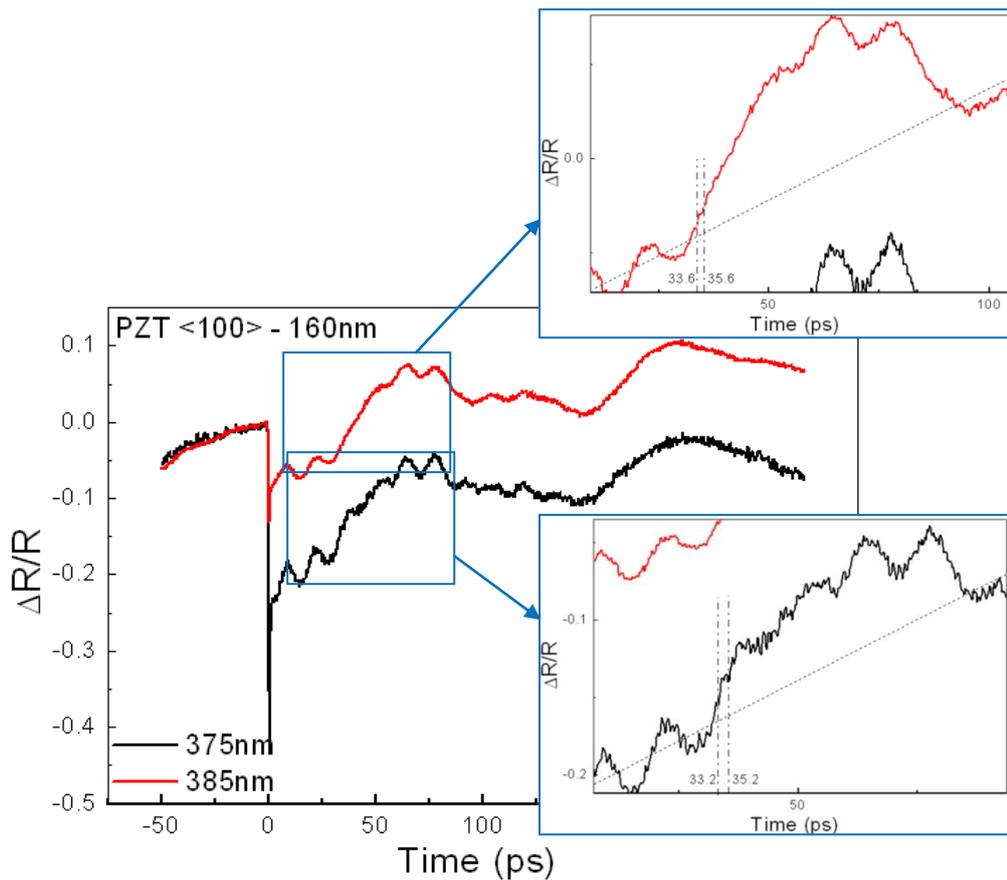
**h. P571A-P06 : <111> - 1036nm**

Sur ces mesures nous n'arrivons pas à identifier le saut de réflectivité (mesures pas aux bonnes longueurs d'onde).

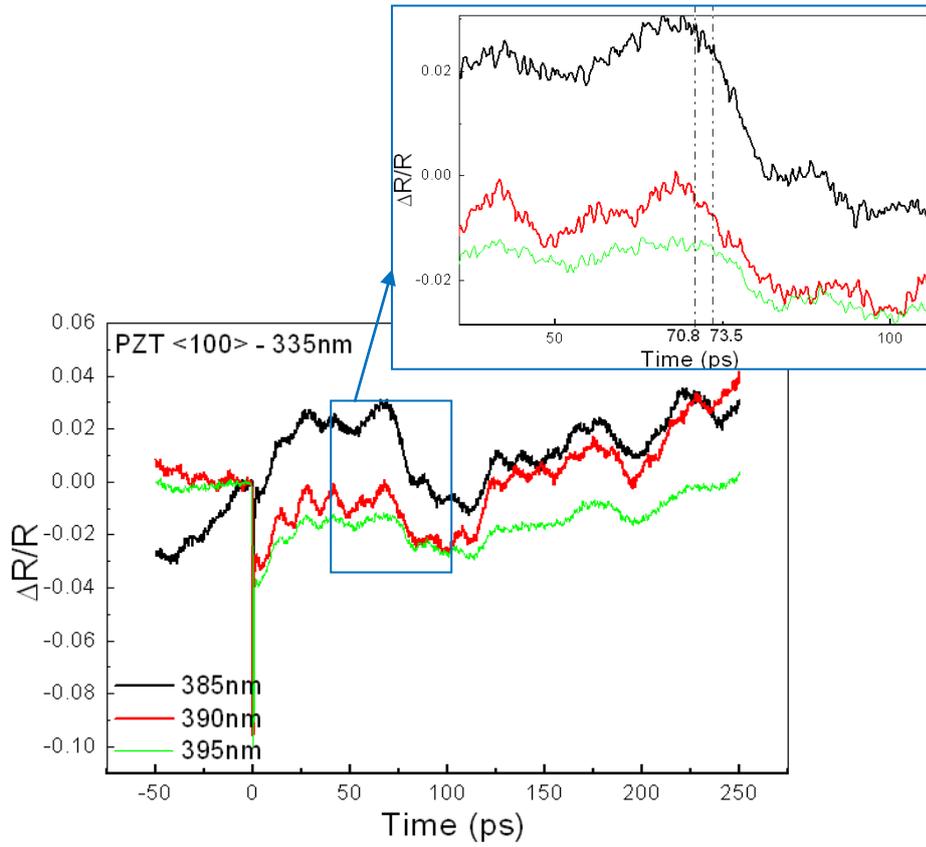


i. **U718P-P01 : <100> - 160nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
385	160±1nm	1 <sup>er</sup>	33.6ps	35.6ps	$C_L=4.65\pm0.16$
375			33.2ps	35.2ps	
		moyenne	33.4ps	35.4ps	
		moyenne	34.4±1ps		

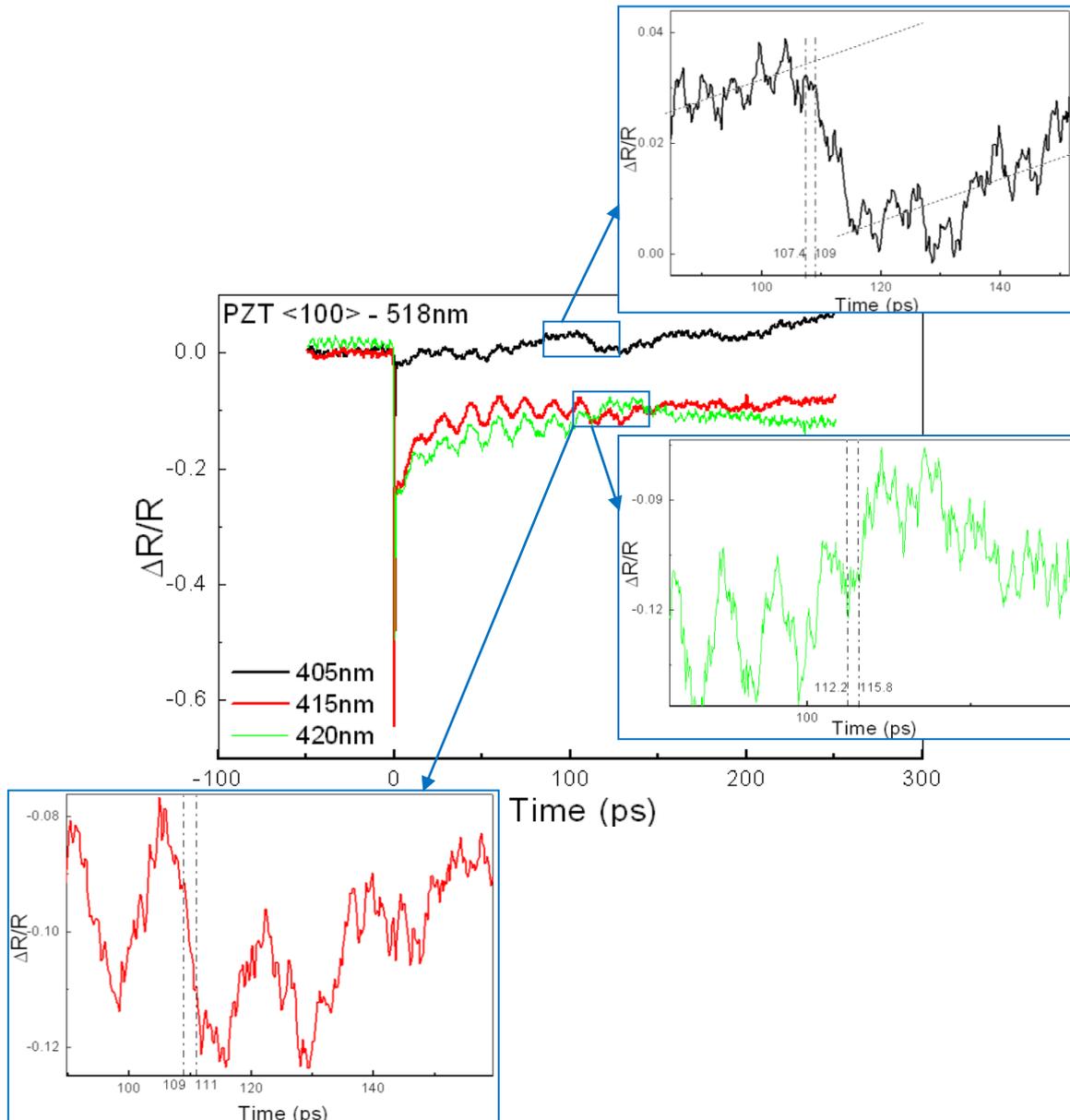
j. **U718P-P06 : <100> - 335nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
385	335±1nm	1 <sup>er</sup>	70.8ps	73.5ps	$C_L=4.64\pm0.06$
390					
395					
		moyenne	72.15±1.35ps		



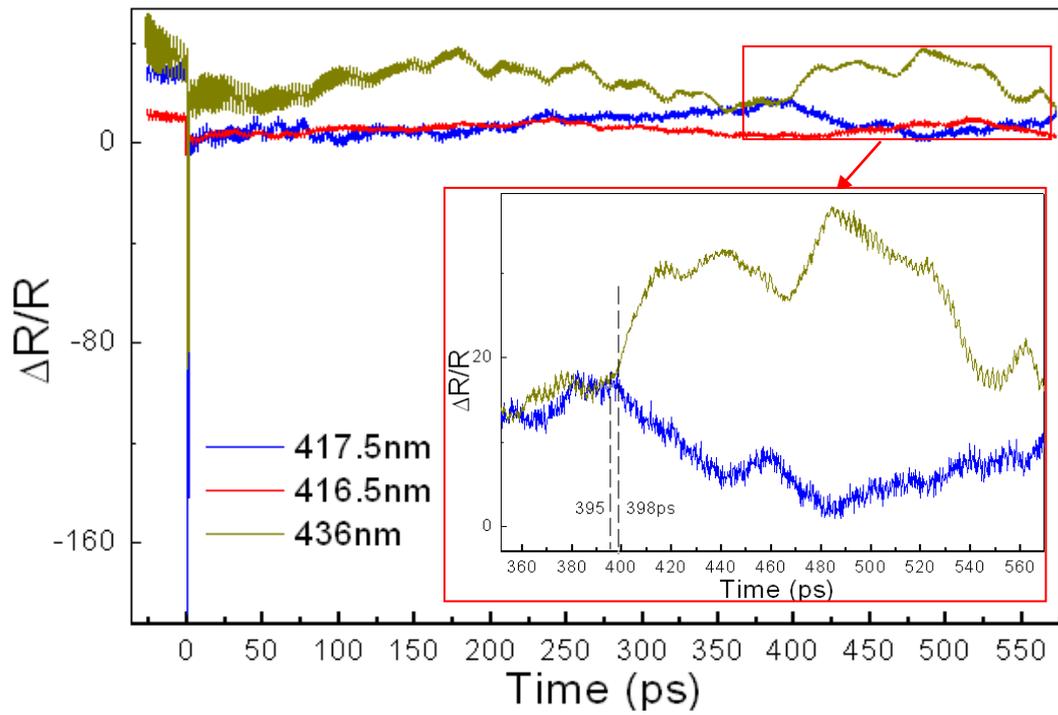
**k. U718P-P07 : <100> - 518nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
405	518±1nm	1 <sup>er</sup>	107.4ps	109ps	C <sub>L</sub> =4.68±0.06
415			109ps	111ps	
420			112.2ps	115.8ps	
Moyenne	109.53ps	111.93ps			
Moyenne			110.73±1.2ps		

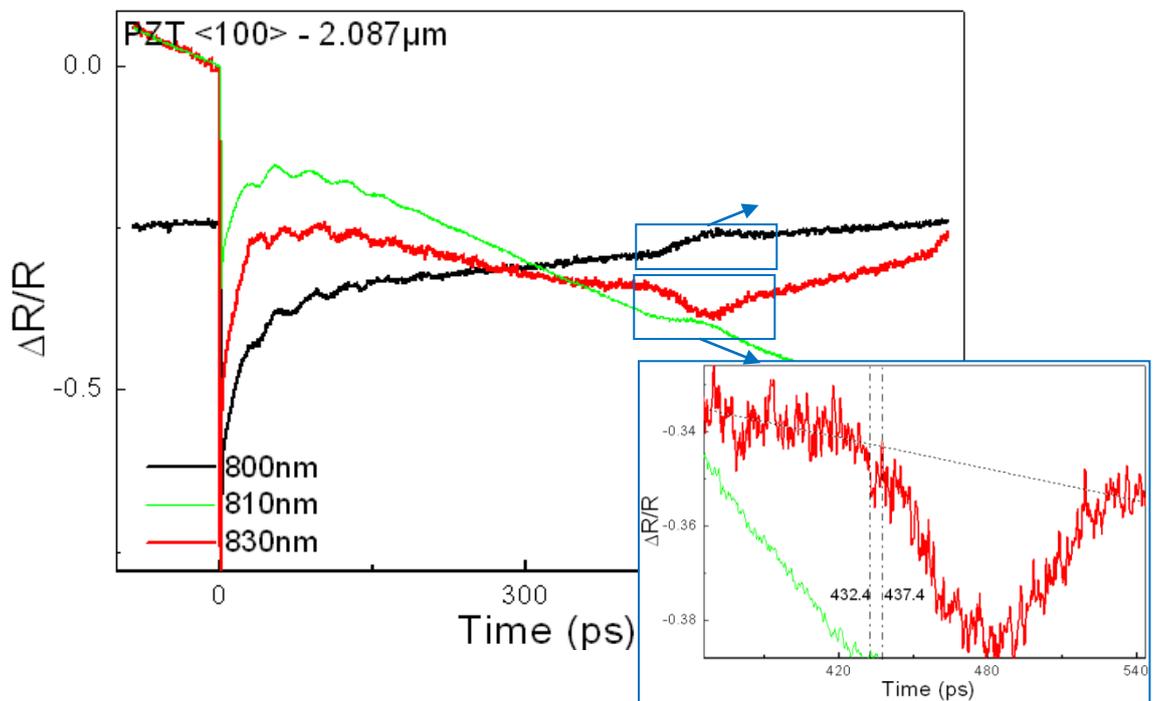


### I. $\mu\text{S4680P-P6 (100) - 1.87\mu\text{m}}$

Le temps de vol dans la couche de  $1.871\mu\text{m}$  de PZT est estimé entre 395 et 398ps. La vitesse acoustique dans le PZT est donc de  $4.72\pm 0.02\text{nm/ps}$ .



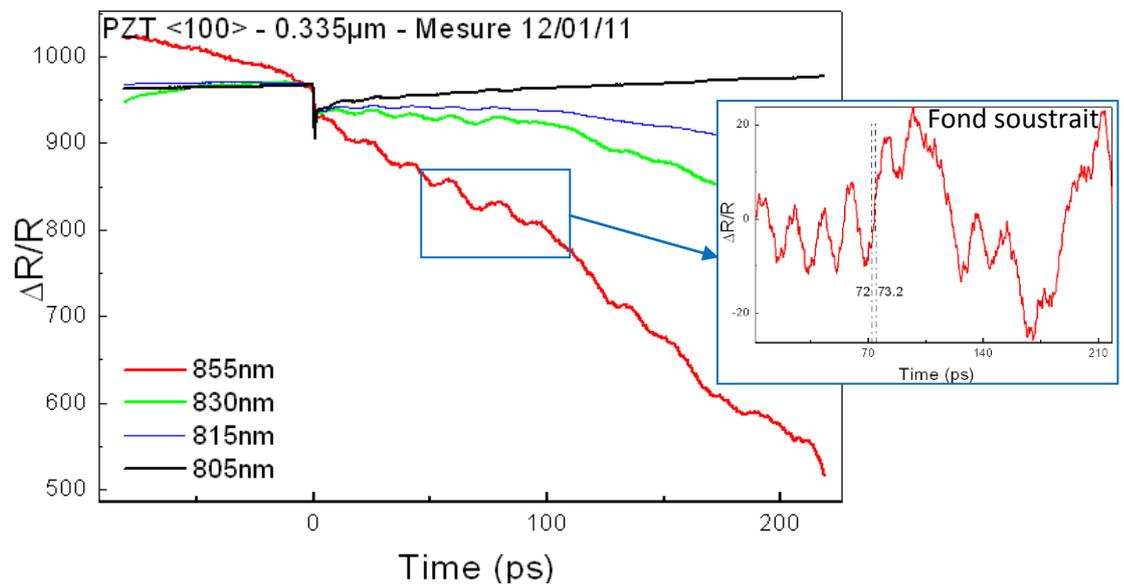
**m. U718P-P09 : <100> - 2087nm**



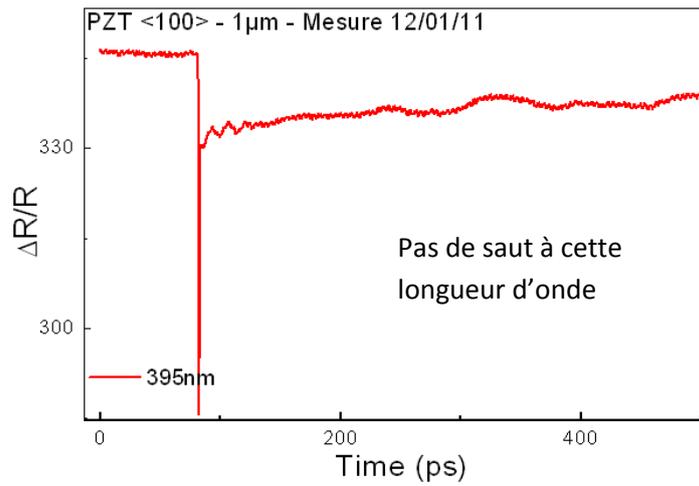
Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse (nm/ps)
800	2087±1nm	1 <sup>er</sup>	434.6ps	439ps	C <sub>L</sub> =4.79±0.03
830			432.4ps	437.4ps	
		moyenne	433.5ps	438.2ps	
		moyenne	435.85±2.35ps		

**n. U718P-P06 : <100> - 335nm**

Courbe	Epaisseur	Ordre de saut	Temps de vol min	Temps de vol max	Vitesse max (nm/ps)
427.5	335±1nm (mesure MENAPIC)	1 <sup>er</sup>	72ps	74.8ps	C <sub>L</sub> =4.57±0.10
		moyenne	73.4±1.4ps		

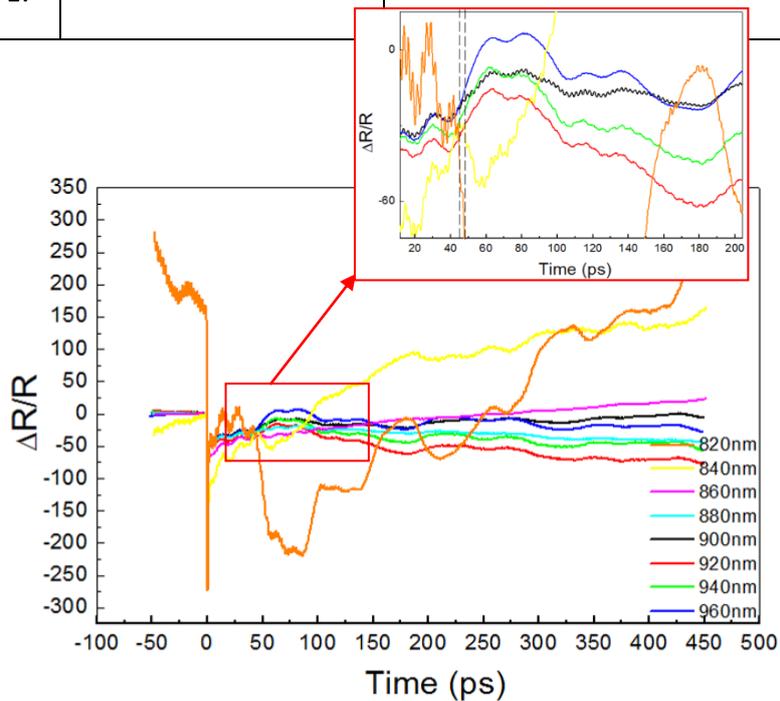


**o. U718P-P08 : <100> - 1013nm**

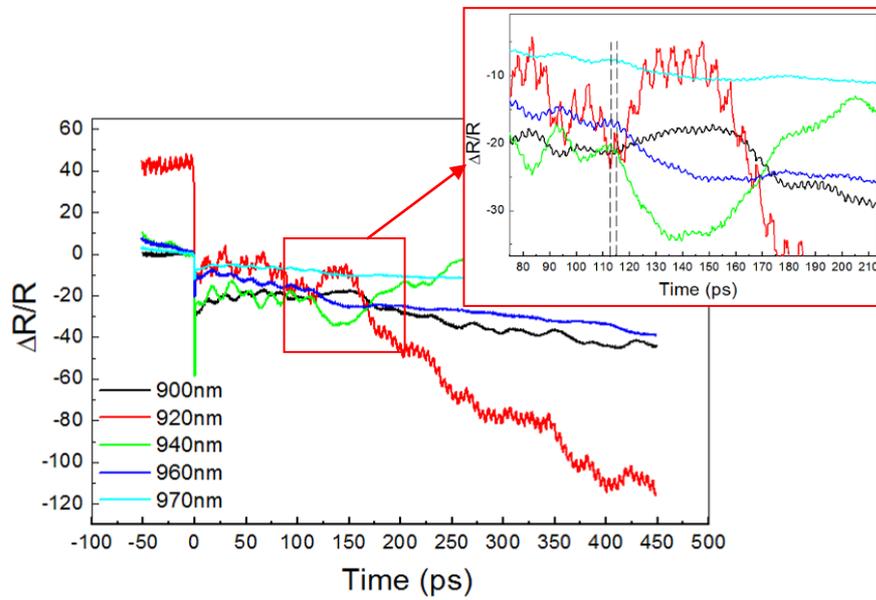


**p. PZT « Grad Free »**

Plaque	P03	P04
Coupe MEB		
Epaisseur de PZT	223nm	551nm

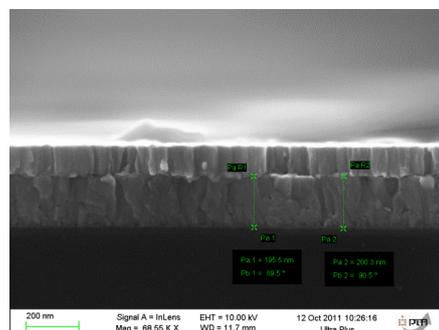
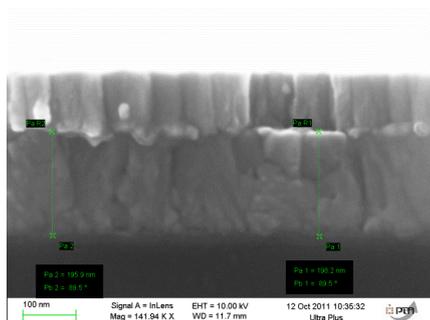


Echantillon	Temps de vol (ps)	Epaisseur (nm)	Vitesse corrigé (nm/ps)
P03 Grad Free 223nm	44-48	223	4.85±0.22

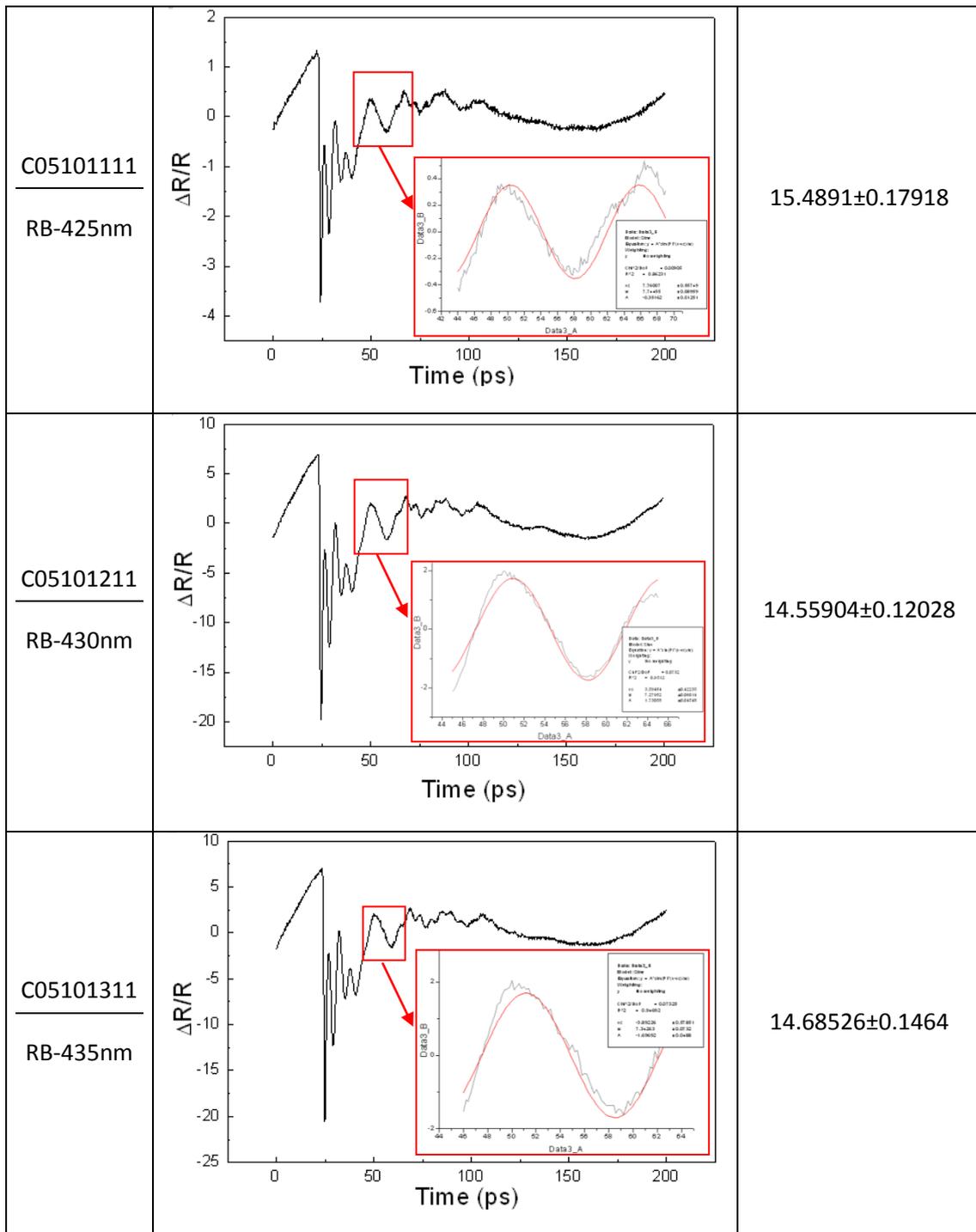


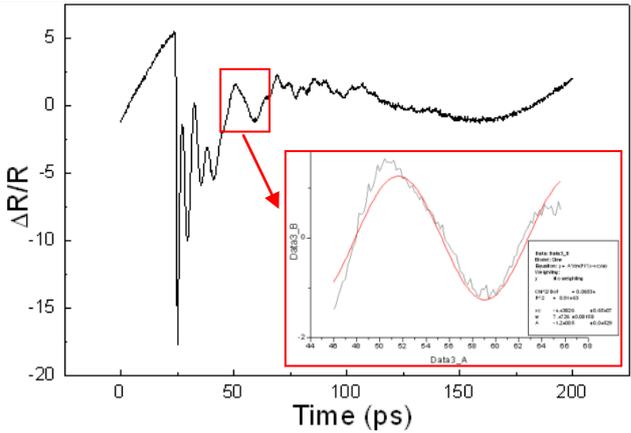
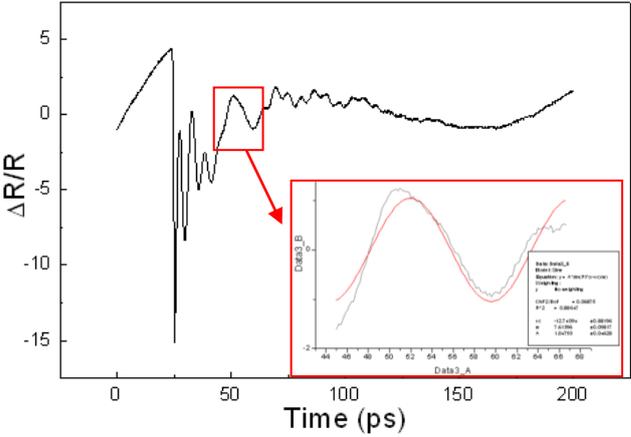
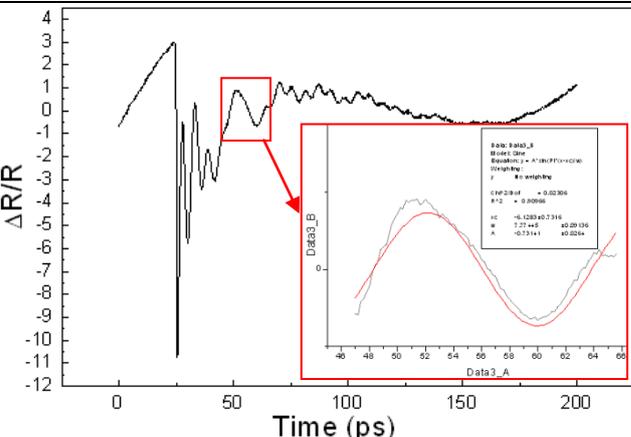
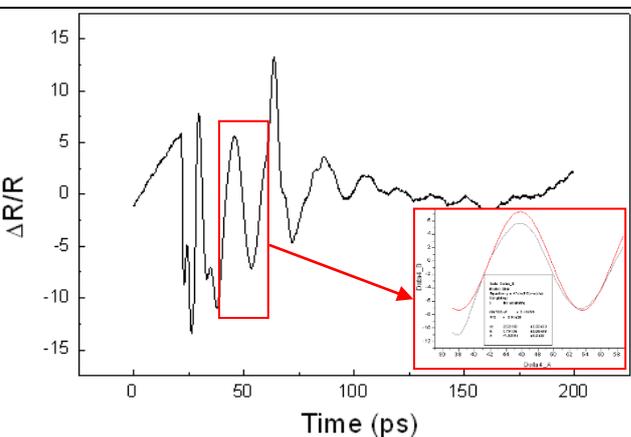
Echantillon	Temps de vol (ps)	Epaisseur corrigée (nm)	Vitesse corrigé (nm/ps)
P04 Grad Free 551nm	112-115	551	4.85±0.07

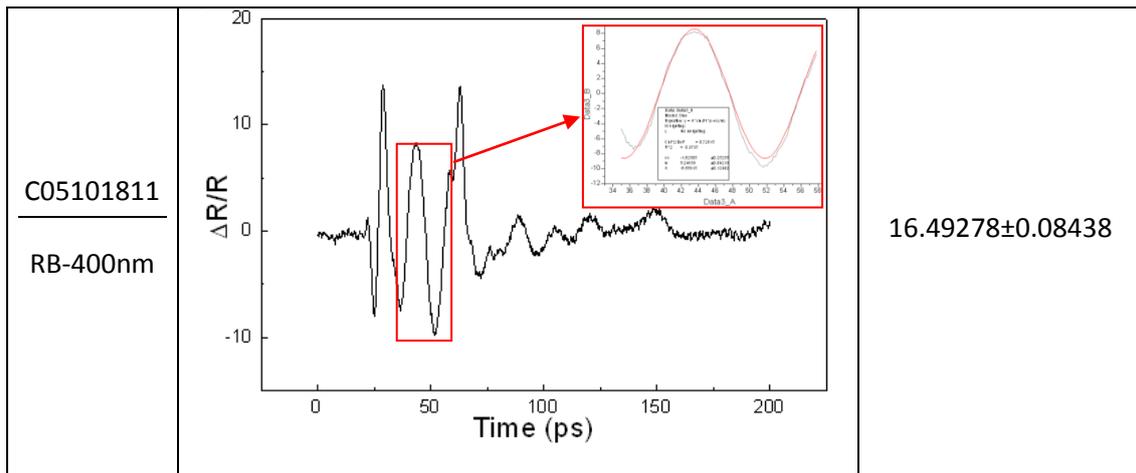
**q. PZT Monocristallin**



Fichier Long. Onde	Fit du Brillouin	Période $T_{\text{Brillouin}}$ (ps)
C05100811 RB-415nm		15.94662±0.15384
C05100911 RB-410nm		14.58404±0.15964
C05101011 RB-420nm		14.21236±0.12054



<p>C05101411</p> <hr/> <p>RB-440nm</p>		<p>14.9452±0.16316</p>
<p>C05101511</p> <hr/> <p>RB-445nm</p>		<p>15.22792±0.19634</p>
<p>C05101611</p> <hr/> <p>RB-450nm</p>		<p>15.5489±0.18272</p>
<p>C05101711</p> <hr/> <p>RB-405nm</p>		<p>15.58272±0.16976</p>

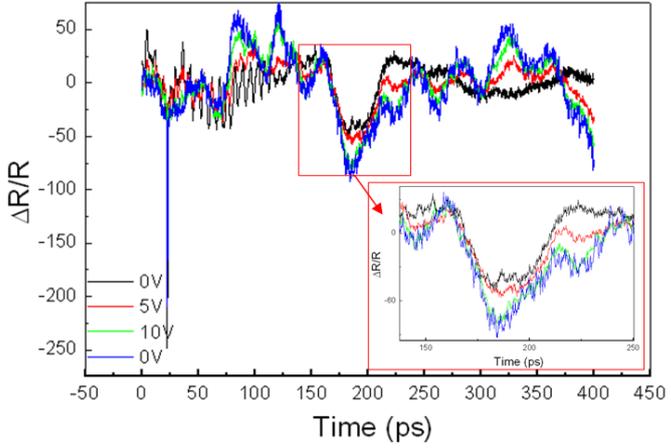
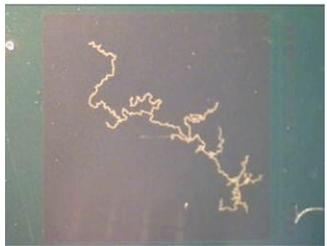
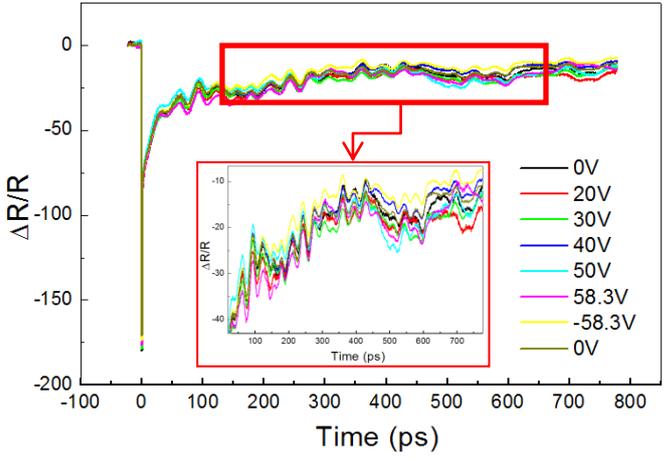


### D. Mesure par acoustique picoseconde en tension

Echantillon/ Epaisseur de PZT/Date	Fichier de mesure	Conditions opératoires	Mesure
Ru/PZT(100)_0.35 $\mu$ m/ Pt/Si  $\mu$ S4680P-P01  (Octobre 2011)	C05100111	R/R sur Ru – 830nm  0V	
	C05100211	Idem	
	C05100311	Idem V=10V	
	C05100411	Idem V=15V	
	C05100511	Idem V=20V	
	C05100611	Idem	
Ru/PZT(111)_500nm/ Pt/SiO <sub>2</sub> /Si  $\mu$ S5984P-P17  (Décembre 2011)	C12120111	R/R sur Ru – 800nm  V=0V	
	C12120211	Idem 810nm	
	C12120311	Idem 850nm	
	C12120411	Idem 780nm	
	C12120511	Idem 760nm	
	C12120611	R/R sur Ru – 760nm  V=10V	
	C12120711	Idem V=20V	
	C12120811	Idem V=29.6V	
C12120911	Idem V=0V		
Ru/PZT(111)_500nm/ Pt/SiO <sub>2</sub> /Si  $\mu$ S5984P-P17  (Décembre 2011)	C14120311	R/R sur Ru – 800nm  V=0V	
	C14120411	Idem V=29.6V	
	C14120511	Idem V=50V	
	C14120611	Idem V=29.6V	
	C14120711	Idem V=15V	

	C14120811	Idem V=50V	
	C14120911	Idem V=59.1V	
	C14121011	Idem V=0V	
	C14121111	Idem V=50V	
	C14121211	Idem V=-50V	
<p>Ru/PZT(100)_500nm/ Pt/SiO2/Si</p> <p>V569P-P20</p> <p>(Décembre 2011)</p>	C12121011	R/R sur Ru – 760nm V=0V	
	C12121111	Idem V=20V	
	C12121211	Idem V=29.5V	
	C12121311	Idem V=0V	
	C12121411	Idem V=-29.5V	
<p>Ru/PZT(100)_500nm/ Pt/SiO2/Si</p> <p>V569P-P20</p> <p>(Décembre 2011)</p>	C13120111	R/R sur Ru – 830nm V=0V	
	C13120211	Idem V=20V	
	C13120311	Idem V=0V	
	C13120411	Idem V=29.6V	
	C13120511	Idem V=0V	

<p>Ru/PZT(100)_500nm/ Pt/SiO2/Si</p> <p>V569P-P20</p> <p>(Décembre 2011)</p>	<p>C14120111</p>	<p>R/R sur Ru – 800nm</p> <p>V=0V</p>	
<p>Ru/PZT(100)_500nm/ Pt/SiO2/Si</p> <p>V569P-P20</p> <p>(Décembre 2011)</p>	<p>C15120111</p>	<p>R/R sur Ru – 800nm</p> <p>V=0V</p>	
<p><b>ITO 200nm</b> /PZT(100)_500nm/Pt/ SiO2/Si</p> <p>V176P-P07</p> <p>(Juin 2012)</p>	<p>C27061612</p>	<p>R/B sur ITO – 820nm</p> <p>V=0V</p>	
<p>V176P-P07</p>	<p>C27061712</p>	<p>R/B sur ITO – 820nm V=20V</p>	
	<p>C27061912</p>	<p>R/B sur ITO – 820nm</p> <p>V=-40V</p>	

	C28060112	R/B sur ITO – 810nm V=0V	 
	C28060212	R/B sur ITO – 810nm V=5V	
	C28060312	R/B sur ITO – 810nm V=10V	
	C28060412	R/B sur ITO – 810nm V=0V	
<p><b>ITO 200nm</b> /PZT(111)_500nm/Pt/ SiO2/Si</p> <p>P571A-P04</p> <p>(Octobre 2012)</p>	C17100912	R/B sur ITO – 800nm V=0V	
	C17101012	R/B sur ITO – 800nm V=20V	
	C17101112	R/B sur ITO – 800nm V=30V	
	C17101212	R/B sur ITO – 800nm V=40V	
	C17101312	R/B sur ITO – 800nm V=50V	
	C17101412	R/B sur ITO – 800nm V=58.3V	
	C17101512	R/B sur ITO – 800nm V=-58.3V	
C17101612	R/B sur ITO – 800nm V=0V		

Ru/PZT(100)_1µm/Pt/ SiO2/Si  Plaque Touch It, Capa 1  (Octobre 2012)	C15100712	R/B sur Ru – 800nm V=0V	
	C15101012	Idem V=10V	
	C15101112	Idem V=20V	
	C15101212	R/B sur Ru – 800nm V=30V	
Ru/PZT(100)_1µm/Pt/ SiO2/Si  Plaque Touch It, Capa 2  (Octobre 2012)	C16100312	R/B sur Ru – 800nm V=0V	
	C16100412	Idem V=10V	
	C16100512	Idem V=20V	
	C16100612	Idem V=0V	
	C16100712	Idem V=-10V	
	C16100812	Idem V=-20V	
	C16100912	Idem V=10V	
	C16101012	Idem V=20V	
Ru/PZT(100)_1µm/Pt/ SiO2/Si  Plaque Touch It, Capa 2  (Octobre 2012)	C16101212	<b>R/R</b> sur Ru – 800nm V=0V	
	C16101312	<b>Idem</b> V=10V	
	C16101412	<b>Idem</b> V=20V	
	C16101512	<b>Idem</b> V=0V	
	C16101612	<b>R/R</b> sur Ru – 800nm V=-20V	

Ru/PZT(100)_2 $\mu$ m/Pt/ SiO <sub>2</sub> /Si  Plaque Touch It  (Octobre 2012)	C17100112	R/R sur Ru – 800nm V=0V	
	C17100212	Idem V=10V	
	C17100312	Idem V=20V	
	C17100412	Idem V=29.2V	
	C17100512	Idem V=40V	
	C17100612	Idem V=0V	
	C17100712	Idem V=50V	
	C17100812	Idem V=58.3V	
Ru/PZT(100)_1 $\mu$ m/Pt/ SiO <sub>2</sub> /Si  Plaque Touch It <b>BONDE</b>  (Décembre 2012)	C13120512	R/R sur Ru – 790nm V=0V	
	C13120612	R/R sur Ru – 790nm V=20V	
	C13120812	R/R sur Ru – 790nm V=0V	
	C13120912	R/R sur Ru – 790nm V=30V	

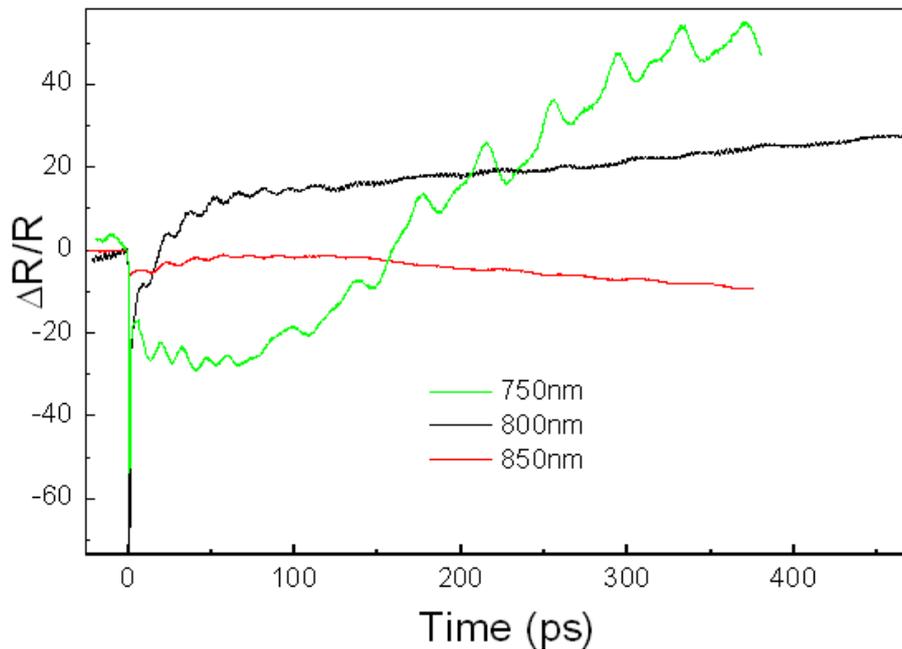
### E. Etude Brillouin en fréquence : Mesures Rouge - Bleu

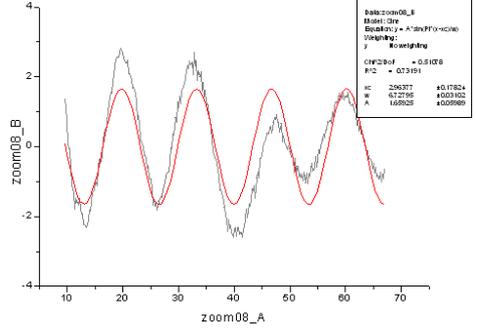
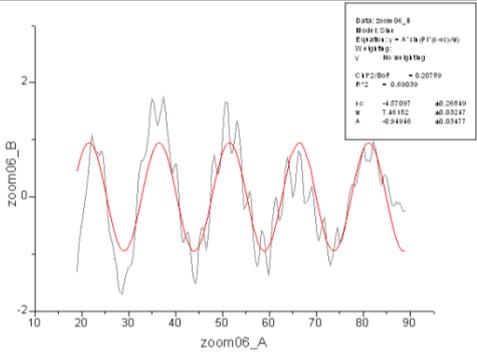
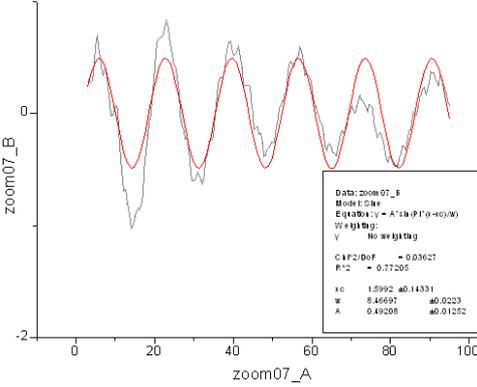
L'échantillon Or 15nm/Ti 5nm/PZT 500nm/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si présente un transducteur à priori suffisamment fin pour caractériser le PZT à l'aide de la détection classique. Cette épaisseur d'or peut être considérée comme « transparente », et nous nous retrouvons dans le cas où nous dirigeons le laser sur le PZT (transparent). Ainsi, en RB nous pouvons étudier l'oscillation Brillouin de

période  $T = \frac{\lambda}{2nv \cos \theta}$  en fonction de la longueur d'onde.

Connaissant l'indice n du PZT en fonction de la longueur d'onde, nous pouvons extraire la vitesse du PZT comme étant en moyenne **4.73±0.07nm/ps**.

Longueur d'onde	N (Sellmeier)	Période Brillouin T (ps)	v <sub>PZT</sub> (nm/ps)
375nm	2.92	13.46±0.06	4.77±0.02
400nm	2.80	14.92±0.06	4.78±0.02
425nm	2.71	16.93±0.04	4.63±0.01



Longueur d'onde	Zoom du Brillouin	Période Brillouin (ps)
375nm	 <p>Graphique de zoom du Brillouin à 375nm. L'axe horizontal est étiqueté 'zoom08_A' et l'axe vertical 'zoom08_B'. La courbe montre des oscillations périodiques. Une légende en haut à droite indique les paramètres de l'ajustement par moindres carrés : <math>y = A \sin(\omega t + \phi) + C</math>. Les paramètres sont : <math>C/F2/00F = 0.51078</math>, <math>F12 = 0.73951</math>, <math>x0 = 206271</math>, <math>w = 61.2716</math>, <math>A = 1.69025</math>, <math>\phi0 = 0.17524</math>, <math>\phi02 = 0.03102</math>, <math>\phi03 = 0.00089</math>.</p>	13.46±0.06
400nm	 <p>Graphique de zoom du Brillouin à 400nm. L'axe horizontal est étiqueté 'zoom06_A' et l'axe vertical 'zoom06_B'. La courbe montre des oscillations périodiques. Une légende en haut à droite indique les paramètres de l'ajustement par moindres carrés : <math>y = A \sin(\omega t + \phi) + C</math>. Les paramètres sont : <math>C/F2/00F = 0.20789</math>, <math>F12 = 0.66839</math>, <math>x0 = -4.37097</math>, <math>w = 1.86182</math>, <math>A = -0.94346</math>, <math>\phi0 = 0.26849</math>, <math>\phi02 = 0.03247</math>, <math>\phi03 = 0.03477</math>.</p>	14.92±0.06
425nm	 <p>Graphique de zoom du Brillouin à 425nm. L'axe horizontal est étiqueté 'zoom07_A' et l'axe vertical 'zoom07_B'. La courbe montre des oscillations périodiques. Une légende en bas à droite indique les paramètres de l'ajustement par moindres carrés : <math>y = A \sin(\omega t + \phi) + C</math>. Les paramètres sont : <math>C/F2/00F = 0.03627</math>, <math>F12 = 0.77205</math>, <math>x0 = 1.5992</math>, <math>w = 0.86697</math>, <math>A = 0.49208</math>, <math>\phi0 = 0.14331</math>, <math>\phi02 = 0.0223</math>, <math>\phi03 = 0.01252</math>.</p>	16.93±0.04

## F. *Haptique : Designs retenu masque SNT01*

NOM	Dalle (mm <sup>2</sup> )	w (μm)	L (μm)	e (μm)	d (μm)	Nombre actionneur	a (μm)	b (μm)
3020A15006000D1N06 175.4kHz	30*20	1500	6000	2200	7900	6 (3/colonne)	576	424
3020A15006000D2N06 175.4kHz	30*20	1500	6000	2600	7500	6 (3/colonne)	576	424
3020A15006000D3N06 175.4kHz	30*20	1500	6000	1650	8450	6 (3/colonne)	576	424
3020A10006000D1N06 175.4kHz	30*20	1000	6000	2450	7900	6 (3/colonne)	576	424
3020A15001880D1N02 175.4kHz	30*20	1500	18800	2200	7900	2 (1/colonne)	600	-
3020A15003000D1N12 175.4kHz	30*20	1500	3000	2200	7900	12 (6/colonne)	250	300
3020A15006000D1N03 175.4kHz	30*20	1500	6000	2200	-	3 (3/colonne, que colonne de gauche)	576	424
3020A15006000D4N06 175.4kHz	30*20	1500	6000	2200	24100	6 (3/colonne)	576	424
3020A20006000D5N06 132.84kHz	30*20	2000	6000	6750	9800	6 (3/colonne)	576	424
3020A20006000D6N06 132.84kHz	30*20	2000	6000	6750	18500	6 (3/colonne)	576	424
3020A20006000D7N06 64.18kHz	30*20	2000	6000	4250	13100	6 (3/colonne)	576	424
3020A20006000D8N06 64.18kHz	30*20	2000	6000	4800	12000	6 (3/colonne)	576	424
4030A25009000D1N06 55.33kHz	40*30	2500	9000	4375	14375	6 (3/colonne)	900	600
4030A30009000D1N06 55.33kHz	40*30	3000	9000	4125	14375	6 (3/colonne)	900	600
4030A25009000D2N06 55.33kHz	40*30	2500	9000	3560	16000	6 (3/colonne)	900	600
4030A25009000D3N06 55.33kHz	40*30	2500	9000	4375	28375	6 (3/colonne)	900	600
4030A25009000D1N03 55.33kHz	40*30	2500	9000	4375	-	3 (3/colonne, que colonne de gauche)	900	600
4030A25009000D4N06 77.47kHz	40*30	2500	9000	3500	12125	6 (3/colonne)	900	600
6040A30006000D1N12 37.12kHz	60*40	3000	6000	6000	17500	12 (6/colonne)	600	560
6040A30006000D2N12 37.12kHz	60*40	3000	6000	6000	36500	12 (6/colonne)	600	560
6040A30006000D1N06 37.12kHz	60*40	3000	6000	6000	-	6 (6/colonne que colonne de gauche)	600	560
6040A30006000D3N12 87.46kHz	60*40	3000	6000	2850	11650	12 (6/colonne)	600	560

## Dissémination

### Publications :

- Casset, Cueff, Defay, Le Rhun, Suhm, Ancey, Devos, « Piezoelectric membrane actuator design », IEEE Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems conference (EuroSime), April 18-20, 2011.
- Casset, Devos, Le Louarn, Emery, Le Rhun, Cueff, Defay, Ancey, Fanget, « PZT thin film elastic characterization using picosecond acoustics », 16<sup>th</sup> International Conference on photoacoustic and photothermal phenomena (ICPPP), November 27 - December 1, 2011.
- Casset, Cueff, Suhm, Le Rhun, Abergel, Allain, Dieppedale, Ricart, Fanget, Renaux, Faralli, Ancey, Devos, Defay, « PZT piezoelectric coefficient extraction by PZT-actuated micro-beam characterization and modeling », IEEE Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems conference (EuroSime) April 16-18, 2012.
- Casset, H. Michaud, T. Ricart, G. Le Rhun, M. Cueff, J. Abergel, P. Ancey, D. Faralli, A. Devos, S. Fanget, E. Defay, « Optimization of Electrodes Design for PZT Thin-Film Actuated Membranes », The 26<sup>th</sup> European Conference on Solid-State Transducers (Eurosensor), September 9-12, 2012.
- Casset, Devos, Sadtler, Le Louarn, Emery, Le Rhun, Ancey, Fanget, Defay, « Thin film PZT Young's modulus and Poisson's ratio characterization using Picosecond Ultrasonics », IEEE International Ultrasonics Symposium (Ultrasonics), October 7-10, 2012.
- Casset, A. Devos, S. Yin, B. Vilquin, G. Saint-Girons, J. Abergel, G. Le Rhun, P. Emery, P. Ancey, S. Fanget and E. Defay, « Single crystal and polycrystalline thin-film PZT complete elastic characterization using Picosecond Ultrasonics », 3<sup>rd</sup> International Symposium on Laser Ultrasonics and Advanced Sensing, June 25-28, 2013.
- F. Casset, JS. Danel, C. Chappaz, Y. Civet, M. Amberg, M. Gorisse, C. Dieppedale, G. Le Rhun, S. Basrour, P. Renaux, E. Defay, A. Devos, B. Semail, P. Ancey, S. Fanget, « Low voltage actuated plate for haptic applications with PZT thin-film », The 17<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers), June 16-20, 2013.
- F. Casset, A. Devos, J. Abergel, G. Le Rhun, B. Vilquin, G. Saint-Girons, P. Emery, P. Ancey, S. Fanget, E. Defay, « Young modulus and Poisson ratio of polycrystalline and single crystal PZT thin-film measured by picosecond ultrasonics », IEEE International Ultrasonics Symposium (Ultrasonics), July 21-25, 2013.
- F. Casset, JS. Danel, P. Renaux, C. Chappaz, G. Le Rhun, C. Dieppedale, M. Gorisse, S. Basrour, S. Fanget, P. Ancey, A. Devos, E. Defay, « Characterization and post simulation of thin-film PZT actuated plates for haptic applications », IEEE Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems conference (EuroSime), to be published, 2014.

### Brevets:

- F. Casset, « Système oscillant à base d'élastocalorique », FR n° 11 6106, demande du 02/12/11.
- F. Casset, R. Dejaeger, « HP digital à performance améliorée », FR n° 12 54172, demande du 07/05/12.
- F. Casset, R. Dejaeger, S. Fanget, D. Henry, Q. Leclere, « Dispositif acoustique digital à puissance sonore améliorée » (Butées), FR n° 13 58462, demande du 22/08/13.
- F. Casset, JS. Danel, S. Basrour, C. Chappaz, « Amplification mécanique de la vibration d'une dalle résonante », demande de brevet mars 2013.