

CFA '18 LE HAVRE ■ 23-27 avril 2018
14^{ème} Congrès Français d'Acoustique



**Contrôle de l'adhérence de films par ondes acoustiques de surface
générées et détectées par sources laser**

M. Robin, F. Jenot, M. Ouaftouh et M. Duquennoy

Univ. Valenciennes, CNRS, Univ. Lille, YNCREA, Centrale Lille, UMR 8520 - IEMN, DOAE, F-59313
Valenciennes, France

martin.robin@etu.univ-valenciennes.fr

L'utilisation d'ondes acoustiques pour le Contrôle Non Destructif de l'adhérence constitue un enjeu académique et industriel important. Dans ce contexte, les ondes de surface sont particulièrement bien adaptées puisqu'elles sont notamment sensibles aux conditions de contact entre un film et un substrat. En effet, sous certaines conditions, la dispersion de leurs vitesses de propagation est directement influencée par le niveau d'adhérence des éléments de la structure. Le plus souvent, les assemblages étudiés nécessitent la présence d'une couche de colle dont l'épaisseur non uniforme et les caractéristiques élastiques mal maîtrisées nuisent à l'interprétation des résultats. Afin de s'affranchir de ces problèmes, les films transparents utilisés sont placés en contact direct avec le substrat. Ils peuvent présenter une face adhésive mettant notamment en jeu au niveau de l'interface des phénomènes électrostatiques. Les études menées exploitent la méthode Ultrasons-Laser qui présente les avantages de permettre l'excitation et la détection sans contact des ondes considérées dans une large gamme de fréquences. Les résultats théoriques et expérimentaux exposés concernent les effets des conditions de contact sur la dispersion des modes de surface de type Rayleigh. Nous montrons clairement l'influence des variations de l'adhérence sur les modes générés dans le cas particulier d'une excitation localisée à l'interface.

1 Introduction

Le contrôle de l'adhérence des couches minces est une problématique actuelle importante. En effet, ce type de revêtement est utilisé dans de nombreux domaines industriels pour venir recouvrir un substrat et modifier les propriétés de sa surface [1]. La durée de vie de ces couches est très souvent limitée par leur adhérence, c'est pourquoi, il est intéressant de pouvoir contrôler et évaluer la qualité de l'interface entre un revêtement et son substrat de manière non-destructive. Dans ce contexte, les ondes acoustiques de surface sont utilisées car elles permettent de sonder une large portion de l'échantillon et sont sensibles aux conditions de contact entre les matériaux. Pour générer et détecter ces ondes, la méthode Ultrasons-Laser est ici privilégiée notamment pour les avantages procurés par une génération et une détection sans contact. Il existe dans la littérature un certain nombre d'études se concentrant sur l'influence de l'adhérence sur la propagation des ondes de surface et guidées par Ultrasons-Laser, mais assez peu concernent en définitif les revêtements minces [1-7].

Dans le cas d'une structure couche mince sur substrat, les ondes de surface de type Rayleigh deviennent alors des ondes modales dispersives puisque leur propagation est plus ou moins influencée par la présence du revêtement à la surface du substrat selon les longueurs d'onde considérées. Les courbes de dispersion de ces ondes peuvent être calculées grâce à la méthode des matrices de transfert de Thomson et Haskell [8,9].

Afin de traduire l'influence des conditions de contact sur la propagation des ondes acoustiques, le modèle dit des « sauts de déplacement » est le plus utilisé dans la littérature. Celui-ci consiste à modéliser l'interface entre deux milieux par une très fine couche d'épaisseur négligeable dont les caractéristiques mécaniques déterminent la force du lien existant entre les deux matériaux. Du fait de la très faible épaisseur de la couche au vu des longueurs d'onde considérées, il est alors possible de simplement la représenter par une raideur normale K_n et une raideur tangentielle K_t qui viennent insérer une discontinuité des déplacements particuliers normaux et tangentiels dans les conditions aux limites à l'interface entre les deux milieux [10,11]. La différence entre les valeurs des déplacements particuliers est alors proportionnelle à la valeur de la contrainte à l'interface divisée par la raideur introduite précédemment. Il est alors possible de modifier les conditions aux limites en introduisant cette différence dans la méthode des matrices de transfert. L'influence des conditions de contact sur les

courbes de dispersion des modes de Rayleigh se propageant dans la structure couche sur substrat est ainsi prise en compte.

Malheureusement, les fluctuations d'épaisseur du revêtement mince peuvent influencer sur les courbes de dispersion d'une manière similaire à de faibles modifications de l'adhérence. Dans certains cas, il est alors difficile de statuer sur l'origine du phénomène observé. De même, la présence d'une couche de colle à l'interface dont l'épaisseur et la répartition ne sont pas toujours maîtrisées peuvent apporter des incertitudes quant aux phénomènes physiques à l'origine des résultats obtenus.

Pour s'affranchir de cette contrainte, des films en poly(téréphtalate d'éthylène) (PET) relativement épais mais possédant une épaisseur très peu fluctuante (épaisseur moyenne de $125 \mu m$ avec des variations de 2%) ont été utilisés. Ils possèdent une fine couche d'adhésif solide permettant de les décoller et de les repositionner plusieurs fois sans laisser de résidus à la surface du substrat en aluminium. Ces films présentent de plus l'avantage d'être transparents à la lumière visible. Le faisceau source considéré possède une longueur d'onde de $532 nm$ et en conséquence la génération des ondes acoustiques se produit à l'interface entre le film et le substrat. La détection des ondes ultrasonores s'effectue sur le substrat auquel le film adhère en dehors de celui-ci. Lorsque la génération et la détection des ondes acoustiques sont réalisées à la surface d'une couche opaque, les phénomènes observés sont alors différents de ceux obtenus ici par simulations et expériences.

2 Résultats de simulations par éléments finis

2.1 Modèle analytique

Pour certaines combinaisons de matériaux, l'onde de surface se propageant dans la structure couche sur substrat est multimodale. C'est le cas pour un film de PET sur un substrat d'aluminium. En effet, la vitesse de l'onde transversale dans la couche c_T' divisée par la vitesse de l'onde transversale dans le substrat c_T est inférieure à $\frac{1}{\sqrt{2}}$. Les modes de Rayleigh alors obtenus ont une vitesse de phase qui décroît au fur et à mesure que la fréquence augmente [12].

Lorsque l'adhérence d'une telle structure se dégrade, les courbes de dispersion sont alors modifiées. Le modèle analytique prévoit deux solutions pour un décollement total de la couche par rapport au substrat : l'une des solutions est

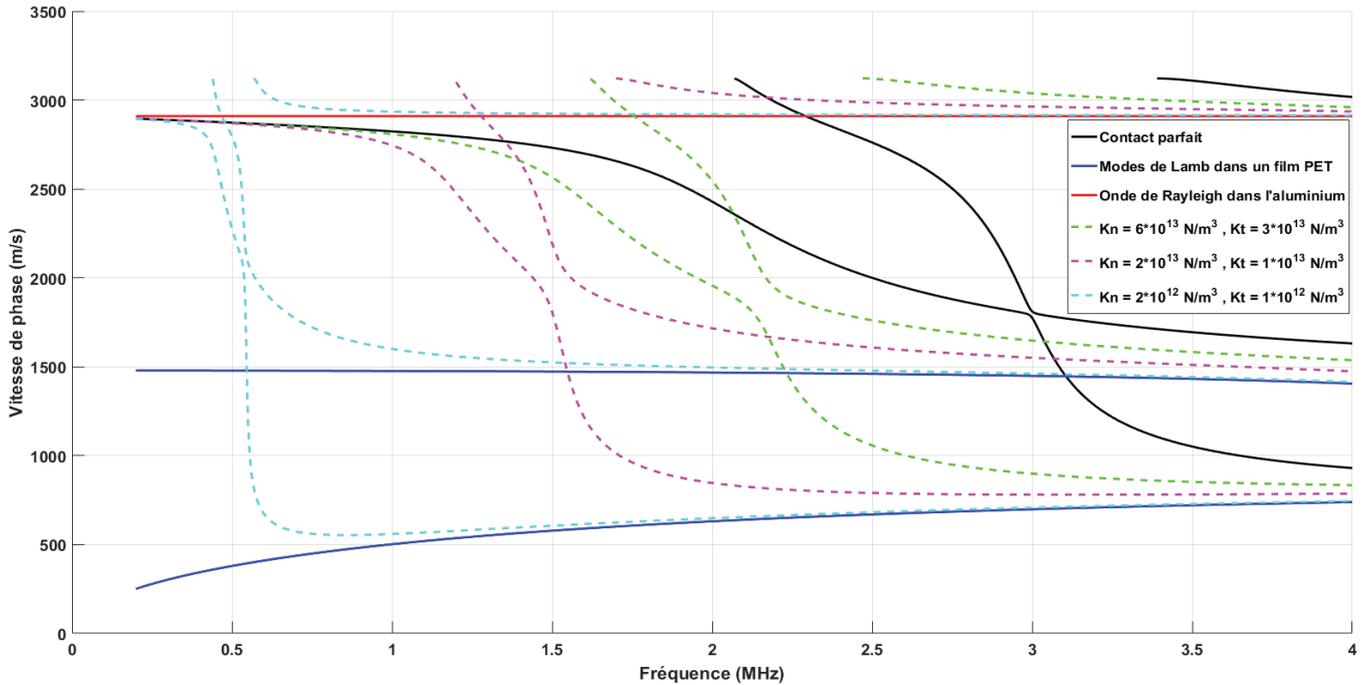


Figure 1 : Courbes de dispersion théoriques des modes de Rayleigh se propageant dans une structure film de PET sur substrat d'aluminium pour plusieurs conditions de contact. Les courbes en trait plein représentent les cas extrêmes (contact parfait et décollement total) et les courbes en traits discontinus représentent les cas d'adhérences intermédiaires.

composée des modes de Lamb se propageant dans la couche tandis que l'autre correspond à l'onde de Rayleigh se propageant à la surface du substrat. La Figure 1 représente ces solutions pour une couche de PET de $125 \mu\text{m}$ d'épaisseur déposée sur un substrat d'aluminium considéré comme semi-infini. Ces courbes sont obtenues via la méthode des matrices de transfert de Thomson et Haskell et le modèle des « sauts de déplacement » pour considérer l'influence de l'adhérence. Les valeurs des raideurs normale K_n et tangentielle K_t sont choisies de manière arbitraire.

Il s'avère qu'en théorie, les deux solutions coexistent. Les deux premiers modes de Rayleigh tendent vers les deux premiers modes de Lamb dans le film quand l'adhérence se dégrade, et le troisième mode de Rayleigh tend vers l'onde de Rayleigh dans le substrat. Il est intéressant de préciser que les modes de Rayleigh d'ordres supérieurs, non représentés ici par soucis de lisibilité, tendent vers les modes de Lamb d'ordres supérieurs lorsque les conditions de contact sont mauvaises.

En pratique, ces deux solutions ne peuvent pas coexister pour une position de génération et de détection donnée. Si la majorité de l'énergie acoustique se situe dans la couche et que la détection s'effectue sur celle-ci, seule une onde de Lamb pourra être observée. Si l'énergie est principalement localisée dans le substrat et que la détection s'effectue sur celui-ci, seule l'onde de Rayleigh sera détectée. Dans la littérature, la majorité des études se concentre sur une génération et une détection sur la couche. En effet, il est plus difficile de générer des ondes acoustiques à l'interface film – substrat.

2.2 Simulations par éléments finis

Pour simuler l'influence des positions de la source et de la détection, ce qui n'est pas pris en compte dans le modèle analytique, une simulation par éléments finis à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics a été réalisée. Un substrat d'aluminium recouvert d'un film en PET d'épaisseur

$125 \mu\text{m}$ est alors considéré. L'adhérence entre la couche et le substrat est modélisée par une très fine couche représentant l'interface entre les deux matériaux, dont l'épaisseur est ici choisie à $0,1 \mu\text{m}$ et dont les caractéristiques mécaniques vont traduire la force du lien qu'il existe entre la couche et le substrat.

Deux cas de figure sont envisagés : la source et la détection sont positionnées à l'interface sur le substrat ou la source et la détection sont positionnées sur la surface du film.

Dans ces deux cas, nous considérons que la génération des ondes acoustiques peut être modélisée par un dipôle de forces tangentielles à la surface du substrat (à l'interface) ou du film [13]. Cette approximation permet uniquement de comparer les résultats ainsi obtenus.

En négligeant la diffusion thermique dans le matériau, la distribution de température suit celle de l'intensité lumineuse absorbée par l'échantillon. Le dipôle de forces utilisé pour modéliser la génération laser possède alors une évolution temporelle du type [14] :

$$f(t) = \frac{t}{\tau^2} e^{-\frac{t}{\tau}}, \quad (1)$$

où τ est le temps de montée de l'impulsion laser.

Afin de mesurer le déplacement normal induit par le passage de l'onde, 201 sondes virtuelles, espacées de $50 \mu\text{m}$, sont placées à l'interface (première configuration) ou à la surface (deuxième configuration) de l'échantillon. Les courbes de dispersion en vitesse de phase des modes de Rayleigh se propageant dans une telle structure pour deux valeurs d'adhérence sont calculées. Ces courbes sont obtenues par une transformée de Fourier à 2 dimensions des signaux temporels fournis par chaque sonde.

2.3 Courbes de dispersion

Le Tableau 1 ci-dessous représente les valeurs des raideurs utilisées pour les simulations et relatives à un niveau d'adhérence.

Tableau 1 : Valeurs des raideurs utilisées en simulation.

Niveau d'adhérence	Raideur normale K_n ($N.m^{-3}$)	Raideur tangentielle K_t ($N.m^{-3}$)
Adhérence 1 (contact quasi-parfait)	2.10^{16}	1.10^{16}
Adhérence 2 (décollement quasi-total)	2	1

La Figure 2 représente les courbes de dispersion en vitesse de phase des modes de Rayleigh pour les 2 niveaux d'adhérence lorsque la génération et la détection s'effectuent à l'interface sur le substrat. La Figure 3 représente l'équivalent avec une génération et une détection situées à la surface du film. En trait plein noir sont tracées les courbes de dispersion calculées analytiquement et représentées sur la Figure 1. Le code couleur des Figures 2 et 3 correspond au module de la transformée de Fourier à 2 dimensions.

Comme le montrent les Figures 2 et 3, en mesurant le déplacement normal à l'interface et à la surface de l'échantillon, les modes observés ne sont pas les mêmes selon la localisation de la génération et de la détection. Le premier et le troisième mode sont principalement excités et détectés lorsque la source et la détection sont situées à l'interface (Figure 2). En revanche, lorsqu'elles sont localisées à la surface du film, ce sont les deux premiers modes qui sont principalement visibles sur les transformées de Fourier à 2 dimensions (Figure 3).

Lorsque l'adhérence est très faible, pour une génération à l'interface, la partie b) de la Figure 2 montre qu'un seul mode dont la vitesse de phase correspond à celle l'onde de Rayleigh dans le substrat est excité.

En revanche, lorsque la génération se situe à la surface du film, les ondes excitées correspondent alors aux modes de Lamb dans la couche (Figure 3).

D'après la Figure 1, il est donc possible de quantifier l'adhérence selon la progression du troisième mode de Rayleigh vers l'onde de Rayleigh dans le substrat pour une source acoustique localisée au niveau de l'interface. Lorsque la génération est située sur la surface de la couche, la progression des autres modes de Rayleigh vers les modes de Lamb dans le revêtement permet d'estimer la qualité du contact. Il est néanmoins important de noter que ces résultats concernent le cas où l'énergie lumineuse est absorbée majoritairement par le substrat du fait de la transparence de la couche. En générant à travers un substrat transparent sur une couche opaque, les ondes engendrées tendraient certainement vers les modes de Lamb dans la couche lorsque l'adhérence se dégrade.

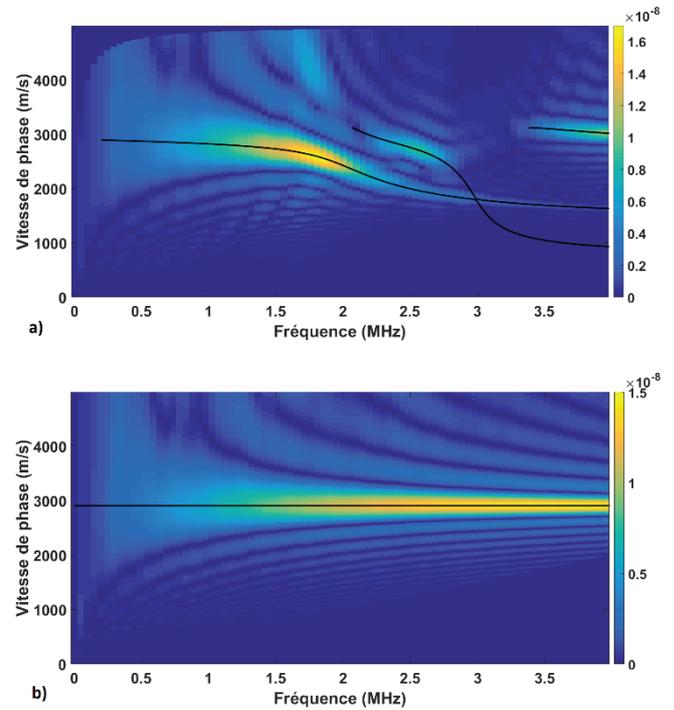


Figure 2 : Courbes de dispersion calculées par éléments finis. La génération et la détection se situent à l'interface film - substrat à la surface du substrat. Les courbes analytiques correspondantes sont représentées en noires. a) Niveau d'adhérence 1, b) Niveau d'adhérence 2. La courbe analytique du niveau d'adhérence 2 correspond à la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat d'aluminium.

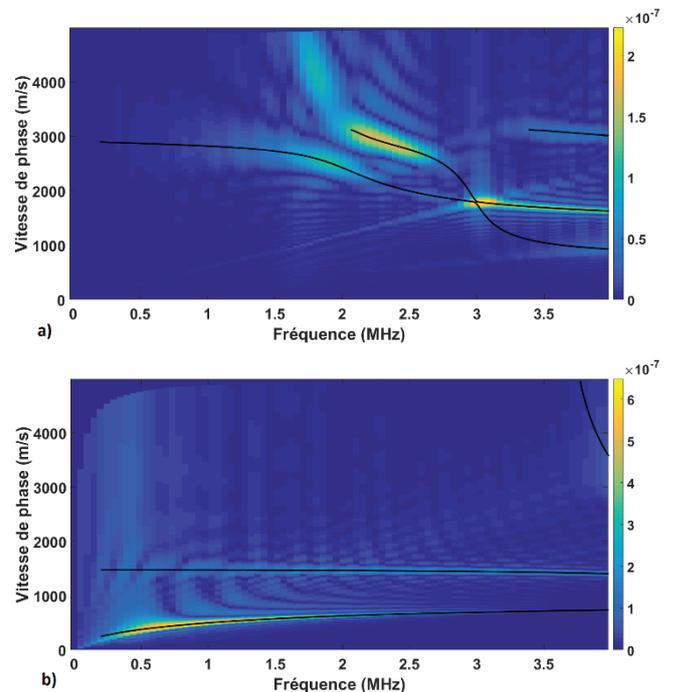


Figure 3 : Courbes de dispersion calculées par éléments finis. La génération et la détection se situent à la surface de la couche. Les courbes analytiques correspondantes sont représentées en noires. a) Niveau d'adhérence 1, b) Niveau d'adhérence 2. Les courbes analytiques du niveau d'adhérence 2 correspondent aux courbes de dispersion des ondes de Lamb dans la couche.

3 Validation expérimentale

3.1 Dispositif expérimental

Afin de confirmer les résultats obtenus par simulation, une série de mesures a été réalisée sur un film de PET apposé sur un substrat en aluminium. Le film utilisé possède une fine couche d'adhésif solide qui lui permet d'adhérer à un substrat relativement lisse. Il est possible de le décoller et de le repositionner plusieurs fois avant que l'adhésion n'opère plus, à cause de l'accumulation de poussières et impuretés sur la face adhésive du film. En effet, cette pollution empêche le contact nécessaire à l'adhérence, très vraisemblablement due aux forces de van der Waals. L'épaisseur moyenne est de $125 \mu\text{m} \pm 2\%$.

La Figure 4 représente un schéma du dispositif expérimental mis en œuvre. L'impulsion laser utilisée pour la génération est focalisée à travers le film sur le substrat. Une lentille cylindrique permet l'obtention d'une source ligne afin de maîtriser la direction de propagation de l'onde de Rayleigh. La détection s'effectue sur le substrat en dehors du film.

La génération des ultrasons est réalisée par un laser impulsionnel Nd:Yag doublé en fréquence avec une durée d'impulsion de quelques dizaines de ns et une fréquence de répétition de 10 Hz. La longueur d'onde du faisceau est de 532 nm. Le déplacement normal de la surface du substrat au passage de l'onde est mesuré par une sonde interférométrique SH-140 d'une puissance d'environ 100 mW.

Une pseudo-distribution de Wigner-Ville lissée est ensuite utilisée pour traiter les signaux et extraire les informations contenues dans le plan temps-fréquence.

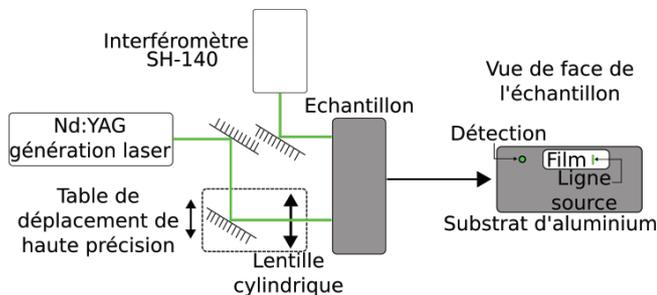


Figure 4 : Schéma du dispositif expérimental utilisé.

Afin d'obtenir une variation d'adhérence, de fines particules de téflon sont vaporisées sur le film. Le téflon étant un anti-adhérent, la surface de téflon présente à l'interface film-substrat vient donc modifier l'adhérence du film. Le film est décollé entre deux manipulations, le téflon y est déposé avant de venir repositionner le film sur le substrat en appliquant une force suffisante sur celui-ci pour assurer au mieux le contact entre les deux matériaux. Le film apposé sans téflon est donc considéré comme possédant une bonne adhérence et celui avec téflon comme possédant une mauvaise adhérence.

3.2 Résultats obtenus

Les Figures 5 et 6 ci-dessous représentent respectivement les signaux temporels et les pseudo-distributions de Wigner-Ville lissées obtenus pour les différentes configurations. Les signaux de la Figure 5 sont normalisés en amplitude. Le niveau d'adhérence indiqué en ordonné correspond à l'état

de surface : le niveau 1 correspond à la situation sans téflon, le niveau 2 à la situation avec téflon et le niveau 3 à l'onde de Rayleigh dans l'aluminium (pas de film, situation équivalente à un décollement total de la couche).

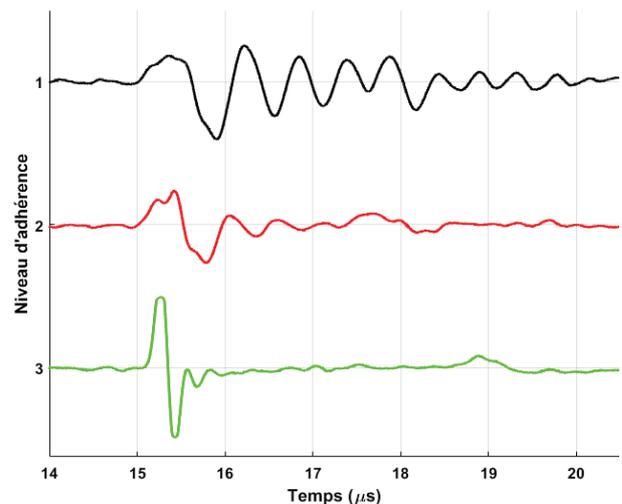


Figure 5 : Signaux temporels obtenus expérimentalement pour plusieurs niveaux d'adhérence (1 : bonne adhérence, 2 : mauvaise adhérence, 3 : onde de Rayleigh dans le substrat d'aluminium). Les signaux sont normalisés en amplitude.

Les signaux de la Figure 5 sont en bon accord avec les simulations. La présence de téflon à l'interface film-substrat fait tendre la forme du signal temporel vers celle de l'onde de Rayleigh dans le substrat.

La Figure 6 montre aussi que la dégradation de l'adhérence a pour effet de faire tendre les modes de Rayleigh excités vers l'onde de Rayleigh dans l'aluminium (partie notée c) sur la Figure 6). Cela confirme les résultats obtenus en simulation. On peut supposer que les composantes comportant le plus d'énergie sur la partie a) de la Figure 6 correspondent au premier mode de Rayleigh visible sur la partie a) de la Figure 2. La partie b) de la Figure 6 montre que l'onde obtenue est nettement moins dispersive et que les temps d'arrivée des différentes composantes fréquentielles tendent légèrement vers ceux de l'onde de Rayleigh.

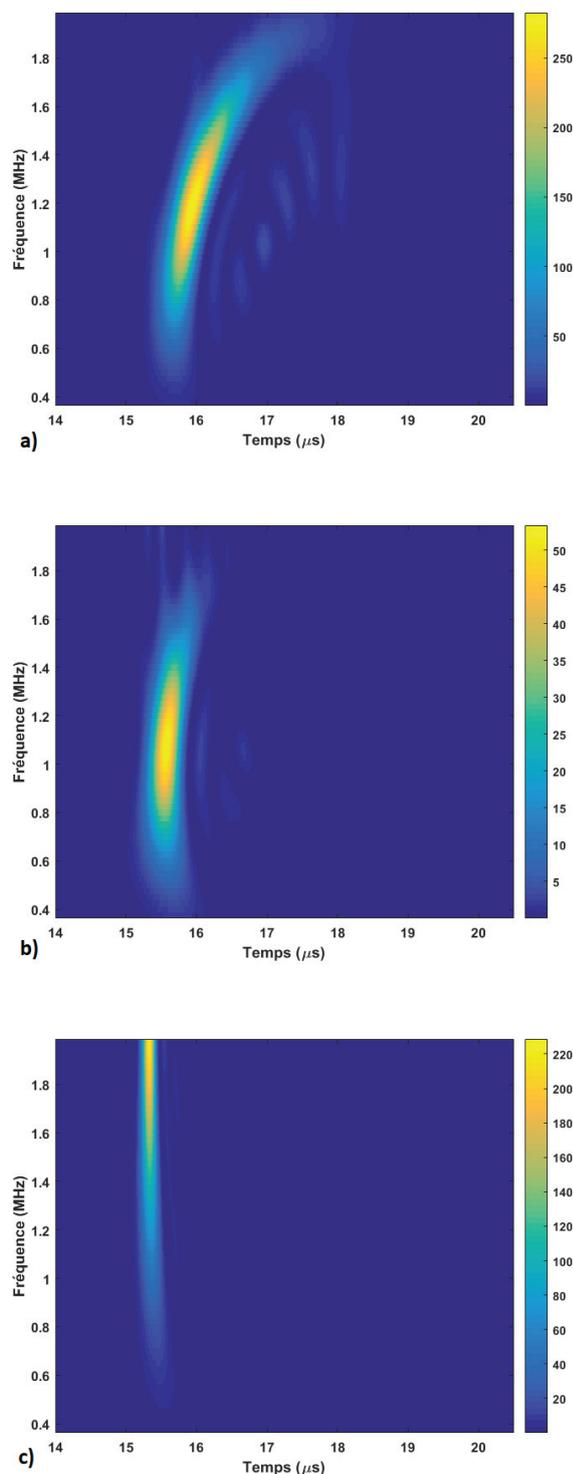


Figure 6 : Module au carré des pseudo-distributions de Wigner-Ville lissées des signaux temporels présentés sur la Figure 5. a) Configuration sans téflon. b) Configuration avec téflon. c) Absence de film.

4 Conclusion

L'utilisation conjointe d'une structure couche transparente sur substrat opaque et de la méthode Ultrasons-Laser a permis d'établir que les modes de Rayleigh observés en générant et en détectant à l'interface entre les constituants de la structure sur la surface du substrat ne sont pas les

mêmes que ceux obtenus en excitant et en détectant ces modes à la surface de la couche.

De même, lorsque l'adhérence se dégrade, la position de source utilisée expérimentalement fait tendre les modes générés vers l'onde de Rayleigh dans le substrat au lieu des modes de Lamb dans la couche comme c'est le cas lorsque la majorité de l'énergie acoustique est localisée dans celle-ci.

Cette nouvelle méthode de caractérisation de l'adhérence est originale et complémentaire à ce qui peut être trouvé par ailleurs puisque les études se concentrent essentiellement sur une génération et une détection à la surface d'une couche opaque. De plus, l'utilisation d'un film d'épaisseur relativement constante et l'absence d'une couche de colle ajoutée à l'interface film - substrat permet de limiter les paramètres pouvant remettre en cause la compréhension des résultats et donc la caractérisation de l'influence de l'adhérence sur la propagation des ondes acoustiques de surface dans une telle structure.

Références

- [1] S. Fourez, *Caractérisation de couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers*, PhD. thesis Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis (2013).
- [2] A. Abbate, Coating-bond evaluation using dispersion curves and Laser-Ultrasonics, 2000 IEEE Ultrasonics Symposium (2000).
- [3] S. Mezil, F. Bruno, S. Raetz, J. Laurent, D. Royer, C. Prada, Investigation of interfacial stiffnesses of a tri-layer using Zero-Group Velocity Lamb modes, *J. Acoust. Soc. Am.* **138** (2015).
- [4] X. Xiao, Y. Sun, X.-M. Shan, Nondestructive determination of interfacial adhesion property of low-k/Si by the surface acoustic waves, *Surface & Coatings Technology* **207** (2012).
- [5] D. Schneider, H. Ollendorf, T. Schwarz, Non-destructive evaluation of the mechanical behaviour of Ti-N-coated steels by laser-induced ultrasonic surface waves, *Appl. Phys. A.* **61** (1995).
- [6] X. Xiao, H. Qi, Y. Tao, T. Kikkawa, Study on the interfacial adhesion property of low-k thin film by the surface acoustic waves with cohesive zone model, *Applied Surface Science* **388** (2016).
- [7] R. Ikeda, H. Cho, A. Sawabe, M. Takemoto, Laser spallation method to measure strength against Mode-I decohesion of CVD diamond films, *Diamond & Related Materials* **14** (2005).
- [8] W. T. Thomson, Transmission of elastic waves through a stratified solid medium, *J. Appl. Phys.* **21** (1950).
- [9] N. A. Haskell, The dispersion of surface waves on multilayered media, *Bull. Seismol. Soc. Am.* **43** (1953).
- [10] J.P. Jones, J. S. Whittier, Waves at a flexibly bonded interface, *J. Appl. Mech.* **34** (1967).
- [11] S. I. Rokhlin, Y. J. Wang, Analysis of boundary conditions for elastic wave interaction with an interface between two solids, *J. Acoust. Soc. Am.* **89** (1991).

- [12] G. W. Farnell, E. L. Adler, Elastic wave propagation in thin layers, in *Physical Acoustics* **9**, Academic Press Inc. (1971).
- [13] C. B. Scruby, L. E. Drain, *Laser ultrasonics techniques and applications*, CRC Press (1990).
- [14] F. Faëse, *Génération d'ondes acoustiques de surface par différentes sources lasers. Applications à la caractérisation sans contact de défauts*, PhD thesis Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis (2013).