

# CFA/VISHNO 2016

## Caractérisation ultrasonore du silicium poreux par méthode ultrasonore

J. Bustillo, L. Blanc, J. Fortineau et G. Gautier  
GREMAN UMR 7347, rue de la chocolaterie, 41034 Blois, France  
[julien.bustillo@univ-tours.fr](mailto:julien.bustillo@univ-tours.fr)



LE MANS

Le silicium poreux est devenu un matériau largement utilisé en microélectronique, comme par exemple en tant que couche sensible pour les capteurs ou l'intégration de composants passifs. Bien que les méthodes de fabrication soient aujourd'hui de mieux en mieux maîtrisées, la détermination des paramètres du silicium poreux tels que la porosité ou la profondeur de gravure sont encore limitées. Afin de pouvoir contrôler ces paramètres de façon non destructive, les méthodes ultrasonores semblent prometteuses grâce à la relation forte entre porosité et caractéristiques mécaniques, et donc acoustiques. La méthode ultrasonore utilisée pour caractériser les échantillons de silicium poreux est l'insertion-substitution, afin de corriger l'atténuation ainsi que la diffraction dans le fluide utilisé pour transmettre les ondes. Les épaisseurs de gravure étant faibles devant les longueurs d'onde classiquement utilisées, de nombreux recouvrements de signaux apparaissent, rendant difficile la mesure directe des temps de vol dans la couche poreuse. Afin de remédier à ce problème, une étude des résonances du spectre de transmission est proposée dans ce travail. Une résolution par problème inverse est alors utilisée pour retrouver les paramètres acoustiques et géométriques de l'échantillon. Un modèle de propagation unidimensionnel est implémenté afin de calculer les coefficients de transmission théoriques à travers l'échantillon. Une optimisation des paramètres de la couche poreuse du modèle est effectuée en utilisant un algorithme génétique afin d'obtenir la porosité et la profondeur du silicium poreux. Les valeurs de porosité et d'épaisseur obtenues grâce à la méthode ultrasonore sont comparées aux valeurs mesurées par méthodes destructives. Une bonne adéquation est observée, avec un écart de moins de 5% pour la porosité et de 10% pour l'épaisseur, correspondant à moins de 3% de la longueur d'onde.

## 1 Introduction

Le silicium poreux est devenu un matériau utilisé dans de nombreuses applications. En effet, il est maintenant utilisé aussi bien en tant que couche de passivation en microélectronique [1], comme couche sensible pour les capteurs [2] ou en médecine [3]. La richesse de ces applications tient au fait que la fabrication du silicium poreux est maintenant maîtrisée et il est possible de moduler la forme des pores selon les paramètres de gravure.

Cependant, la plupart des méthodes de caractérisation du silicium poreux sont encore destructives ou limitées [4, 5, 6, 7, 8], ce qui restreint l'utilisation du silicium poreux dans les applications où une forte répétabilité et un bon contrôle des caractéristiques est nécessaire. Pour pallier à ce problème, des travaux ont été initiés sur la caractérisation ultrasonore du silicium poreux [9, 10].

En effet, les méthodes de caractérisation ultrasonores permettent de remonter aux constantes mécaniques du matériau étudié. Cela est utilisé dans de nombreux domaines, tels que les capteurs [11] ou l'évaluation non destructive des matériaux complexes [12]. La variation des constantes mécaniques induite par la gravure électrochimique du silicium est dans notre étude utilisée afin de remonter aux caractéristiques de la couche poreuse (épaisseur, porosité).

La faible épaisseur des plaquettes de silicium et de la couche poreuse ne peuvent pas permettre une séparation des échos ultrasonores dans les gammes de transducteurs fréquemment utilisés (1-20 MHz). Les signaux temporels présentent donc de nombreux recouvrements, rendant difficile l'analyse directe des signaux. Des méthodes temporelles basées sur la déconvolution ou l'optimisation multi-modale existent mais nécessitent une estimation initiale des paramètres à rechercher [13, 14]. Dans le cas de matériaux pouvant présenter de fortes variations, tels que le silicium poreux, cette approche devient complexe et peut amener à des erreurs dues à des convergences locales.

Dans ce travail, une méthode de caractérisation basée sur un algorithme génétique est proposée afin de limiter l'impact des conditions initiales sur le résultat final. La modélisation de la couche poreuse est basée sur le modèle de Biot et l'optimisation est faite dans le domaine fréquentiel sur les spectres de transmission. Les mesures ont été effectuées

grâce à la méthode d'insertion substitution, en utilisant de l'eau comme fluide de référence, afin d'obtenir une mesure absolue du spectre de transmission.

Une étape de vérification de la convergence de l'algorithme est effectuée sur des plaques d'aluminium. Cette étape permet aussi de déterminer la précision de la mesure et du modèle et donc de choisir le nombre optimal de générations à effectuer.

Des mesures ont ensuite été effectuées sur des échantillons de silicium poreux afin de déterminer, sans connaissance à priori, l'épaisseur et la porosité des différentes couches poreuses. Les résultats obtenus ont permis de montrer que cette méthode semble être prometteuse pour mesurer les caractéristiques de la couche poreuse de manière non destructive.

## 2 Matériaux

Le silicium poreux est un matériau qui est de plus en plus utilisé dans des domaines aussi variés que la microélectronique, la médecine, la cosmétique ou les explosifs. En effet, sa surface active importante, sa fonctionnalisation aisée, sa fabrication assez simple et sa forte tunabilité ont permis à ce matériaux de conquérir de nombreux domaines.

Les plaquettes de silicium utilisées dans cette étude sont dopés p (10-50 mΩ.cm), ont une orientation (100) et une épaisseur de 700 μm. La couche poreuse est gravée par anodisation galvanostatique dans une cuve à double réservoir. La solution utilisée pour la gravure est un mélange d'acide fluorhydrique (50%), d'acide acétique et d'eau (4.6 :2.1 :1.5). La gravure est faite en mode pulsé (2s-5s) afin de permettre une meilleure homogénéisation de la concentration d'acide fluorhydrique.

Les conditions de gravure conditionnent fortement la vitesse de gravure et la porosité du silicium poreux. Les paramètres de gravures des différents échantillons sont rappelés au tableau 1. Avec ces conditions expérimentales, le silicium poreux obtenu est de forme mésoporeuse (avec un diamètre moyen de pore de 20 nm) et présente des épaisseurs comprises entre 40 et 130 μm [15]. La figure 1 montre un exemple de coupe du silicium poreux au microscope

électronique à balayage.

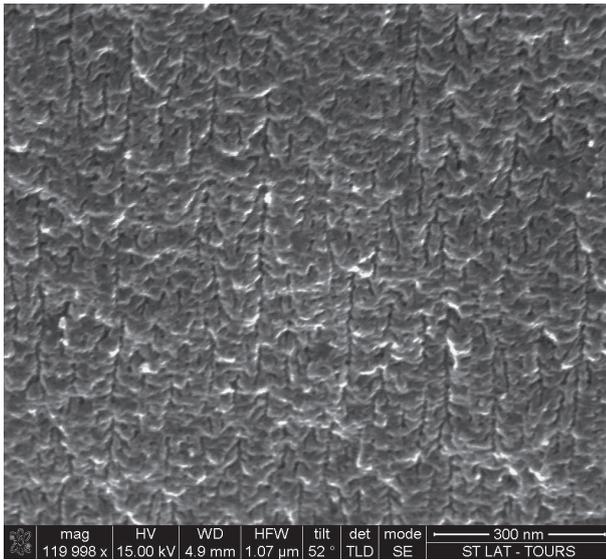


FIGURE 1 – Coupe d'une couche de silicium mésoporeux (type n fortement dopé) observée au microscope électronique à balayage.

Les porosités et les épaisseurs de la couche poreuse sont déterminées de façon destructive après la mesure ultrasonore afin d'obtenir une référence. Les mesures de porosité sont effectuées par méthode gravimétrique et les mesures d'épaisseur au microscope optique.

TABLEAU 1 – Propriétés des couches poreuses et conditions de gravures des échantillons.

	Numéro d'échantillon					
	1	2	3	4	5	6
épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	115	81	41	108	125	130
porosité (%)	41	38	37	44	37	34
durée de gravure (min)	30	20	10	20	45	75
densité de courant ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )	42	42	42	80	30	15

### 3 Modélisation

#### 3.1 Propagation dans un milieu poreux

La propagation dans un milieu poreux dépend des caractéristiques acoustiques de la phase fluide et de la phase solide. La porosité  $\phi$  d'un milieu est définie comme étant le ratio du volume de fluide ( $V_f$ ) sur le volume total  $V$  :

$$\phi = \frac{V_f}{V} \quad (1)$$

Le modèle de Biot [16, 17] permet de lier les déplacements dans la phase solide ( $u$ ) et dans la phase fluide ( $U$ ) en tenant compte du couplage :

$$\begin{cases} \rho_{11} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + \rho_{12} \frac{\partial^2 U}{\partial t^2} = P \nabla(\nabla \cdot u) + Q \nabla(\nabla \cdot U) - N \nabla(\nabla \wedge u) \\ \rho_{12} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + \rho_{22} \frac{\partial^2 U}{\partial t^2} = Q \nabla(\nabla \cdot u) + R \nabla(\nabla \cdot U) \end{cases} \quad (2)$$

$$\begin{cases} \rho_{11} = (1 - \phi)\rho_s - \rho_{12} \\ \rho_{22} = \phi\rho_f - \rho_{12} \\ \rho_{12} = -\rho_f(\alpha(\omega) - 1) \end{cases} \quad (3)$$

où  $\rho_{11}$ ,  $\rho_{12}$  et  $\rho_{22}$  sont des masses volumiques prenant en compte le couplage ainsi que les masses volumiques du fluide et du solide.  $\rho_{12}$  prend de plus en paramètre  $\alpha(\omega)$  qui est la perméabilité dynamique de la matrice [18].

P, Q et R sont des paramètres mécaniques prenant en compte le couplage présent entre la phase fluide et la phase solide. Ils prennent en paramètre les constantes mécaniques du fluide, du solide mais aussi de la matrice. Dans le cadre de ce travail, ces paramètres ont été estimés grâce à la méthode Differential Effective Method (DEM) [19]. Une fois les paramètres P, Q et R estimés, il devient possible de déterminer les vitesses des ondes longitudinales :

$$V_L^2 = \frac{\Delta \pm \sqrt{\Delta^2 - 4(\rho_{11}\rho_{22} - \rho_{12}^2)(PR - Q^2)}}{2(\rho_{11}\rho_{22} - \rho_{12}^2)} \quad (4)$$

$$\Delta = P\phi_{22} + R\phi_{11} - 2Q\phi_{12} \quad (5)$$

Cette équation admet deux solutions positives, amenant à l'existence de deux ondes longitudinales au sein du matériau poreux, une dite rapide et une dite lente.

Les simulations ont été comparées aux mesures effectuées par Da Fonseca sur le même type de silicium poreux grâce à un microscope acoustique [20]. Une très bonne adéquation entre mesures et simulation a été montrée à 600 MHz (fréquence centrale du transducteur), permettant de valider le modèle poroélastique. En prenant une fréquence centrale de 20 MHz, il a été montré que la vitesse de l'onde lente devient faible (moins de 100 m/s), ne permettant pas son acquisition sur le dispositif actuel. Il a donc été choisi de négliger l'onde lente et de ne prendre compte que de l'onde rapide dans la simulation.

Lors de l'inversion du modèle, la vitesse de l'onde longitudinale rapide devra être calculée pour chaque individu à chaque itération. Afin de limiter le temps de calcul lors de l'optimisation, cette vitesse est donc estimée selon une loi puissance :

$$c_p = (c_s - c_w)(1 - \phi)^{1.35} + c_w \quad (6)$$

#### 3.2 Calcul du spectre de transmission

Le modèle de propagation est basé sur l'hypothèse que l'onde se propage selon une unique direction, normale aux différentes interfaces. Etant donné que les diamètres de pores sont environ 3 ordres de grandeurs plus petits que les longueurs d'ondes traversant le milieu poreux, il sera considéré comme un milieu homogène et peu dispersif.

En supposant de petites déformations, la vitesse acoustique peut se décomposer en deux potentiels : où  $\phi$  est un potentiel scalaire et  $\psi$  est un potentiel vectoriel, correspondant respectivement aux ondes longitudinales et de cisaillement :

$$u = \nabla\phi + \nabla \wedge \psi \quad (7)$$

avec

$$\begin{cases} \phi = \left[ a_+^L e^{jk_z^L z} + a_-^L e^{-jk_z^L z} \right] e^{-j\omega t} \\ \psi = \left[ a_+^S e^{jk_z^S z} + a_-^S e^{-jk_z^S z} \right] e^{-j\omega t} \end{cases} \quad (8)$$

où  $a_-^u$  est l'onde réfléchiée et  $a_+^u$  l'onde incidente,  $k_z^U$  est le nombre d'onde associé au mode U, qui peut être longitudinal (L) ou de cisaillement (S), et  $\omega$  est la pulsation.

Dans le cas d'un milieu solide entouré de milieu fluide et attaqué par un faisceau ultrasonore en incidence normale, il ne peut y avoir d'onde de cisaillement qui se propage. Ainsi le potentiel vectoriel  $\psi$  devient nul.

En utilisant les paramètres acoustiques de chaque couche (vitesse longitudinale, atténuation, densité, épaisseur), il devient alors possible de calculer la propagation des ondes dans chaque couche. En prenant en compte les conditions au niveau des interfaces, l'onde transmise au travers de l'échantillon ( $A_t$ ) et celle réfléchiée ( $A_r$ ) peuvent être déterminées selon l'amplitude de l'onde incidente  $A_i$  [21]. Ainsi le coefficient de transmission théorique  $T_{theo}$  peut être calculé :

$$T_{theo} = \frac{A_t}{A_i} \quad (9)$$

## 4 Stratégie d'optimisation

Afin de permettre l'optimisation des paramètres de la couche poreuse, le spectre théorique est comparé au spectre mesuré en utilisant un algorithme génétique.

En effet, l'espace des solutions de ce système présente de nombreux minima locaux, rendant difficile l'utilisation des algorithmes couramment utilisés tels que le simplexe ou la méthode du gradient. L'algorithme génétique est peu sensible aux valeurs initiales et converge vers le minimum global s'il est correctement paramétré [22].

La plupart des algorithmes génétiques sont programmés avec des variables binaires à cause de la faible cardinalité de cet ensemble [23]. Cependant, la précision est dès lors limitée. Pour pallier à ce problème, des algorithmes génétiques basés sur des alphabets réels ont été proposés dans la littérature [24].

Bien que la solution obtenue par un algorithme génétique puisse être unique, sa valeur reste une approximation. Afin d'augmenter la précision de cette solution, un opérateur de mutation non monotone proposé par Michalewicz a été implémenté [25]. Ce paramètre prend en compte la maturation de la solution et diminue le domaine de recherche.

$$g^{k+1} = \begin{cases} g^k + \Delta(t, g_{max} - g^k) \\ g^k - \Delta(t, g^k - g_{min}) \end{cases} \quad (10)$$

$$\Delta(t, y) = y(1 - r^{(1-t/T)^b})$$

où  $T$  est le nombre total de génération,  $r$  un nombre aléatoire compris entre 0 et 1 et  $b$  un coefficient non linéaire permettant de moduler la convergence de l'espace de recherche.

La fonction de coût choisie est la distance entre les 2 spectres (théorique et mesuré) au sens des moindres carrés. La sélection est faite grâce à la méthode stochastique proposée par Baker [26]. De plus, les 2 meilleurs éléments

seront préservés afin de mettre en place une procédure d'élitisme.

## 5 Mesures

Les mesures sont effectuées en insertion substitution afin de permettre une mesure absolue des spectres de transmission. Pour cela, deux mesures sont effectuées : une sans l'échantillon et une avec l'échantillon. Grâce à la mesure sans échantillon, une référence prenant en compte les fonctions de transfert, la distance entre les transducteurs, l'atténuation dans le fluide (de l'eau ici) et les effets de diffraction peut être établie [27].

Le spectre de transmission  $T(f)$  sera défini comme le rapport de du spectre avec l'échantillon, nommé  $S(f)$ , et celui sans l'échantillon, nommé  $Ref(f)$ .

$$T(f) = \frac{S(f)}{Ref(f)} \quad (11)$$

Les transducteurs sont séparés par une distance de 8 cm et l'échantillon est placé à 4 cm de l'émetteur. L'excitation électrique est délivrée par un Agilent 33250A et les signaux sont acquis grâce à un oscilloscope Lecroy waveRunner 64XI. Les signaux sont moyennés 1024 fois afin de limiter le bruit. Aucun fenêtrage n'a été appliqué sur les signaux acquis.

Pour l'étape de validation, les mesures ont été effectués grâce à des transducteur ISL0303VHR ayant une fréquence centrale de 3,5 MHz. L'excitation est une impulsion carré d'une durée de 30 ns et d'amplitude 10 Vpp.

Pour les mesures sur les échantillons de silicium poreux, les mesures ont été effectués grâce à une paire de transducteurs ISL2002VHR ayant une fréquence centrale de 20 MHz. L'excitation est une impulsion carré d'une durée de 20 ns et d'amplitude 10 Vpp.

## 6 Validation

Afin de valider la méthode, des mesures sur des échantillons d'un matériau connu sont effectuées. Dans cette étude, deux plaques d'aluminium d'épaisseurs différentes (4 mm pour l'échantillon 1 et 1,45 mm pour l'échantillon 2) ont été sélectionnées. En effet, ce matériau est bien connu dans la littérature et les dimensions choisies pour ces échantillons permettent l'apparition de recouvrement dans l'échantillon 2. Les variables qui vont être optimisées par cette procédure d'inversion seront la masse volumique et la vitesse de l'onde longitudinale. Les intervalles de recherche pour ces paramètres sont fixés de 1000 à 8000, ce qui est très large, afin de permettre de tester la robustesse de cette méthode.

Le but de cette validation est d'étudier la convergence de la méthode d'optimisation et de vérifier que les valeurs obtenues sont proches des valeurs théoriques. Afin de permettre une bonne convergence de l'algorithme génétique, certains paramètres sont fixés selon les préconisations présentes dans la littérature [28]. Ainsi la population est fixée à 10 individus, avec un taux de mutation de 20% et un paramètre  $\beta$  à 1,4. La précision des valeurs retrouvées dépend alors du nombre de générations. Afin de fixer ce paramètre, une étude de la variation des solutions est étudiée en fonction du nombre de générations choisi. Pour cela,

l'optimisation est effectuée 500 fois avec le nombre de générations choisi et les valeurs du meilleur candidat sont sélectionnées.

Le tableau 2 permet de voir que l'écart type a tendance à diminuer avec le nombre de générations pour l'échantillon 1, comme cela peut être attendu, avec une très légère variation de la moyenne. Ce résultat dénote que l'algorithme génétique ne semble pas faire de convergence prématurée.

TABLEAU 2 – Convergence des paramètres estimés de l'échantillon 1 en fonction du nombre de générations.

	Nombre de générations		
	100	500	1000
Vitesse longitudinale ( $m/s$ )			
Moyenne	6366	6365	6365
Ecart-type	4.95	0.60	0.21
Densité ( $kg/m^3$ )			
Moyenne	2744	2764	2764
Ecart-type	51.5	3.7	1.2

La précision au bout de 500 générations est inférieure à l'erreur faite par rapport aux valeurs théoriques (tableau 3). Il n'est donc pas nécessaire de faire plus d'itérations.

Les spectres mesurés et théoriques après optimisation sont montrés à la figure 2. Le tableau 3 montre les résultats obtenus sur les 2 échantillons. L'erreur maximale entre les valeurs théoriques et les valeurs estimées pour la densité et la vitesse de l'onde longitudinale sont respectivement de l'ordre de 3,2% et 0,2%, ce qui montre une bonne précision du modèle.

TABLEAU 3 – Comparaison des paramètres estimés après 500 générations avec les valeurs usuelles de la littérature.

Echantillon	Vitesse longitudinale ( $m/s$ )	Densité ( $kg/m^3$ )
Théorique	6380	2700
Echantillon 1		
Moyenne	6365	2764
Erreur	0.2 %	2.4%
Echantillon 2		
Moyenne	6378	2787
Erreur	0.03 %	3.2%

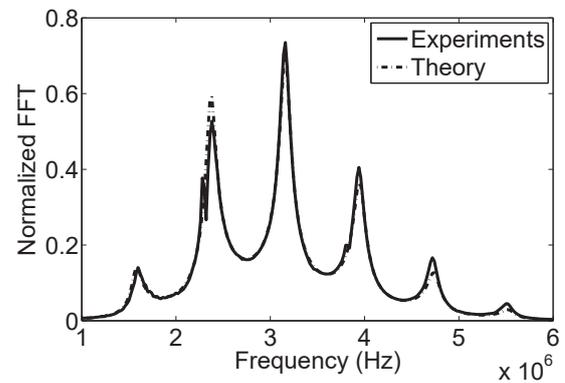


FIGURE 2 – Comparaison sur l'échantillon 1 des spectres de transmission mesuré (trait plein) et théorique (trait pointillé) après 500 générations.

## 7 Mesures sur les échantillons de silicium poreux

Lors des mesures sur les échantillons de silicium poreux, trois paramètres vont être optimisés : la masse volumique, l'épaisseur et la vitesse de l'onde longitudinale de la couche poreuse. Bien que nous ayons plus de paramètres à optimiser, la masse volumique et la vitesse de l'onde longitudinale sont connues à une porosité donnée, ce qui permet de diminuer le nombre d'inconnues à 2 : l'épaisseur et la porosité de la couche poreuse. La gamme pour les valeurs d'entrées de l'algorithme sont comprise entre 0 et 10000 pour la vitesse longitudinale et la densité et entre 0 et 700  $\mu m$  pour l'épaisseur de la couche poreuse.

Afin de vérifier que les mesures peuvent s'effectuer sur ces échantillons, une première estimation des paramètres d'une plaquette sans couche poreuse est effectuée. Les valeurs optimisées sont présentées au tableau 4. L'erreur observée au bout de 500 générations est de 0,04 % pour la densité et 0,8% pour la vitesse de l'onde longitudinale. Ces valeurs sont proches des valeurs observées lors de la phase de validation, ce qui permet de dire que cette méthode peut être utilisés sur des plaquettes de silicium.

TABLEAU 4 – Comparaison des valeurs estimées après 500 générations avec la littérature sur une plaquette de silicium non poreuse.

Paramètres	Densité ( $kg/m^3$ )	Vitesse longitudinale ( $m/s$ )
théorique	2330	8500
valeur estimée	2312	8430
erreur	0.04%	0.8 %

Les signaux acquis montrent de nombreux recouvrements à cause de la faible épaisseur de la couche poreuse par rapport à la longueur d'onde ultrasonore (estimée à 300  $\mu m$ ).

Les spectres de transmission optimisés sont comparés aux spectres théoriques à la figure 3. Il peut être remarqué une très bonne adéquation tant en amplitude (déterminant

pour les impédances acoustiques) que pour les pics de résonances (déterminant pour les vitesses et épaisseurs) entre les spectres théoriques et expérimentaux. Cela démontre une bonne convergence de l'algorithme génétique.

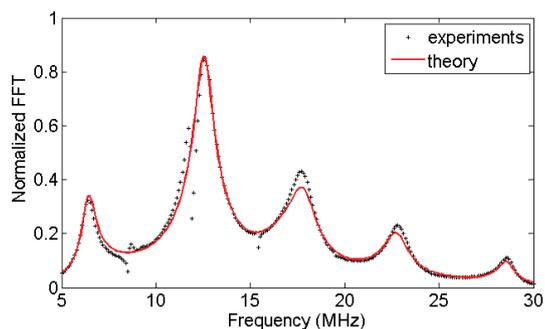


FIGURE 3 – Comparaison sur l'échantillon 4 des spectres de transmission mesuré (trait pointillé) et théorique (trait plein) après 500 générations.

Les valeurs estimées de l'épaisseur et de la porosité de la couche poreuse pour les différents échantillons sont données au tableau 5. La comparaison avec les épaisseurs obtenues de manière destructive montre une bonne adéquation, avec une erreur inférieure à  $11 \mu\text{m}$ , correspondant à 3% de la longueur d'onde dans la couche poreuse. Les porosités sont aussi cohérentes avec les valeurs retrouvées par méthode destructive. Cependant, une sous-estimation de la porosité peut être observée, due au fait qu'un gradient de porosité peut être présent au sein de la couche poreuse [29].

TABLEAU 5 – Valeurs estimées des paramètres de la couche poreuse pour les différents échantillons après 500 générations.

	Numéro d'échantillon					
	1	2	3	4	5	6
épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	121	89	37	97	114	119
porosité(%)	39	37	36	42	36	34

## 8 Conclusion

Au cours de ce travail, une méthode de caractérisation de l'épaisseur et de la porosité dans des couches poreuses minces a été proposée. Cette méthode s'appuie sur un modèle unidimensionnel de propagation des ondes dans les phases fluides, solides et poreuses permettant d'obtenir un spectre de transmission au travers de l'échantillon. Le milieu poreux a été décrit en prenant le modèle de Biot ainsi que les modifications apportées par JKD.

L'optimisation du problème inverse a été effectuée grâce à un algorithme génétique afin de permettre de s'affranchir de la présence de minima locaux dans l'espace des solutions. Cela a permis d'identifier les paramètres de porosité et d'épaisseur sans connaissance a priori des valeurs attendues.

La validation du modèle et de l'optimisation a été effectuée sur un matériau test, plus précisément de

l'aluminium. Cela a montré que la convergence de l'algorithme est optimale après 500 générations et que la précision du modèle est de l'ordre du pourcent d'erreur.

Les mesures effectuées sur les plaquettes de silicium poreux ont montré que cette méthode permet d'estimer de manière fiable l'épaisseur et la porosité des couches poreuses malgré le fort recouvrement temporel des signaux.

## Références

- [1] M. Capelle, J. Billoué, P. Poveda, and G. Gautier, "N-Type Porous Silicon Substrates for Integrated RF Inductors," vol. 58, no. 11, pp. 4111–4114, 2011.
- [2] S. Ozdemir and J. Gole, "The potential of porous silicon gas sensors," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 11, no. 5-6, pp. 92–100, 2007.
- [3] L. Cheng, E. Anglin, F. Cunin, D. Kim, M. J. Sailor, I. Falkenstein, A. Tammewar, and W. R. Freeman, "Intravitreal properties of porous silicon photonic crystals : a potential self-reporting intraocular drug-delivery vehicle," *British Journal of Ophthalmology*, vol. 92, pp. 705–711, May 2008.
- [4] D. Buttard, D. Bellet, G. Dolino, and T. Baumbach, "Thin layers and multilayers of porous silicon : X-ray diffraction investigation," *Journal of Applied Physics*, vol. 83, no. 11, p. 5814, 1998.
- [5] J. Sailor, *Porous Silicon in Practice : Preparation, Characterization and Applications*. Wiley, 2012.
- [6] E. P. Barrett, L. G. Joyner, and P. P. Halenda, "The Determination of Pore Volume and Area Distributions in Porous Substances. I. Computations from Nitrogen Isotherms," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 73, no. 1, pp. 373–380, 1951.
- [7] F. Ferrieu, A. Halimaoui, and D. Bensahel, "Optical characterisation of porous silicon layers by spectrometric ellipsometry in the 1.5–5 eV range," *Solid State Communications*, vol. 84, pp. 293–296, Oct. 1992.
- [8] D. B. Mawhinney, J. A. Glass, and J. T. Yates, "FTIR Study of the Oxidation of Porous Silicon," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 101, pp. 1202–1206, Feb. 1997.
- [9] J. Bustillo, J. Fortineau, G. Gautier, and M. Lethiecq, "Ultrasonic characterization of porous silicon using a genetic algorithm to solve the inverse problem," *NDT & E International*, Dec. 2013.
- [10] J. Bustillo, J. Fortineau, G. Gautier, and M. Lethiecq, "Ultrasonic characterization of electrochemically etched porous silicon," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 53, p. 060308, June 2014.
- [11] I. Gammoudi, L. Blanc, F. Moroté, C. Grauby-Heywang, C. Boissière, R. Kalfat, D. Rebière, T. Cohen-Bouhacina, and C. Dejous, "High sensitive mesoporous TiO<sub>2</sub>-coated love wave device for heavy metal detection.," *Biosensors & bioelectronics*, vol. 57, pp. 162–70, July 2014.

- [12] B. W. Drinkwater and P. D. Wilcox, "Ultrasonic arrays for non-destructive evaluation : A review," *NDT & E International*, vol. 39, pp. 525–541, Oct. 2006.
- [13] T. Pialucha and P. Cawley, "The detection of thin embedded layers using normal incidence ultrasound," *Ultrasonics*, vol. 32, pp. 431–440, Nov. 1994.
- [14] A. I. Lavrentyev, "Ultrasonic spectroscopy of imperfect contact interfaces between a layer and two solids," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 103, p. 657, Feb. 1998.
- [15] V. Lehmann, R. Stengl, and A. Luigart, "On the morphology and the electrochemical formation mechanism of mesoporous silicon," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 69–70, pp. 11–22, 2000.
- [16] M. A. Biot, "Theory of Propagation of Elastic Waves in a Fluid-Saturated Porous Solid. II. Higher Frequency Range," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 28, no. 2, p. 179, 1956.
- [17] M. A. Biot, "Theory of Propagation of Elastic Waves in a Fluid-Saturated Porous Solid. I. Low-Frequency Range," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 28, no. 2, p. 168, 1956.
- [18] D. L. Johnson, J. Koplik, and R. Dashen, "Theory of dynamic permeability and tortuosity in fluid-saturated porous media," *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 176, p. 379, Apr. 1987.
- [19] M. Cleary, S.-M. Lee, and I.-W. Chen, "Self-Consistent Techniques for Heterogeneous Media," *Journal of the Engineering Mechanics Division*, 1980.
- [20] R. J. Da Silva Camara Mauricio Da Fonseca and J. Attal, "Microcaractérisation élastique de matériaux poreux par signature acoustique = Elastic microcharacterization of porous materials by acoustic signature," 1995.
- [21] P. Cervenka and P. Challande, "A new efficient algorithm to compute the exact reflection and transmission factors for plane waves in layered absorbing media," *The Journal of the Acoustical Society of America*, 1991.
- [22] G. Rudolph, "Convergence Analysis of Canonical Genetic Algorithms," *IEEE Transactions on Neural Networks*, vol. 5, pp. 96–101, 1994.
- [23] D. E. Goldberg, *Genetic algorithms in search, optimization, and machine learning*. Artificial Intelligence, Addison-Wesley, 1989.
- [24] D. E. Goldberg, "Real-coded Genetic Algorithms, Virtual Alphabets, and Blocking," *Complex Systems*, vol. 5, pp. 139–167, 1990.
- [25] Z. Michalewicz, *Genetic Algorithms + Data Structures + Evolution Programs*. London, UK, UK : Springer-Verlag, 1996.
- [26] J. E. Baker, "Reducing bias and inefficiency in the selection algorithm," in *Proceedings of the Second International Conference on Genetic Algorithms on Genetic algorithms and their application*, (Hillsdale, NJ, USA), pp. 14–21, L. Erlbaum Associates Inc., 1987.
- [27] P. He, "Direct measurement of ultrasonic dispersion using a broadband transmission technique," *Ultrasonics*, vol. 37, pp. 67–70, Jan. 1999.
- [28] R. Haupt, "Optimum population size and mutation rate for a simple real genetic algorithm that optimizes array factors," in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium. Transmitting Waves of Progress to the Next Millennium. 2000 Digest. Held in conjunction with : USNC/URSI National Radio Science Meeting (Cat. No.00CH37118)*, vol. 2, pp. 1034–1037, IEEE.
- [29] S. E. Foss, P. Y. Y. Kan, and T. G. Finstad, "Single beam determination of porosity and etch rate in situ during etching of porous silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 97, no. 11, p. 114909, 2005.