

MESURER LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES de la matière à l'échelle du nanomètre à l'aide de l'acoustique picoseconde

Allaoua ABBAS - Directeur technique et co-fondateur de la société Neta, aabbas@neta-tech.com

Le contrôle par ultrasons présente de nombreux intérêts. C'est une méthode qui permet non seulement de localiser mais aussi de caractériser des défauts de surface ou de volume. Elle a l'avantage d'être non destructive, ce qui autorise son déploiement pour des contrôles « in line » en production ou sur des structures dont le fonctionnement n'a pas besoin d'être arrêté. De plus, la méthode ne nécessite pas l'utilisation d'agents chimiques, ce qui la rend facile à mettre en œuvre ; et enfin elle est non ionisante, ce qui la rend compatible avec l'étude d'organismes vivants. L'acoustique picoseconde est une technique qui permet de contrôler ou d'imager à l'aide d'ultrasons des structures avec des résolutions spatiales de quelques nanomètres.

Un principe de mesure « tout optique »

Traditionnellement, les ondes acoustiques, nécessaires au contrôle par ultrasons, sont générées et détectées à l'aide d'éléments piézoélectriques dont les bandes passantes dépassent rarement quelques gigahertz. Les longueurs d'onde (acoustiques) associées à ces fréquences, quelques microns, ne permettent pas d'obtenir des instruments aux résolutions qui satisfassent les nouveaux besoins des industries de pointe ou la curiosité de scientifiques, qui veulent étudier des structures avec des résolutions de plus en plus élevées. L'acoustique picoseconde, qui est née dans les années 1980 dans les laboratoires de l'université de Brown [1], s'est affranchie des limites en résolution spatiale des microscopes traditionnels en proposant une méthode alternative, tout optique, pour générer et détecter les ondes acoustiques. Ces méthodes qui ont été présentées dans un numéro précédent [Photoniques 61, 2012, 50 – 55], ne seront exposées ici que de façon succincte.

Génération

La génération d'une onde en acoustique picoseconde est consécutive à l'absorption d'une impulsion lumineuse ultra-courte appelée généralement **l'impulsion pompe**. Cette absorption, à l'origine d'une augmentation locale de température, est alors suivie d'une dilatation thermique. Cette dilatation brutale engendre alors une déformation localisée dans la zone d'absorption. À la manière d'un ressort comprimé localement puis relâché, cette déformation se propage dans le matériau : l'onde acoustique est née. En se propageant, cette onde va interagir avec les différentes discontinuités élastiques qu'elle va rencontrer, à la manière d'un ultrason généré de façon traditionnelle. L'utilisation d'impulsions lasers ultrabrèves combinée à des matériaux optiquement très absorbants, permet d'obtenir des pulses acoustiques dont le spectre peut s'étendre jusqu'à plusieurs centaines de gigahertz voire quelques térahertz. Encore faut-il être capable de détecter ces ondes pour en tirer les informations qu'elles véhiculent.

Détection

Le couplage photoélastique

Par couplage photoélastique, l'onde acoustique générée modifie les propriétés optiques de l'échantillon dans lequel elle se propage. Cette modification est quantifiée en mesurant les variations relatives du coefficient de réflexion ou de transmission de l'échantillon. L'étude de ces variations relatives, de l'ordre du 10^{-7} à 10^{-3} , renseigne sur la propagation de l'onde acoustique. Elles possèdent des composantes spectrales qui, comme l'onde acoustique étudiée, peuvent s'étendre jusqu'à plusieurs térahertz. Des mesures classiques résolues en temps de ces changements des propriétés optiques sont impossibles, à cause des bandes passantes des photodétecteurs actuellement disponibles sur le marché.

L'échantillonnage optique

Pour s'affranchir de la limitation des détecteurs en termes de bande passante, des montages optiques articulés autour de l'échantillonnage optique [2] sont utilisés. Le principe de l'échantillonnage

Wavefront sensors and adaptive optics for optical metrology, lasers and microscopy

optique, illustré sur la *figure 1* est le suivant : à chaque excitation, ce n'est pas la réponse complète de l'échantillon qui est enregistrée mais seulement son état, à un temps donné, après excitation. Afin que la mesure de la propriété soit résolue en temps de manière optimale, il faut que (i) la fenêtre d'enregistrement soit la plus brève possible et que (ii) le retard entre l'excitation et la mesure soit connue avec la plus petite incertitude. Pour que (i) la fenêtre d'enregistrement soit la plus brève possible, la propriété optique doit être mesurée avec un flash lumineux le plus bref qui soit. Les impulsions lasers femtosecondes se prêtent bien à ce rôle : l'utilisation d'une impulsion lumineuse de 100 fs par exemple, permet, selon le critère de Shannon d'atteindre une bande passante de 5 THz. Ces impulsions, qui permettent de mesurer la propriété optique étudiée, à l'instant T , sont appelées **impulsions sondes**. Il reste alors à ne pas être limité par le système permettant de générer le retard pompe-sonde, c'est-à-dire de savoir à quel moment exactement la mesure est réalisée. Pour ce faire, deux méthodes permettent de générer un retard pompe-sonde assez précis pour les besoins de l'acoustique picoseconde : la méthode homodyne et la méthode hétérodyne.

Dans un montage homodyne, illustré en *figure 2(a)*, un même train d'impulsions optiques génère, après séparation, les trains d'impulsions pompe et sonde qui parcourent deux trajets optiques différents avant d'être focalisés sur l'échantillon à étudier. Une ligne à retard mécanique, insérée

sur l'un des trajets, permet d'ajuster cette différence des trajets δl . Le retard d'arrivée δT entre les impulsions pompe et sonde sur l'échantillon est alors donné par la relation $\delta T = \delta l/c$, où c est la célérité de la lumière. Une ligne à retard avec une résolution de 1 μm permet, par exemple, de générer un retard pompe-sonde avec une résolution de 3 fs.

La méthode hétérodyne utilise quant à elle deux lasers, aux taux de répétition légèrement différents, pour générer les trains des impulsions pompe et sonde. Ce léger battement crée alors un retard d'arrivée entre les impulsions pompe et sonde sur l'échantillon qui s'incrémente à chaque cycle.

Dans chacun des schémas, l'étude de la variation de réflectivité ou de transmission de la sonde par l'échantillon au cours du temps permet alors de reconstruire la réponse transitoire optique de ce dernier.

Chacune de ces deux méthodes possède ses avantages et ses inconvénients : la méthode homodyne ne nécessite l'emploi que d'un seul laser et est facile à mettre en œuvre. Cependant l'emploi d'un élément mécanique pour générer le retard pompe-sonde constitue son principal défaut : il est souvent à l'origine de désalignement ou de vibrations qui détériorent la qualité des signaux enregistrés ou qui introduisent des biais de mesure. De plus, la ligne à retard est l'élément qui limite la vitesse d'acquisition. Il est très mal adapté à l'étude de réponses transitoires longues (> 1 ns) : dans ce cas, il

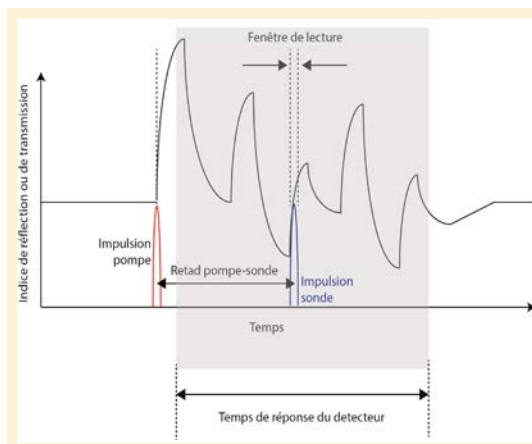


Figure 1. Principe de l'échantillonnage optique. Le temps de réponse du photodétecteur, en gris, ne permet pas de résoudre temporellement un signal optique. Pour contrer ce problème, l'échantillon est excité périodiquement par l'impulsion pompe et à chaque excitation, un seul échantillon de sa réponse est enregistré à l'aide d'une impulsion ultrabrève : l'impulsion sonde. La réponse optique de l'échantillon peut alors être reconstruite en étudiant la réflexion de la sonde pour différents retards pompe-sonde.



Optical metrology applications



Adaptive optics for laser beam control



Solutions for X/EUV applications

Contact us for more details:
contact@imagine-optic.com
 or +33 1 64 86 15 60

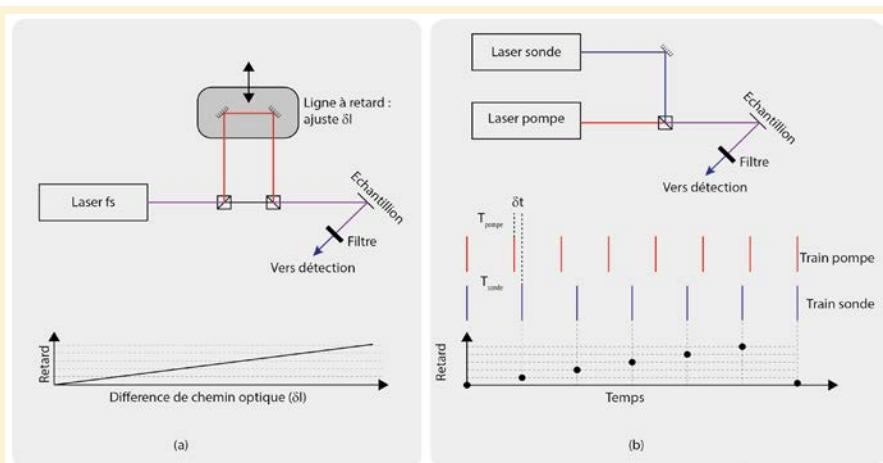


Figure 2. Principe de la génération du retard pompe-sonde dans un schéma homodyne (a) et hétérodyne (b). Le principe est de retarder les arrivées des impulsions sondes par rapport aux impulsions pompe sur l'échantillon étudié. Dans le cas d'un schéma homodyne ce retard est ajusté à l'aide d'une translation. Dans un montage hétérodyne, c'est la période de battement entre les deux cavités qui est à l'origine du retard pompe-sonde.

peut conduire à des temps de mesure qui peuvent facilement atteindre plusieurs heures. La méthode hétérodyne est plus complexe à mettre en œuvre et nécessite de synchroniser les cavités lasers en termes de taux de répétition afin de minimiser les incertitudes sur le retard pompe-sonde. Cependant, l'utilisation de schémas sans élément mécanique permet de minimiser les biais de mesure et d'augmenter la vitesse d'acquisition, ce qui rend cette technique particulièrement bien adaptée à l'imagerie.

La forme des signaux en acoustique picoseconde

Les matériaux opaques

Dans un matériau opaque, la sonde ne pénètre dans l'échantillon que sur une profondeur de quelques nanomètres. Elle ne peut donc être perturbée par l'onde acoustique que lorsque cette dernière se trouve au voisinage de la surface libre de l'échantillon. Ce principe a donné naissance à la famille de mesure dite du pulse-écho : à la manière d'un sonar marin, une onde de volume est générée à la surface d'un échantillon opaque. Cette dernière se propage en volume jusqu'à ce qu'elle rencontre une interface par laquelle elle est partiellement réfléchie vers la surface de l'échantillon où elle est détectée par la sonde. L'étude du temps séparant deux

détections d'onde acoustique renseigne sur l'épaisseur de la couche traversée. Une étude plus poussée de la forme des ondes, permet de tirer des informations supplémentaires comme la qualité d'adhésion par exemple.

Matériaux transparents

Dans un matériau transparent, la sonde interagit avec l'onde acoustique sur de grandes distances. Le champ de contrainte créé par l'onde acoustique, à l'origine d'une variation locale de l'indice optique du matériau par couplage photoélastique, est à l'origine d'une réflexion partielle du faisceau sonde. Ce faisceau est aussi partiellement réfléchi par les interfaces physiques qui composent l'échantillon (interface entre deux couches, surfaces...). Le déplacement de l'onde acoustique crée alors un déphasage entre les différents faisceaux optiques

réfléchis, créant des interférences successivement constructives puis destructives. Ceci se manifeste alors par l'apparition d'oscillations, les oscillations Brillouin, dont la fréquence dépend de la nature du matériau étudié.

Quelques exemples d'applications

Dans le milieu de la recherche, l'acoustique picoseconde permet de caractériser la topographie et les propriétés élastiques de couches minces métalliques ou diélectriques. Elle permet aussi de quantifier la qualité des matériaux, comme des verres, en y étudiant l'atténuation des ondes acoustiques qui s'y propagent. L'acoustique picoseconde permet aussi d'étudier les modes propres de structures nanométriques, afin d'en déduire des informations relatives à leurs propriétés intrinsèques ou à leurs propriétés de couplage avec leur environnement comme l'illustrent les figures 3(a) et (b). Des chercheurs tentent par exemple de quantifier l'adhésion de nanoparticules lorsque celles-ci sont posées sur un substrat, pour connaître avec exactitude l'énergie nécessaire à leur manipulation. Dans le cadre de structures périodiques, comme des super-réseaux, l'étude des modes acoustiques permet de caractériser la période du réseau ou le nombre des couches qui le composent.

Dans le domaine industriel, dès que les sources lasers ultrabrèves ont été assez fiables pour pouvoir intégrer des chaînes de contrôle en ligne dans l'industrie du semiconducteur, l'acoustique picoseconde a été utilisée pour mesurer l'épaisseur de couches minces métalliques chez les fondeurs



Figure 3. Instrumentation commerciale : (a) le METAPULSE de Rudolphe technologies, (b) l'APICTOOL de Menapic et (c) le JAX de Neta.

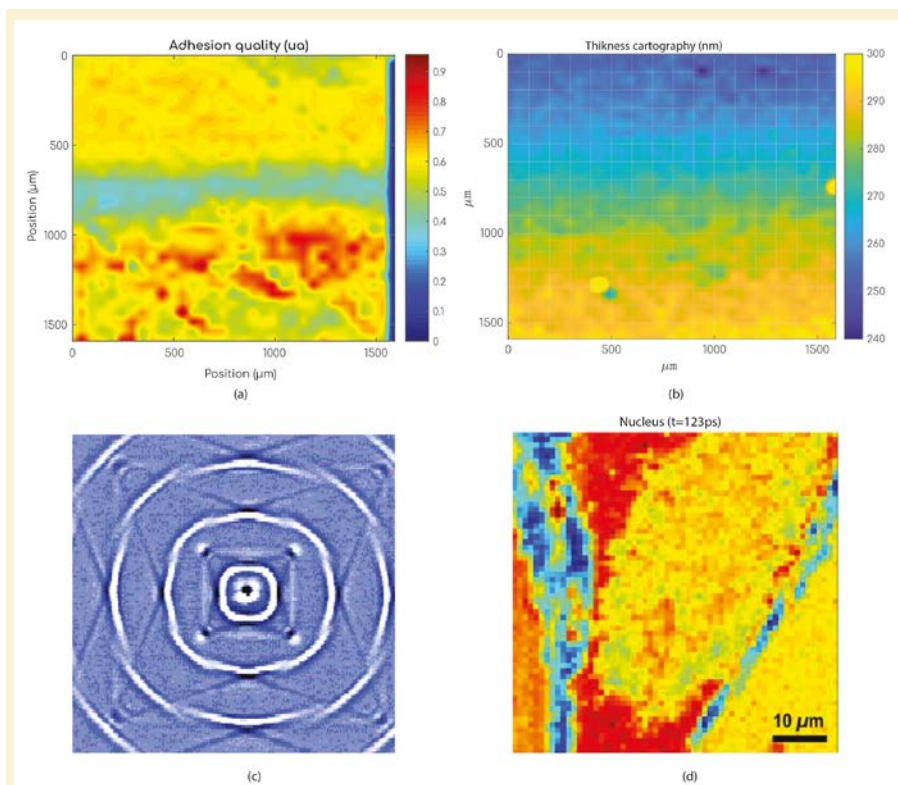


Figure 4. Quelques exemples d'application en acoustique picoseconde. Estimations de la qualité d'adhésion d'une couche mince avec son substrat (a) et mesure de l'épaisseur d'une couche mince (b) [source Neta]. (c) Surface de lenteur sur une couche mince [source Laboratory of Applied Solid State Physics, université d'Hokkaido]. (d) Image acoustique d'une cellule [source Institut de Mécanique et d'Ingénierie, université de Bordeaux].

de wafers. Aujourd'hui, l'acoustique picoseconde permet aussi de contrôler les contraintes résiduelles au contact de deux couches minces collées ensemble ou la qualité d'adhésion entre deux couches minces.

À noter aussi quelques « nouvelles » applications prometteuses, comme l'imagerie de structures biologiques, initiée par le Pr Bernard Audoin de l'i2m (université de Bordeaux). La finalité est de réaliser des échographies à l'échelle sub-cellulaire comme celle illustrée sur la figure 3(d) pour mieux comprendre le fonctionnement de ces cellules ou pouvoir diagnostiquer certaines maladies à un stade plus précoce.

Instrumentation commerciale

Aujourd'hui, trois acteurs proposent des instruments pour réaliser les mesures en acoustique picoseconde.

Historiquement, c'est l'américain Rudolph Technologies qui a été le premier à proposer un instrument

pour le contrôle en ligne des épaisseurs de couche mince : le Metapulse. Très spécialisée, cette société adresse ses outils aux fondeurs électroniques. Basés sur le principe de l'échantillonnage homodyne, ces instruments permettent de mesurer en quelques points localisés, les épaisseurs des différentes couches d'un wafer afin de le valider ou de le rejeter en production. Menapic, société lilloise, propose quant à elle des solutions, toujours homodynes, mais basées sur l'acoustique picoseconde colorée. L'idée est alors d'utiliser des impulsions pompes et sondes accordables en longueur

d'onde afin d'optimiser les processus de génération et de détection des ondes acoustiques en fonction des matériaux étudiés. La société s'adresse aussi bien à l'industrie du verre, qu'à celle de l'électronique ou du photovoltaïque. Neta, Société bordelaise, articule quant à elle ses instruments autour de l'échantillonnage optique hétérodyne, et donc des mesures acoustiques en régime picoseconde ultra-rapide. Le JAX qu'elle propose est orienté vers l'imagerie acoustique et s'adresse au marché de la recherche, avec une gamme de produits reconfigurables, adaptée à l'industrie du semiconducteur, du photovoltaïque ou de l'imagerie cellulaire.

Défis et perspectives

L'acoustique picoseconde permet d'amener les techniques de contrôle et d'imagerie associées à l'acoustique aux échelles nanométriques. Les équations permettant de calculer les propriétés mécaniques des matériaux étudiés, grâce à l'observation de la propagation des ondes acoustiques picoseconde restent les mêmes qu'aux échelles macroscopiques. Seules les méthodes de génération et de détection de ces ondes changent.

Originellement complexe à mettre en œuvre car nécessitant l'utilisation de sources lasers ultrabrèves, la technique est restée longtemps cantonnée aux laboratoires d'acoustique ayant la double culture acoustique/laser. L'apparition récente d'instruments clef-en-main permettra sans doute de populariser la méthode dans les années à venir. Car comme à l'échelle macroscopique, les applications et les avantages sont innombrables.

POUR EN SAVOIR PLUS

- [1] Thomsen, C.; Strait, J.; Vardeny, Z.; Maris, H.J.; Tauc, J. & Hauser, J.J. Coherent phonon generation and detection by picosecond light pulses. *Phys. Rev. Lett.* **53**, 1984, 989-992
- [2] <https://www.nobelprize.org/prizes/chemistry/1999/summary/>
- [3] Elzinga, P.A.; Lytle, F.E.; Jian, Y.; King, G.B. & Laurendeau, N.M. Pump/Probe Spectroscopy by Asynchronous Optical Sampling. *Applied Spectroscopy* **41**, 1987, 2-4
- [4] www.neta-tech.com, www.rudolphptech.com, www.menapic.com
- [5] Quelques laboratoires : www.i2m.u-bordeaux.fr, www.loma.fr, www.laum.univ-lemans.fr, www.iemn.fr, www.insp.jussieu.fr, www.femto-st.fr