



**HAL**  
open science

# Etude en champ proche et champ lointain de surfaces métalliques : apport des microscopies à sonde locale à l'étude des étalons de masse

Haidar Youssef

► **To cite this version:**

Haidar Youssef. Etude en champ proche et champ lointain de surfaces métalliques : apport des microscopies à sonde locale à l'étude des étalons de masse. Physique [physics]. Université de Bourgogne, 2005. Français. NNT : . tel-00010183

**HAL Id: tel-00010183**

**<https://theses.hal.science/tel-00010183>**

Submitted on 16 Sep 2005

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE

Présentée et soutenue publiquement par

**Youssef HAIDAR**

Pour obtenir le grade de :

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE

*Spécialité: Physique*

**Étude en champ proche et champ lointain de surfaces  
métalliques : apport des microscopies à sonde locale à  
l'étude des étalons de masse.**

Soutenue le 15 Juin 2005 devant la commission d'examen :

|                             |                      |   |
|-----------------------------|----------------------|---|
| <i>Président :</i>          | Simone MATTEI        | Professeur, LTm-IUT, Creusot                    |
| <i>Rapporteurs :</i>        | Claude AMRA          | Directeur de l'institut Fresnel, DR CNRS        |
|                             | Richard DAVIS        | Directeur du département masses au BIPM         |
| <i>Examineurs :</i>         | Leslie PENDRILL      | Swedish National Testing and Research Institute |
|                             | Patrick PINOT        | Ingénieur, LNE/INM                              |
| <i>Membres invités :</i>    | Chouki ZERROUKI      | Maître de Conférence, INM/CNAM                  |
|                             | Yasser ALAYLI        | Professeur, Univ. de Versailles                 |
| <i>Directeur de thèse :</i> | Frédérique DE FORNEL | Directeur de Recherche, Univ. de Bourgogne      |



Un peu de connaissance agissante vaut infiniment  
plus que beaucoup de connaissance stérile

Khalil GIBRAN.

On vous a dit que la vie est obscurité, et dans votre  
lassitude vous répétez ce que disent les las.  
**Et je vous dis que la vie est en effet obscure sauf là où il y a élan.**  
**Et tout élan est aveugle sauf là où il y a la connaissance.**  
**Et toute connaissance est vaine sauf là où il y a le travail.**  
**Et tout travail est futile sauf là où il y a l'amour.**

Khalil GIBRAN.

Ne dites pas : j'ai trouvé la vérité, mais plutôt : j'ai trouvé une vérité  
Ne dites pas : j'ai trouvé le chemin de l'âme. Dites plutôt : j'ai rencontré l'âme  
marchant sur mon chemin.

Khalil GIBRAN.



---

# Remerciements

Ah, les remerciements. Derniers mots posés, qui ne sont pas les plus évidents. Je vais toutefois essayer d'éviter d'omettre les acteurs les plus importants, en m'excusant déjà auprès des pauvres oubliés qui peuvent toutefois être sûrs que leur présence a été également appréciée.

Cette thèse a été réalisée au Laboratoire de Physique de l'Université de Bourgogne (LPUB), dirigé par Monsieur le professeur Jean Paul CHAMPION, à qui j'adresse ma plus profonde reconnaissance pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et ainsi m'avoir permis de réaliser ce travail passionnant.

Je suis particulièrement sensible à l'honneur que me font Messieurs les membres de jury en acceptant de lire et de juger ce travail :

MM. Claude AMRA, Directeur de l'institut Fresnel à Marseille et Richard DAVIS, Directeur de Recherche au Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), qui ont accepté de rapporter cette tèse, je les en remercie, de même que pour leur participation au jury. Ils ont également contribué par leur nombreuses remarques et suggestions à améliorer la qualité du manuscrit, qu'ils trouvent ici les marques de ma reconnaissance et mes remerciements pour leur diligence.

MM. Leslie PENDRILL, Professeur au Swedish National Testing et Research Institute et Patrick PINOT, Ingénieur au Laboratoire National d'Essais (LNE), qui m'ont fait un immense plaisir en acceptant le rôle d'examineurs de ce travail. Avec Patrick j'ai eu, en plusieurs occasions, le plaisir de discuter, je lui exprime toute ma reconnaissance pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail via la collaboration entre nos deux laboratoires.

Mme. Simone MATTEI, Professeur au LTm-IUT au Creusot, qui m'a fait l'honneur d'accepter le rôle d'examineur.

Que serait une thèse sans directeur? Bien peu de chose, assurément. J'adresse mes remerciements les plus sincères à mon directeur de thèse, Frédérique DE FORNEL, qui en sa qualité d'encadreur, m'a prodigué encouragements et conseils au cours de toutes les étapes de mon travail et a guidé mes démarches de recherche. Son amabilité et sa bonne humeur ont rendu mes années de doctorat agréables. Au sein de l'équipe Optique de Champ Proche sous sa direction, j'ai trouvé une ambiance particulièrement favorable pour mener à bien ce travail. Je lui dois de m'avoir accueilli dans son équipe. Je lui exprime également une grande reconnaissance pour son acharnement scientifique et pour la confiance qu'elle m'a accordée. Qu'elle soit assurée de mon profond respect.

---

M. Chouki ZERROUKI, Maître de conférence à l'Institut National de Métrologie (INM) : il m'a offert la chance de profiter de son savoir. Encouragé par son grand esprit scientifique, j'ai pu entamer mon travail et bénéficier d'un encadrement et d'une disponibilité remarquables. Il a également contribué par ses nombreuses remarques et suggestions à améliorer la qualité du manuscrit. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

M. Yasser ALAYLI, Professeur à l'Université de Versailles : je suis ravi qu'il ait accepté de participer au jury de soutenance, je l'en remercie profondément.

Je désire exprimer ma reconnaissance au Bureau National de Métrologie et à la Région Bourgogne qui ont financé ce travail de thèse.

Cette thèse a bénéficié d'une collaboration avec le Bureau National de Métrologie, l'Institut National de Métrologie et l'École des Mines de Paris. Je tiens donc à remercier :

Chouki ZERROUKI, Patrick PINOT, Régine MOLINS, sans qui cette thèse ne serait pas ce qu'elle est : aussi bien par les discussions que j'aie eu la chance d'avoir avec eux, leurs suggestions et contributions.

Je n'oublie pas les doctorants : Elise TOLLENS, Zaccari SILVESTRI, Paul André MEURY, avec qui j'ai été amené à collaborer. Je les remercie et leur souhaite bien du courage pour la suite. Un merci particulier à Paul André qui a réalisé le superalliage monocristallin à base de nickel. Qu'ils reçoivent tous les marques de mon amitié la plus sincère.

Je remercie également Mme. Anne SENTENAC, Chargé de Recherche CNRS - Institut Fresnel à Marseille -, qui a réalisé les simulations numériques de cette thèse.

Je tiens à remercier M. Jean Paul DUFOUR, Professeur à l'Université de Bourgogne, pour m'avoir aidé à clarifier ma rédaction et donné des nouvelles pistes de réflexion.

J'adresse également mes remerciements à Laurent SALOMON, Maître de conférence à l'Université de Bourgogne, avec qui j'ai eu l'occasion de discuter de l'aspect champ proche optique, pour tout ce qu'il m'a apporté dans ce domaine.

N'oublions pas les anciens doctorants de l'équipe Optique de Champ Proche, Lotfi BERGUIGA, Davy GERARD, Souraya GOUMRI-SAID. Je tiens particulièrement à remercier Davy, avec qui j'ai partagé le bureau durant plus de deux ans, je tiens à lui dire que j'ai passé des moments agréables en sa compagnie.

J'accorde une pensée émue pour tous les autres thésards, Maher AL NABOULSI, Loïc LALOUAT (le jeune homme barbu). Je souhaite bien du courage pour Maher dans les dernières lignes droites de la rédaction de thèse. Loïc, fais attention à la manip que je t'ai confiée et bon courage pour la suite.

---

Quittons à présent le monde du travail, pour nous approcher des personnes à qui je dois mon équilibre. Mes remerciements les plus chaleureux vont à mes parents. Je ne saurais terminer sans accorder une place particulière à mon frère Naef et son épouse Evelyne, pour leur soutien moral et matériel ainsi que pour les conseils qu'ils m'ont donnés durant toute la durée des mes études. Je tiens à leurs exprimer mes sincères remerciements et mon respect le plus profond. J'adresse également mes remerciements à Xin Wei LIU pour ses encouragements constants.

Merci aussi à tous mes collègues et mes amis qui se reconnaîtront ici. Je leur exprime ma profonde sympathie et leur souhaite beaucoup de bien.



# Table des matières

|   |           |
|---|-----------|
| Table des figures   | xi        |
| Liste des tableaux  | xi        |
| <b>Introduction</b>   | <b>1</b>  |
| <b>1 Pourquoi une nouvelle définition de l'unité de masse</b>   | <b>5</b>  |
| 1.1 La stabilité des étalons de masse et la contamination de leurs surfaces . . . . .   | 5         |
| 1.2 Nouvelle définition possible du kilogramme: l'expérience française de la balance de watt . . . . .                                  | 9         |
| 1.3 Principales propriétés d'un matériau destiné à la fabrication d'étalon de masse .   | 11        |
| 1.4 Procédé de fabrication de l'alliage de platine iridié . . . . .   | 12        |
| 1.5 Procédure de nettoyage-lavage des prototypes en platine iridié utilisée au BIPM .   | 13        |
| 1.6 Etalons de masse secondaires en alacrite XSH . . . . .  | 14        |
| 1.7 Objectif de l'étude . . . . .   | 16        |
| <b>2 Caractérisation des surfaces rugueuses et application du microscope en champ proche à leur étude</b>                               | <b>17</b> |
| 2.1 Caractérisation d'une surface rugueuse . . . . .  | 17        |
| 2.1.1 Rugosité de la surface . . . . .  | 18        |
| 2.1.2 Fonction d'autocorrélation et Densité Spectrale de Puissance. . . . .   | 19        |
| 2.2 Techniques de caractérisation de surface . . . . .  | 20        |
| 2.2.1 Techniques de caractérisation en champ lointain . . . . .   | 21        |
| 2.2.1.1 Rugosimètre optique du BNM-INM . . . . .  | 22        |
| 2.2.1.2 Réflectométrie X . . . . .  | 24        |
| 2.2.2 Techniques de caractérisation en champ proche . . . . .   | 26        |
| 2.2.2.1 La microscopie à effet tunnel . . . . .   | 26        |
| 2.2.2.2 La microscopie à force atomique . . . . .   | 27        |
| 2.2.2.3 La microscopie de champ proche optique . . . . .  | 28        |
| 2.2.2.4 Microscope en champ proche optique avec asservissement de type <i>shear-force</i> . . . . .                                     | 32        |
| 2.3 Traitement numérique des images . . . . .   | 37        |
| 2.4 Détermination de la rugosité de la surface par microscopie en champ proche optique sous asservissement <i>shear-force</i> . . . . . | 37        |
| 2.4.1 Exemple d'images topographiques et optiques obtenues en champ proche sur un échantillon en platine iridié . . . . .               | 37        |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 2.4.2    | Fonction d'autocorrélation et spectre de rugosité déterminés à partir des images topographiques . . . . .           | 39         |
| 2.4.3    | Distribution des hauteurs des aspérités de la surface . . . . .   | 43         |
| 2.5      | Limite de résolution latérale due au rayon de courbure de la pointe . . . . .                                       | 44         |
| 2.6      | Conclusion . . . . .  | 45         |
| <b>3</b> | <b>Étude comparative de l'état de surface d'étalons de masse de forme et constitution variées</b>                   | <b>49</b>  |
| 3.1      | Étude qualitative et quantitative multi-échelle de quatre étalons de masse. . . . .                                 | 50         |
| 3.1.1    | Rugosité: Root-Mean-Square height (RMS height) . . . . .  | 62         |
| 3.2      | Étude de la rugosité des surfaces de platine iridié (Pt-Ir) . . . . .   | 64         |
| 3.2.1    | Étude morphologique de l'état de surface avec le <i>ShFM</i> . . . . .  | 65         |
| 3.2.2    | Analyse statistique des surfaces . . . . .  | 70         |
| 3.2.2.1  | Distribution statistique des hauteurs . . . . .   | 70         |
| 3.2.2.2  | Comparaison entre les fonctions d'autocorrélations et des modèles analytiques . . . . .                             | 71         |
| 3.2.2.3  | Densité spectrale de puissance . . . . .  | 74         |
| 3.2.3    | Étude comparative de la diffusion des rayonnements X, visibles et ShFM .  | 75         |
| 3.2.3.1  | Choix de l'angle d'incidence du rayonnement X . . . . .   | 75         |
| 3.2.3.2  | Comparaison des dsp X, visible et ShFM . . . . .  | 76         |
| 3.2.4    | Comparaison entre les trois techniques en termes de rugosité $rms \delta$ . . . . .                                 | 78         |
| 3.3      | Nouvel alliage destiné à la fabrication d'étalon de référence pour l'expérience de la balance du watt . . . . .     | 79         |
| 3.4      | Conclusion . . . . .  | 80         |
| <b>4</b> | <b>Effet du polissage et du nettoyage-lavage sur l'état de surface d'échantillon en Pt-Ir et à base du nickel</b>   | <b>83</b>  |
| 4.1      | Description des méthodes de polissage de l'échantillon . . . . .  | 83         |
| 4.1.1    | Usinage à l'outil diamant . . . . .   | 84         |
| 4.1.2    | Polissage abrasif à la pâte diamantée . . . . .   | 84         |
| 4.1.3    | Nettoyage-lavage de l'échantillon . . . . .   | 84         |
| 4.2      | Étude de l'état de surface par le ShFM pour les deux méthodes de finition de surface . . . . .                      | 85         |
| 4.3      | Caractérisation des deux techniques de polissage par rugosimètre optique, réflectomètre X et ShFM . . . . .         | 89         |
| 4.4      | Comparaison en termes de rugosité $rms \delta$ entre les deux méthodes de polissage .                               | 92         |
| 4.5      | Étude de l'état des surfaces en Pt-Ir polies manuellement à l'alumine ( $Al_2O_3$ ) et à la pâte diamantée. . . . . | 94         |
| 4.6      | Superalliage monocristallin à base de nickel . . . . .  | 95         |
| 4.7      | Effet du polissage et du nettoyage-lavage sur un superalliage monocristallin à base de nickel . . . . .             | 97         |
| 4.8      | Calcul de la surface développée et son intérêt pour la métrologie des surfaces . .                                  | 104        |
| 4.9      | Conclusion . . . . .  | 107        |
| <b>5</b> | <b>Étude du champ proche optique au voisinage de surfaces éclairées en réflexion externe</b>                        | <b>109</b> |
| 5.1      | Inversion de contraste et structure des franges d'interférence observées . . . . .                                  | 110        |

---

|       |   |            |
|-------|---|------------|
| 5.2   | Etude en champ proche optique de surface en Pt-Ir . . . . .   | 114        |
| 5.2.1 | Analyse de la densité spectrale de puissance . . . . .  | 117        |
| 5.3   | Observation du speckle en champ proche . . . . .  | 120        |
| 5.4   | Étude de la formation des images optiques d'un rail gravé sur substrat plan . . .                   | 122        |
| 5.4.1 | Étude avec une sonde monomode non-métallisée . . . . .  | 122        |
| 5.4.2 | Étude avec une sonde multimode non-métallisée . . . . .   | 124        |
| 5.4.3 | Étude avec une sonde monomode métallisée . . . . .  | 126        |
| 5.5   | Analyse des images expérimentales avec une simulation du champ au voisinage<br>de l'objet . . . . . | 129        |
| 5.6   | Conclusion . . . . .  | 131        |
|       | <b>Conclusion générale</b>  | <b>135</b> |
|       | <b>Annexe A</b>   | <b>139</b> |
|       | <b>Conclusion générale</b>  | <b>153</b> |



# Table des figures

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.1  | (b) Prototype international du kilogramme et (a, c) ses témoins, stockés sur des supports à double cloche. (Photos BIPM). . . . .  | 7  |
| 1.2  | Variation de masse $\Delta m$ observée après chacun des nettoyages-lavages du prototype international (noté R) et de ses six témoins ainsi que du prototype N° 25 [3]. . . . .   | 7  |
| 1.3  | Dérive temporelle des prototypes nationaux du kilogramme. . . . .  | 8  |
| 1.4  | La balance de watt, a) phase statique: la force électromagnétique qui agit sur le bobinage où circule le courant $I$ équilibre le poids $mg$ de la masse, b) phase dynamique: le bobinage bouge verticalement dans le champ magnétique $\mathbf{B}$ , ce qui induit une tension $\varepsilon$ que l'on mesure. . . . .                       | 10 |
| 1.5  | Photographie des deux étalons: à gauche le kilogramme de transfert en platine iridié avec sa paire de pinces de manipulation et son support à double cloche de verre pour sa conservation, à droite le kilogramme de transfert en Alacrite XSH avec sa paire de pinces de manipulation et sa boîte de transfert en acier inoxydable. . . . . | 15 |
| 2.1  | Représentation schématique d'une surface rugueuse de longueur $L$ , échantillonnée avec $N$ points. a) profil de surface, b) distribution des hauteurs associé au profil .   | 19 |
| 2.2  | Principe général des méthodes de caractérisation. . . . .  | 21 |
| 2.3  | Répartition angulaire de la lumière diffusée . . . . .   | 22 |
| 2.4  | Schéma de principe du réflectomètre $X$ . . . . .  | 24 |
| 2.5  | Le courant tunnel, dans un système $STM$ , est localisé au bout de la pointe. . . . .  | 27 |
| 2.6  | Principe du microscope à force atomique (AFM) . . . . .  | 28 |
| 2.7  | Surface rugueuse éclairée en réflexion: génération des ondes radiatives et des ondes évanescentes. . . . .   | 30 |
| 2.8  | Les principales configurations de microscopes optiques à sonde locale. . . . .   | 32 |
| 2.9  | Mode de balayage à distance constante: la sonde suit la topographie de la surface de l'échantillon. . . . .  | 33 |
| 2.10 | Interaction shear-force: a) sonde loin de la surface, b) sonde proche de la surface. . . . .   | 33 |
| 2.11 | Schéma de principe de fonctionnement de l'asservissement en mode interleave où $z$ est la distance shear-force et $z'$ est la distance fixé par l'utilisateur. . . . .   | 34 |
| 2.12 | Schéma expérimental d'un microscope à champ proche optique avec asservissement de type "shear force" utilisé au cours du travail présenté dans ce mémoire. . . . .   | 35 |
| 2.13 | Images de la surface d'un disque en platine iridié: a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation 'S' et 'P'. (L'aire de la surface étudiée est $L^2 = (40 \times 40) \mu m^2$ , avec $N^2 = (256 \times 256)$ points.) . . . . .  | 38 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 2.14 | Images de la surface d'un disque en platine iridié : a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation 'S' et 'P'. Les trois images sont obtenues simultanément. (L'aire de la surface étudiée est ici $L^2 = (4 \times 4) \mu m^2$ avec $N^2 = (256 \times 256)$ points.) . . . . .   | 39 |
| 2.15 | (a) et (b) Fonctions d'autocorrélation déterminées directement à partir des images topographiques (Fig. 2.13a et Fig. 2.14a). . . . .  | 40 |
| 2.16 | (a) et (b) Spectres du rugosité à deux dimensions déterminés respectivement à partir des images topographiques des Fig. 2.13 et Fig. 2.14, (c) spectres de rugosité à une dimension déterminés en appliquant une moyenne polaire sur les spectres bidimensionnels précédents. . . . .  | 42 |
| 2.17 | Comparaison entre la distribution des hauteurs déterminée à partir de l'image topographique 2.13a (trait plein) et la distribution gaussienne d'une surface aléatoire de même rugosité $\delta$ (traits pointillés). . . . .   | 43 |
| 2.18 | Effet de la pointe sur le profil de la surface. . . . .  | 44 |
| 2.19 | Mesure schématisé d'un profil sinusoïdal d'amplitude $A$ et de période $P$ par une sonde dont l'extrémité est assimilée à une sphère de rayon $R$ . . . . .  | 45 |
| 2.20 | Étendues de l'intervalle des fréquences spatiales accessibles avec les techniques présentées. . . . .  | 46 |
| 3.1  | Images typiques de la topographie de la face supérieure de l'étalon de masse de 50 g. . . . .  | 51 |
| 3.2  | Images typiques de la topographie de la face inférieure de l'étalon de masse de 50 g. . . . .  | 52 |
| 3.3  | Courbes représentant la valeur du logarithme népérien de la $dsp  S(\Delta k) ^2$ en fonction de $ \Delta k ^2$ , pour deux positions orthogonales de la surface : $\pi/2$ l'éclairage est perpendiculaire aux rayures, $\pi$ l'éclairage est parallèle aux rayures observées sur la surface . . . . .   | 53 |
| 3.4  | a,b,c,d) Comparaisons des distributions des hauteurs avec un modèle Gaussien correspondant aux faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 50 g. e) Fonctions d'autocorrélations associées aux deux faces du même étalon. . . . .   | 54 |
| 3.5  | Spectres de rugosité bidimensionnels $\gamma(\nu_x, \nu_y)$ déterminés directement à partir des images topographiques ( $L = 40 \mu m$ ) des Figs. 3.1 et 3.2. . . . .   | 56 |
| 3.6  | a) Spectres de rugosité unidimensionnels $\bar{\gamma}(\nu)$ déterminés à partir d'une moyenne polaire sur les spectres bidimensionnels de la F.g.3.5, b) étude multi-échelle et comparaison en terme du spectre de rugosité entre le R.O et le ShFM, des faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 50 g. . . . .   | 56 |
| 3.7  | Forme et distribution des sites explorés sur les faces inférieures. . . . .  | 57 |
| 3.8  | Images topographiques typiques de la face supérieure et de la zone centrale de la face inférieure des étalons de 500 g et 2 kg. . . . .  | 57 |
| 3.9  | (a) et (b) Images topographiques typiques de la zone périphérique de la face inférieure, correspondant respectivement aux étalons de masse de 500 g et 2 kg. . . . .   | 57 |
| 3.10 | Comparaisons des distributions des hauteurs mesurées avec un modèle gaussien pour les deux étalons. (a et b) correspondent à deux zones différentes de la partie périphérique de l'étalon de 2 kg, (a) correspond à l'image topographique de la figure 3.9b. (c) correspond à l'image topographique de la figure 3.9a étalon de 500 g. (d) fonctions d'autocorrélations déterminées à partir des images topographiques de la figure 3.9. . . . . | 58 |

|   |    |
|---|----|
| 3.11 a) Comparaison d'une distribution des hauteurs avec un modèle gaussien pour la morphologie correspondant aux faces supérieures et aux parties centrales des faces inférieures des deux étalons. b) Représentation de la fonction d'autocorrélation associée. . . . .   | 59 |
| 3.12 Étude multi-échelle et comparaison des spectres de rugosité obtenues par le Rugosimètre Optique (R.O.) et ShFM, pour les faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 2 kg. . . . .  | 60 |
| 3.13 Images types de la topographie des faces planes de l'étalon en alacrite avec $N = 256$ points . . . . .  | 61 |
| 3.14 Images types de la topographie de la surface latérale de l'étalon en alacrite avec $N = 256$ points . . . . .  | 62 |
| 3.15 Quatre disques en platine iridié (Pt-Ir) . . . . .   | 65 |
| 3.16 Images topographiques représentatives de la surface du disque 'A' avec $N = 256$ points . . . . .  | 66 |
| 3.17 Images topographiques représentatives de la surface du disque 'B' avec a,b,c: $N = 256$ points et d; $N = 512$ points . . . . .  | 67 |
| 3.18 Images topographiques représentatives de la surface du disque 'C' avec $N = 256$ points . . . . .  | 68 |
| 3.19 Images topographiques représentatives de la surface du disque 'D' avec $N = 256$ points . . . . .  | 69 |
| 3.20 Distributions des hauteurs: Disque C. Les données expérimentales correspondent respectivement aux images suivantes: a) Fig. 3.18a, b) Fig. 3.18b, c) Fig. 3.18d, d) Fig. 3.18f. . . . .  | 70 |
| 3.21 Distributions des hauteurs: Disque D. Les données expérimentales correspondent respectivement aux images suivantes: a) Fig. 3.19a, b) Fig. 3.19f. . . . .  | 71 |
| 3.22 Fonctions d'autocorrélations déduites des différentes images topographiques du disque C et modèles analytiques associés: a) correspond à l'image 3.18b, b) correspond à l'image 3.18c, c) correspond à l'image 3.18e, d) correspond à un zoom sur l'image 3.18f. . . . .   | 72 |
| 3.23 Fonctions d'autocorrélations déduites des différentes images topographiques du disque D et modèles analytiques associés: a) correspond à l'image 3.19a, b) correspond à l'image 3.19b, c) correspond à l'image 3.19d, d) correspond à une image $(40 \times 40) \mu m^2$ présentant une topographie similaire à celle d'image 3.19f. . . . . | 73 |
| 3.24 Analyse multi-échelle en terme de densités spectrales de puissance relatives aux disques C et D. . . . .   | 74 |
| 3.25 Densité spectrale de puissance pour le disque A, en fonction de la fréquence spatiale, pour différentes incidences du faisceau de rayon X. . . . .   | 75 |
| 3.26 Comparaison des courbes de dsp X, optique et ShFM, relatives aux disques A, B, C et D. a) dsp obtenues en réflectomètre X. b,c,d,e) dsp obtenues en réflectomètre X et en rugosimètre optique. f) Analyse multi-échelle par les trois techniques. . . . .  | 77 |
| 3.27 Effet de la fenêtre fréquentielle spatiale sur les valeurs de $rms \delta$ obtenues à l'aide de ShFM. . . . .  | 79 |
| 4.1 a) Photographie du disque. b) Images prises avec un microscope optique classique de la face de l'échantillon du BIPM en platine iridié usinée à l'aide d'un outil à pointe de diamant: à gauche, centre de l'échantillon, à droite, zoom de l'image à gauche, montrant un arrachement matière. . . . .  | 84 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.2  | Images prises avec un microscope optique classique sur des échantillons polis au BNM-INM : à gauche l'échantillon a été poli jusqu'à un grain de $1/4 \mu m$ (état de surface très dégradé), à droite, le poli s'arrêtait à un grain final de $1 \mu m$ . Même échelle pour les deux images. . . . .  | 85  |
| 4.3  | Images topographiques typiques ( $50 \mu m \times 50 \mu m$ ): a) face usinée à l'outil diamant, b) face polie à l'aide de grains abrasifs (grain final de $1 \mu m$ ). . . . .   | 85  |
| 4.4  | Profil de la surface obtenu par une coupe sur l'image topographique : a) face usinée à l'outil de diamant, b) face polie à l'aide de grains abrasifs. . . . .   | 86  |
| 4.5  | Comparaisons des distributions des hauteurs avec un modèle gaussien : a) face usinée à l'outil diamant et b) face polie avec grains de polissage. . . . .   | 87  |
| 4.6  | Fonctions d'autocorrélations relatives aux deux types de polissage. . . . .   | 88  |
| 4.7  | a) dsp relatives aux deux types de polissage, représentées dans différents domaines de fréquences spatiales. b) trois courbes de dsp relatives à chaque type de polissage, indiquant la valeur d'intersection (autour de $0,7 \mu m^{-1}$ ). . . . .  | 89  |
| 4.8  | Courbes représentatives des dsp relatives aux deux types de polissage obtenues avec le rugosimètre optique. Les dsp A1 et B1 présentées pour la face polie enveloppent toutes celles que nous avons obtenues. . . . .   | 90  |
| 4.9  | Relevés de réflexion spéculaire du rayonnement X relatives à la surface des deux faces de disque en platine iridié. . . . .   | 91  |
| 4.10 | Comparaison entre les trois techniques en termes de dsp dans une fenêtre de fréquences spatiales comparable. . . . .  | 91  |
| 4.11 | Images topographiques d'une surface en Pt-Ir : a) polissage avec des grains diamantés finals de $1 \mu m$ , b) polissage avec des grains diamantés finals de $1/4 \mu m$ , c,d) polissage à l'alumine ( $Al_2O_3$ ). . . . .  | 95  |
| 4.12 | Image d'un échantillon de superalliage monocristallin à base de nickel observé par microscopie électronique en transmission (ENSMP) . . . . .   | 96  |
| 4.13 | a et b) Spectres de raies des différents éléments de l'alliage dans la matrice $\gamma$ et les précipités $\gamma'$ , d) composition chimique de la matrice $\gamma$ et des précipités $\gamma'$ (ENSMP). . . . .   | 96  |
| 4.14 | Images topographiques des surfaces suivant le type de polissage: a et b pâte diamantée de grain final de $1/4 \mu m$ ; c-f $Al_2O_3$ . . . . .  | 98  |
| 4.15 | Images topographiques des surfaces de l'échantillon poli par SESO : a) avant nettoyage; b-d) après nettoyage. . . . .   | 99  |
| 4.16 | Images topographiques des surfaces de monocristal polies à l'alumine ( $Al_2O_3$ ): a,b) 5 min; c,d) 20 min. . . . .  | 101 |
| 4.17 | Images topographiques des surfaces de monocristal polies à la silice colloïdale ( $SiO_2$ ): a,b) 5 min; c,d) 10 min; e,f) 20 min. . . . .  | 103 |
| 4.18 | Masse surfacique d'eau adsorbée sur divers matériaux en fonction du taux d'humidité de l'air. (1) aluminium 99, (2) laiton 63, (3) nickel cuivre, (4) platine iridié 90/10, (5) acier X 5 CrNi 189. (d'après la référence [126]) . . . . .  | 105 |
| 4.19 | a) Écart entre la surface développée et la surface mesurée en fonction de la rugosité rms $\delta$ . b) Écart entre la surface développée et la surface mesurée en fonction de la longueur de corrélation $\sigma$ . Le calcul est effectué à partir des images topographiques ayant des domaines de balayages $L^2$ de $(4 \times 4) \mu m^2$ , $(10 \times 10) \mu m^2$ , $(40 \times 40) \mu m^2$ et de $(50 \times 50) \mu m^2$ avec $N^2 = (256 \times 256)$ points. . . . . | 106 |
| 4.20 | a,b et c) Écart relatif en fonction de rms $\delta$ , $\sigma$ et du leur rapport $\delta/\sigma$ . . . . .   | 106 |

|     |  |     |
|-----|--|-----|
| 5.1 | Échantillon en silicium: a) image topographique relative au site sur lequel les mesures ont été effectuées, b) représentation schématique de la détection de champ proche optique par la sonde avec $\Delta d$ la variation de la distance pointe-surface et $\Delta\theta_{inc}$ la variation de l'angle d'incidence, c) variation de l'intensité optique en TE captée par une sonde monomode non-métallisée en fonction de la distance pointe-surface pour quatre angles d'incidence. . . . .  | 110 |
| 5.2 | Échantillon en silicium: (a) variation d'intensité optique captée par une sonde monomode non-métallisée, en fonction de la distance pointe-surface pour $\theta_{mes} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm en polarisation TE et TM; (b) image topographique de la surface du site exploré sur l'échantillon ( $8 \times 8$ ) $\mu m^2$ avec $256 \times 256$ pointes de mesure; (c) image optique en champ proche en polarisation TE obtenue simultanément avec l'image topographique, (d-f) images optiques en TE obtenues pour 200 nm, 270 nm et 350 nm de distance pointe-surface. Les images optiques donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 900 en unit. arb.. . . . . | 112 |
| 5.3 | Échantillon en silicium: (a) image optique en champ proche en polarisation TM obtenue simultanément avec l'image topographique, (b-d) images optiques en TM obtenues pour 200 nm, 270 nm et 350 nm de distance pointe-surface. Les images optiques donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 56 en unit. arb. . . . .  | 113 |
| 5.4 | Images de la surface d'un disque en platine iridié: a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation TE et TM. (L'aire de la surface étudiée est $L^2 = (40 \times 40) \mu m^2$ , avec $N^2 = (256 \times 256)$ points.). Mesures effectuées avec une sonde monomode non-métallisée. Les images en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport aux niveaux de base de 2300 et 2700 en unité arbitraire, respectivement. . . . .  | 115 |
| 5.5 | Images de la surface d'un disque en platine iridié: a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation 'TE' et 'TM'. (L'aire de la surface étudiée est $L^2 = (20 \times 20) \mu m^2$ , avec $N^2 = (256 \times 256)$ points.). Mesures effectuées avec une sonde multimode non-métallisée. Les images en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 1500 en unité arbitraire. . . . .   | 116 |
| 5.6 | Densités spectrales de puissance unidimensionnelles déterminées directement à partir des images topographiques et des images optiques en champ proche (images $(40 \times 40) \mu m^2$ et $(4 \times 4) \mu m^2$ ): a et b) correspondent aux images obtenues avec une <b>sonde monomode</b> et c) avec une <b>sonde multimode</b> . (Surface en platine iridié éclairée en réflexion externe avec un angle d'incidence $\theta_{inc} = 45^\circ$ et une longueur d'onde $\lambda = 632,8$ nm.). . . . .   | 117 |
| 5.7 | Densités spectrales de puissance unidimensionnelles déterminées directement à partir des images topographiques et des images optiques en champ proche; a) en polarisation TE, b) en polarisation TM. Les mesures sont effectuées sur une surface en platine iridié éclairée en réflexion externe avec un angle d'incidence $\theta_{inc} = 45^\circ$ et une longueur d'onde $\lambda = 820$ nm pour deux distance pointe-surface (à 5 nm et à 700 nm). c) dsp en TE avec deux longueur d'onde. (Mesures avec une <b>sonde monomode</b> ) . . . . .   | 119 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 5.8  | Structure de speckel observée en polarisation TE et TM. Mesures effectuées avec une <b>sonde multimode non-métallisée</b> . Les images optiques en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 1500 en unité arbitraire. . . . .  | 120 |
| 5.9  | Images optiques en TE et en TM obtenues sur un superalliage monocristallin à base de nickel. Les images optiques en TE et en TM donnent respectivement les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 50 et 176 en unité arbitraire. . . . .   | 121 |
| 5.10 | a) Image topographique de l'échantillon. b-g) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une sonde non métallisée monomode. Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm. . . . .   | 123 |
| 5.11 | a, b) Intensité mesurée avec une sonde non métallisée monomode en polarisation TE et TM, respectivement. (Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm.) . . . . .  | 123 |
| 5.12 | a) Image topographique représentant le profil de l'échantillon obtenue en ShFM. b-f) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une <b>sonde non-métallisée multimode</b> . Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm. . . . .   | 125 |
| 5.13 | a, b) Intensité mesurée avec une <b>sonde non métallisée multimode</b> en polarisation TE et TM, respectivement. Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm . . . . .   | 125 |
| 5.14 | Géométrie de l'échantillon, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur. (a) avec une <b>sonde non-métallisée monomode</b> , (b) avec une <b>sonde non-métallisée multimode</b> , montrant la zone de détection . . . . .   | 126 |
| 5.15 | Géométrie de l'échantillon, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur, avec une sonde métallisée monomode . . . . .   | 127 |
| 5.16 | a) Image topographique de l'échantillon obtenue en ShFM. b-g) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une <b>sonde monomode métallisée</b> . (Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm.) . . . . .   | 127 |
| 5.17 | a, b) Intensités mesurées avec une <b>sonde métallisée monomode</b> en polarisation TE et TM, respectivement. c) Agrandissement de l'intensité mesurée en TM à 5 nm de l'objet montrant la répartition de l'intensité optique au voisinage proche de l'objet. (Avec $\theta_{inc} = 45^\circ$ et $\lambda = 632,8$ nm.) . . . . . | 128 |
| 5.18 | Géométrie de l'échantillon étudié, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur éclairé en réflexion externe avec une $\lambda = 632,8$ et $\theta_{inc} = 45^\circ$ . . . . .   | 129 |
| 5.19 | Intensité $ E ^2$ calculée en polarisation TE et TM à plusieurs distance d'observation $Z_0$ . Avec un angle d'incidence $\theta_{inc} = 45^\circ$ et une longueur d'onde $\lambda = 632,8$ nm. La position de l'objet est indiquée sur les quatre graphiques. (Simulation : Anne Santenac) . . . . .                             | 130 |
| 20   | Schéma du Lasercheck (US). . . . .  | 139 |
| 21   | Schéma du rugosimètre (SP). . . . .   | 140 |
| 22   | Schéma du microscope interférométrique. . . . .   | 142 |

# Liste des tableaux

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 1.1 | Variation de masse en fonction du temps et du nettoyage-lavage du prototype national du Royaume Uni (kilogramme n° 18)[36]. . . . .   | 9   |
| 3.1 | Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) obtenues par ShFM et rugosimètre optique et les écarts types associés $S_\delta$ . . . . .  | 63  |
| 3.2 | Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) déterminées directement à partir des images topographiques par le biais de l'équation (2.35), dans une fenêtre fréquentielle $0,25 - 32 \mu m^{-1}$ , avec les écarts types associés $S_\delta$ . . . . .     | 64  |
| 3.3 | Valeurs moyennes de $\delta$ et les écarts types associés ( $S_\delta$ )(en nm) relatifs aux quatre masses caractérisées par différentes techniques. . . . .  | 64  |
| 3.4 | Tableau récapitulant dans des fenêtres fréquentielles voisines les hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) obtenues avec les trois techniques et les écarts types associés $S_\delta$ . . . . .   | 79  |
| 4.1 | Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) déterminées dans trois fenêtres fréquentielles avec le ShFM et écarts types associés $S_\delta$ , pour les deux méthodes de polissage. . . . .  | 93  |
| 4.2 | Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) et écarts types associés $S_\delta$ , déterminés avec le réflectomètre X et le rugosimètre optique pour les deux méthodes de polissage . . . . .  | 93  |
| 4.3 | Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height)et écarts types associés $S_\delta$ , déterminés dans trois fenêtres fréquentielles avec le rugosimètre optique. Effet de polissage supplémentaire aux abrasifs comparé à l'usinage à l'outil diamant. . . . . | 94  |
| 4.4 | Comparaison des propriétés d'un superalliage monocristallin à base de nickel et d'un superalliage hypereutectique à base de cobalt (Alacrite SXH). . . . .  | 97  |
| 4.5 | Valeurs moyennes de rugosité $rms \delta$ et l'écart type $S_\delta$ relatives aux trois échantillons. . . . .  | 100 |
| 4.6 | Temps de la dernière étape de polissage manuel avec les deux abrasifs des six échantillons du monocristal à base de nickel. . . . .   | 101 |
| 4.7 | Valeurs moyennes de rugosité $rms \delta$ et l'écart type $S_\delta$ pour les trois durées de polissage à l'alumine. . . . .  | 102 |
| 4.8 | Valeurs moyennes de rugosité $rms \delta$ et l'écart type $S_\delta$ pour les trois durées de polissage à la silice colloïdale ( $SiO_2$ ). . . . .   | 103 |



# Introduction

La physique des surfaces a beaucoup progressé ces derniers temps, et de nombreux domaines d'activités industrielles sont directement concernés par cette discipline. C'est à la surface d'un solide que se produisent les réactions physico-chimiques qui la font évoluer vers un équilibre chimique, thermodynamique et énergétique et que se manifestent les phénomènes de frottement, d'usure, de ségrégation, de dégazage, d'oxydation, de corrosion, d'adhésion, d'adsorption. La métrologie des surfaces joue un rôle essentiel dans le contrôle des composants mécaniques, optiques et microélectroniques, ainsi que la fabrication des étalons de masse. Les surfaces usinées ne sont jamais parfaites, elles présentent des irrégularités dues aux procédés d'usinage. L'ensemble des irrégularités d'une surface est appelé rugosité. La morphologie, la rugosité sont des paramètres clés qui peuvent jouer sur la qualité (optique, mécanique, ...) d'une surface et sur ses propriétés physico-chimiques.

Dans le Système International d'unités (SI) le kilogramme est l'unité de masse: elle est définie comme étant égale à la masse du prototype international du kilogramme, conservé par le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) à Sèvres. Ce prototype du kilogramme est un cylindre d'environ 39 mm de haut et 39 mm de diamètre, constitué d'un alliage de 90% en masse de platine et 10% en masse d'iridium. Cette définition est donnée par la 1<sup>ère</sup> Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM) de 1889 [1] et la 3<sup>ème</sup> CGPM de 1901 [2]. La stabilité du prototype international du kilogramme au cours du temps est affectée par plusieurs facteurs: le mode de conservation, l'état de surface (contamination: pollution de la surface par le milieu environnant), l'usure liée à son utilisation ainsi que les méthodes de nettoyage-lavage et les solvants utilisés [3, 4]. L'instabilité à long terme de la masse du prototype international montre la faiblesse de la définition de l'unité de masse. Suite à plusieurs études sur la stabilité de masse du prototype, l'Institut National de Métrologie (INM), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) ainsi que le BIPM, recherchent des méthodes et expériences possibles qui permettraient de suivre l'évolution de la stabilité de masse et de faire évoluer la définition du kilogramme.

La caractérisation de la rugosité permet de déterminer la surface apparente de l'étalon de masse afin de mieux évaluer les variations de masse par unité de surface. La relation entre la morphologie de la surface et sa stabilité permet d'apporter d'éventuelles modifications dans la préparation des surfaces afin de mieux contrôler et atténuer les phénomènes d'adsorption et de désorption. Pour élucider les différents phénomènes de surface, il est primordial d'avoir recours à plusieurs techniques de caractérisation, surtout qu'il n'existe pas une technique unique capable de fournir toutes les informations sur la morphologie de surface. Plusieurs techniques d'analyse de surface: la microscopie en champ proche optique avec asservissement de type *shear-force* [5], le rugosimètre optique [6], le reflectomètre X [7, 8, 9], l'ellipsométrie [10, 11], la microscopie

interférométrique [12], la Microscopie à Force Atomique (AFM) [13], ... sont actuellement utilisées pour contrôler et améliorer la qualité des matériaux aussi bien dans la recherche que dans l'industrie.

Le travail présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans une collaboration avec le BNM\*-INM et il se place dans le cadre des deux projets internationaux, Euromet Mass 551 [14] et 734. Le mémoire comporte cinq chapitres.

Dans le premier chapitre, nous décrivons les principaux travaux qui ont été menés concernant la stabilité de l'étalon de masse au cours du temps ainsi que l'effet de nettoyage-lavage sur les surfaces des étalons des masses. Nous décrivons ensuite les grandes lignes de l'expérience en développement au LNE (expérience de type balance du Watt) pour améliorer la définition du kilogramme ainsi que l'objectif de notre étude.

Le deuxième chapitre se concentre sur les principales techniques de caractérisation de surface en champ lointain et en champ proche. Nous verrons pour chacune d'elles, à travers quelques rappels théoriques, l'intérêt qu'elles présentent et les informations qu'elles peuvent fournir pour la caractérisation de la surface des étalons de masse. Nous insisterons en particulier sur notre technique; microscopie en champ proche optique avec asservissement de type *shear-force*. Ce microscope présente l'avantage de fournir simultanément deux images de la surface: topographique pour l'une et optique en champ proche pour l'autre.

Le troisième chapitre présente une étude comparative de l'état de surface des étalons de masse entre la microscopie en champ proche optique avec asservissement de type *shear-force*, la rugosimétrie optique et la réflectométrie X. Cette étude qui constitue une partie des projets Euromet Mass 551 et 734 sera effectuée sur des étalons de masse de forme et de constitution variées fournis par le BNM-INM. Nous menons également une comparaison en termes de rugosité *rms* (root mean square) des résultats obtenus à l'aide des différents instruments impliqués dans le projet Euromet Mass 551 [14, 15, 16, 17]. Vu les fenêtres fréquentielles accessibles par chaque technique de caractérisation qui s'étendent du macroscopique au microscopique, nous avons mené une étude multi-échelle.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude de l'effet du polissage et du nettoyage-lavage sur un disque en platine iridié fourni par le BIPM et sur un superalliage monocristallin à base de nickel fourni par l'Ecole des Mines de Paris. L'étude est menée avec les trois techniques de caractérisation employées dans le troisième chapitre. Nous présenterons dans un premier temps une étude comparative de l'état de surface entre deux faces d'un disque en platine iridié poli différemment [8]. Dans un deuxième temps, nous étudions deux types d'abrasifs différents sur le superalliage monocristallin à base de nickel et nous allons évaluer l'évolution de l'état de surface en fonction du temps de la dernière étape de polissage pour les deux abrasifs. Les deux types d'abrasifs étudiés sont des suspensions d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et la silice colloïdale ( $SiO_2$ ).

Le champ proche optique reflète l'interaction du champ électromagnétique incident avec la surface étudiée. Cette interaction se traduit non seulement par les champs réfléchis et diffusés loin de la surface éclairée, mais aussi par le champ évanescent [18]. La détection de l'intensité du

---

\* En 2005, les missions du Bureau National de Métrologia (BNM) ont été transférées au Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE).

champ au voisinage de la surface s'effectue à l'aide d'une fibre optique taillée en pointe. Cette intensité est sensible à divers paramètres optiques (liés au faisceau incident) et géométrique (liés à la sonde). L'objectif du dernier chapitre qui relate une étude en champ proche optique au voisinage de surfaces éclairées en réflexion externe est de trouver les conditions permettant d'une part de lier les images optiques à l'état de la surface révélé par l'image topographique et d'autre part de mener une étude quantitative des images optiques. Au cours de ce chapitre nous discuterons dans un premier temps, l'effet des paramètres optiques et des paramètres liés à la sonde sur l'intensité optique captée par cette dernière pour des surfaces rugueuses en silicium et en platine iridié. Dans un deuxième temps, nous étudions la répartition de l'intensité optique mesurée avec trois types de sonde en polarisation TE et TM. Nous finirons ce chapitre par une simulation numérique effectuée à l'aide d'une méthode intégrale volumique 2D au-dessus de l'objet rectangulaire éclairé en réflexion externe étudié expérimentalement.

Enfin une annexe présente un bref rappel du principe de fonctionnement des techniques de caractérisation impliquées dans le projet Euromet mass 551.



---

## Chapitre 1

# Pourquoi une nouvelle définition de l'unité de masse

Le kilogramme est actuellement la seule unité de base du système international définie par un étalon matériel unique. La définition, donnée par la 1<sup>ère</sup> Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM) de 1889 [1] et la 3<sup>ème</sup> CGPM de 1901 [2], est la suivante : le kilogramme est l'unité de masse ; il est égal à la masse du prototype international du kilogramme, conservé par le Bureau International de Poids et Mesures (BIPM) à Sèvres. La contamination de la surface de cet étalon par le milieu environnant et l'usure liée à son utilisation ainsi que les nettoyages-lavages nécessaires à son utilisation induisent une variation de sa masse au cours du temps. Cette évolution de masse montre la faiblesse de la définition de l'unité de masse. L'instabilité à long terme des kilogrammes étalons a motivé divers pays, le Bureau National de Métrologie (BNM) en France, et le BIPM, à rechercher des méthodes et expériences qui permettraient de suivre l'évolution de la stabilité de masse et de faire évoluer la définition du kilogramme. Une expérience de type *balance du watt*, basée sur la comparaison des puissances électrique et mécanique [19, 20] permet de caractériser le comportement en fonction du temps du kilogramme en le reliant à une grandeur invariante "la constante de Planck" qui pourrait à terme servir de base à l'élaboration d'une nouvelle définition de l'unité de masse. En 2000 le BNM a décidé d'élaborer une expérience de même type qui a pour ambition de contribuer à l'effort international accompli en vue d'établir une nouvelle définition de l'unité de masse. Notre travail entre dans le cadre des deux projets internationaux, Euromet Mass Project 551 et 764, dont le laboratoire pilote est le BNM-INM [14].

Dans ce premier chapitre, nous décrivons dans un premier temps les principaux travaux qui ont été réalisés concernant la stabilité de l'étalon masse au cours du temps ainsi que l'effet du nettoyage-lavage sur les surfaces des étalons. Nous décrivons ensuite les grandes lignes de l'expérience balance du watt en développement au LNE ainsi que l'objectif de notre étude.

### 1.1 La stabilité des étalons de masse et la contamination de leurs surfaces

La 11<sup>e</sup> Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM) en 1960 adopta le nom Système International d'unités (SI) pour le système pratique d'unités de mesure. Le SI est fondé sur un choix de sept grandeurs de base bien définies et considérées par convention comme indépendantes du point de vue dimensionnel : la masse, la longueur, le temps, le courant électrique, la température

thermodynamique, la quantité de matière et l'intensité lumineuse. A l'heure actuelle, la définition de chaque grandeur est :

**1- la masse** [4] : le kilogramme (kg) est l'unité de masse ; c'est la masse du prototype en platine iridié qui a été sanctionné par la CGPM tenue à Paris en 1889 et qui est déposé au Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) (3<sup>e</sup> CGPM, 1901, p. 70) [1, 2].

**2- la longueur** : le mètre (m) est l'unité de longueur ; c'est la longueur du trajet parcouru dans le vide par la lumière pendant une durée de  $\frac{1}{299792458}$  de seconde (17<sup>e</sup> CGPM (1983), Résolution 1) [21, 22].

**3- le temps** : la seconde (s) est l'unité de temps ; elle est égale à la durée de 9 192 631 770 périodes de la radiation correspondant à la transition entre les deux niveaux hyperfins de l'état fondamental de l'atome de césium 133 (13<sup>e</sup> CGPM, 1967-1968, Résolution 1) [23, 24].

**4- le courant** : l'ampère (A) est l'unité du courant électrique ; c'est l'intensité d'un courant constant qui, maintenu dans deux conducteurs parallèles, rectilignes, de longueur infinie, de section circulaire négligeable et placés à une distance de 1 m l'un de l'autre dans le vide, produirait entre ces deux conducteurs une force égale à  $2 \cdot 10^{-7}$  newton par mètre (CIPM (1946), Résolution 2 approuvée par la 9<sup>e</sup> CGPM (1948)) [25].

**5- la température thermodynamique** : le kelvin (K) est l'unité de la température thermodynamique ; il est égal à la fraction  $\frac{1}{273,16}$  de la température thermodynamique de point triple de l'eau (13<sup>e</sup> CGPM, résolution 3, 1967-1968) [26, 27].

**6- la quantité de matière** : La mole est la quantité de matière d'un système contenant autant d'entités élémentaires qu'il y a d'atomes dans 0,012 kilogramme de carbone 12.

Lorsqu'on emploie la mole, les entités élémentaires doivent être spécifiées et peuvent être des atomes, des molécules, des ions, des électrons, d'autres particules ou des groupements spécifiés de telles particules (14<sup>e</sup> CGPM (1971), Résolution 3) [28, 29].

**7- la candela** (cd) : la candela est l'intensité lumineuse, dans une direction donnée, d'une source qui émet un rayonnement monochromatique de fréquence  $540 \cdot 10^{12}$  hertz et dont l'intensité énergétique dans cette direction est  $\frac{1}{683}$  watt par stéradian (16<sup>e</sup> CGPM (1979), Résolution 3) [30, 31].

La masse reste la seule grandeur du SI qui repose encore sur un étalon matériel, et non sur des phénomènes fondamentaux de la nature. Cet étalon est le prototype international du kilogramme, qui est formé d'un cylindre de platine iridié conservé au Bureau International du Poids et Mesures (BIPM) à Sèvres (Fig. 1.1). Cette définition pose de nombreux problèmes, surtout parce que la stabilité du prototype international du kilogramme n'est pas bien connue.

Malgré l'amélioration des performances des balances servant à comparer les kilogrammes étalons avec une répétabilité caractérisée par un écart-type relatif de l'ordre de  $10^{-10}$ , la confusion entre la définition et l'étalon chargé de la représenter pose immédiatement le problème de la pérennité de l'étalon de masse. Outre les phénomènes d'usure, l'expérience montre que la stabilité des kilogrammes étalons est affectée par : leur mode de conservation, leur état de surface (contamination : pollution de la surface par l'air ambiant) ainsi que par les méthodes de nettoyage et les solvants utilisés. En conséquence, le prototype international a vu sa masse diminuer de  $60 \mu g$  environ lors du premier nettoyage effectué à l'occasion de la troisième vérification périodique des prototypes nationaux où le prototype international et ses témoins ont été comparés à deux étalons pris comme référence (Fig. 1.2) [3]. La figure 1.2 montre également que le premier nettoyage-lavage enlève généralement environ 90% de ce qui est déposé à la surface. Si

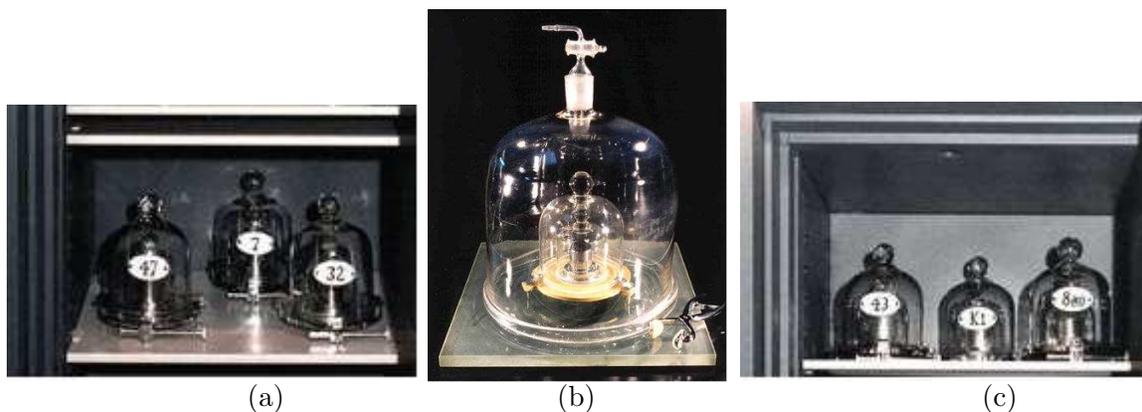


FIG. 1.1 – (b) *Prototype international du kilogramme* et (a, c) *ses témoins, stockés sur des supports à double cloche.* (Photos BIPM).

le second nettoyage-lavage n'enlève que quelques microgrammes, un troisième nettoyage-lavage n'a pratiquement aucune efficacité (voir le second nettoyage-lavage du prototype N° 25).

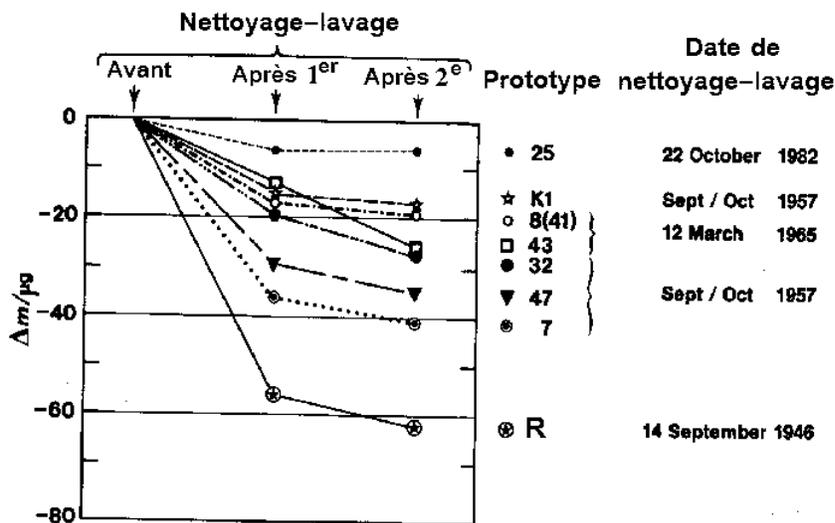


FIG. 1.2 – *Variation de masse  $\Delta m$  observée après chacun des nettoyages-lavages du prototype international (noté R) et de ses six témoins ainsi que du prototype N° 25 [3].*

Par ailleurs, G. Girard [3] a observé sur des prototypes en platine iridié une évolution moyenne de masse de  $+0,0368 \mu g$  pendant les trois mois qui suivent un nettoyage effectué selon la procédure du BIPM (nous reviendrons plus tard sur la procédure de nettoyage-lavage utilisée au BIPM pour l'étalon en platine iridié). A l'issue de cette période, la dérive annuelle est en moyenne de  $+1 \mu g/an$  [3]. Cette valeur est variable d'un prototype à l'autre, mais elle est sensiblement vérifiée pour le prototype français (kilogramme n°35) [32].

En 1985, suite aux travaux effectués à l'IMGC (Istituto Metrologia "G. Colonnetti" en Italie), le Comité Consultatif pour la Masse et les grandeurs apparentées (CCM) a proposé la

recommandation G1 [32], approuvée par le Comité International des Poids et Mesures (CIPM), afin que les laboratoires appliquent les diverses techniques maintenant disponibles pour étudier la composition et le comportement superficiels du platine iridié (10% d'iridium) et des autres alliages dont sont constitués les étalons de masse.

Une autre source d'inquiétude provient de l'évolution respective des prototypes nationaux entre eux [3, 34]. La figure 1.3 présente, pour un certain nombre de prototypes nationaux, les écarts entre les masses mesurées lors des comparaisons périodiques et la masse mesurée lors de la première comparaison de 1889. Nous constatons que les écarts augmentent avec le temps, ce qui montre une évolution différente pour chaque prototype. Cette évolution tend vers un accroissement de masse qui peut être interprété soit comme un augmentation globale de la masse des prototypes nationaux, soit comme une évolution de l'ensemble y compris le prototype international, malgré le soin qui est apporté à la conservation des étalons (voir Fig. 1.1). Concernant le

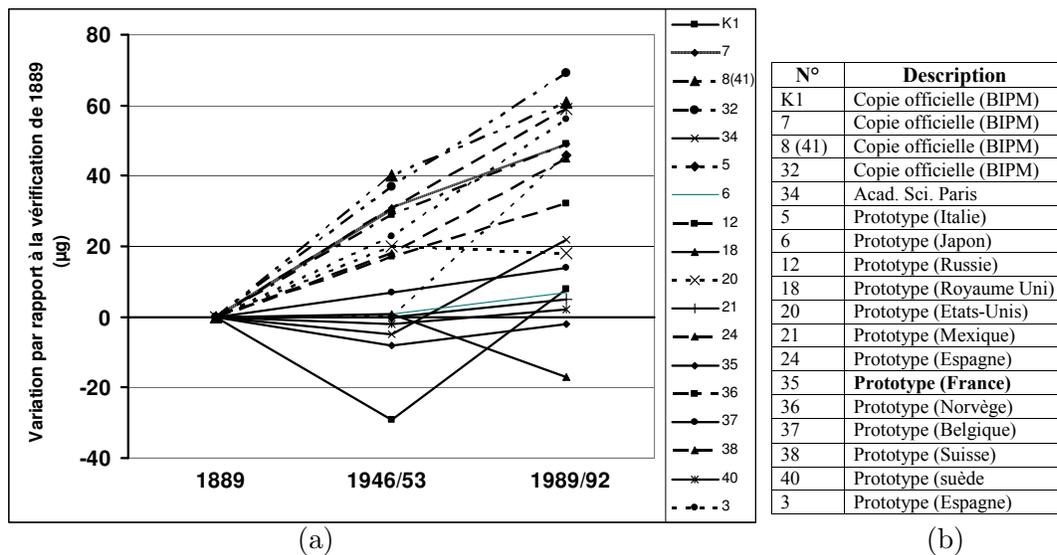


FIG. 1.3 – Dérive temporelle des prototypes nationaux du kilogramme.

kilogramme n° 18 en platine iridié, prototype national du Royaume Uni, la variation de masse en fonction du temps et du nettoyage-lavage est illustrée dans le tableau 1. À partir de 1948, le nettoyage par NPL (National Physical Laboratory, au Royaume Uni) a été abandonné puisque son efficacité est incertaine comparée au nettoyage-lavage au BIPM [35, 36].

Examinant les valeurs de gain de masse par an (Tab. 1.1, colonne 5), nous constatons que les gains de masse après chaque phase de nettoyage-lavage BIPM sont bien inférieurs à  $1 \mu g$  et ils augmentent au cours du temps. La raison de cette augmentation de gain de masse peut être la contamination de la surface du kilogramme ou alternativement de la variation au cours du temps de comportement physico-chimique du kilogramme, mais très probablement c'est une combinaison des deux. Il est également important de noter que l'écart type sur l'ensemble des données est inférieur à  $0,5 \mu g$  [36]. La répétabilité de la valeur de masse après chaque nettoyage-lavage (Tab. 1.1, colonne 3) prouve qu'il y a peu ou pas d'habillage irréversible sur le 'poids' qui ne sont pas enlevé par le procédé de BIPM. Tandis qu'une connaissance de la masse et de l'incertitude du kilogramme 18 après le nettoyage-lavage permet éventuellement d'avoir une idée

| Date     | Nettoyage BIPM | Masse ( $1\text{ kg} + \mu\text{g}$ ) | Temps écoulé /an | Gain de masse ( $\mu\text{g}/\text{an}$ ) |
|----------|----------------|---------------------------------------|------------------|---|
| 1889     | Après          | 70                                    |                  |   |
| Oct 1948 | Avant          | 141                                   | 59               | 1,2                                       |
| Nov 1948 | Après          | 71                                    | 59               | 0,017                                     |
| Mar 1978 | Avant          | 105                                   | 30               | 1,13                                      |
| Avr 1978 | Après          | 59                                    | 30               | 0,4                                       |
| Nov 1984 | Avant          | 76                                    | 6                | 2,83                                      |
| Mar 1985 | Après          | 57                                    | 7                | 0,28                                      |
| Jun 1991 | Avant          | 75                                    | 6                | 3   |
| Oct 1991 | Après          | 53                                    | 6                | 0,66                                      |
| Oct 1997 | Sans           | 61                                    | 6                | 1,33                                      |
| Dec 2000 | Sans           | 71                                    | 9                | 2   |

TAB. 1.1 – *Variation de masse en fonction du temps et du nettoyage-lavage du prototype national du Royaume Uni (kilogramme n° 18)[36].*

sur le répétabilité et la stabilité à long terme de sa masse [36]. Les problèmes de la stabilité à long terme de la masse sont accentués au niveau international, où plusieurs prototypes nationaux du kilogramme sont envoyés tous les 50 ans au BIPM pour une vérification périodique de masse et de l'effet de nettoyage-lavage.

Les évolutions observées ci-dessus ont conduit aux deux recommandations successives de la 20<sup>ème</sup> CGPM (1995 - résolution 5) puis de la 21<sup>ème</sup> CGPM (1999 - résolution 7). Après ces deux recommandations, divers pays et le BIPM recherchent des méthodes et expériences possibles permettant d'une part de suivre l'évolution de la stabilité du kilogramme et particulièrement du prototype international et d'autre part de faire évoluer la définition du kilogramme. Il s'avère que l'approche la plus prometteuse est l'expérience de la balance du watt [37] qui devrait permettre de déterminer le kilogramme en fonction de la constante de Planck et de réduire les incertitudes relatives à deux domaines de la métrologie : celui des masses et celui de l'électricité, en égalant la puissance mécanique à la puissance électrique mesurée sur la base des effets Hall quantique et Josephson.

Le BNM a pris la décision en 2000 de développer une nouvelle expérience de balance du watt [37, 38] sur la base des expériences réalisées au National Physical Laboratory (NPL, Royaume-Uni) [19, 20], au National Institute of Standards and Technology (NIST, Etats-Unis) [39, 40] et au Swiss Federal Office of Metrology and Accreditation (METAS, Suisse) [41, 42, 43].

## 1.2 Nouvelle définition possible du kilogramme : l'expérience française de la balance de watt

Le principe de l'expérience a été proposé en 1976 par B. Kibble (NPL) [19, 20]. La mesure se déroule en deux étapes : phase statique et phase dynamique.

Pendant la mesure en phase statique, nous considérons tout d'abord un bobinage parcouru par un courant d'intensité  $I$ , suspendu au bras d'une balance et immergé dans un champ magnétique  $\mathbf{B}$  (Fig. 1.4a). Le courant circulant dans le bobinage exerce une force de Laplace verticale

qui équilibre le poids  $P$  de la masse  $m$  soumise à l'accélération de la pesanteur  $g$ :

$$F_z = mg = BlI \quad (1.1)$$

$l$  est la longueur du conducteur constituant le bobinage.

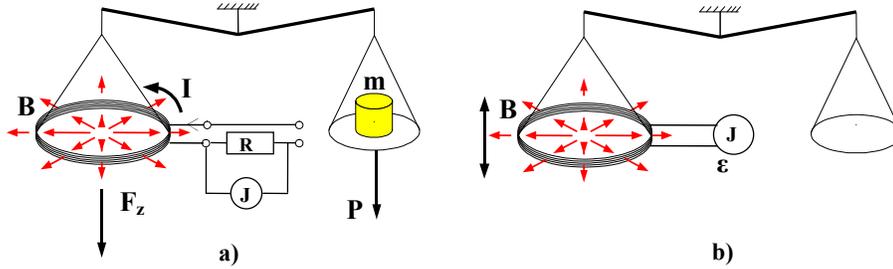


FIG. 1.4 – La balance de watt, a) phase statique : la force électromagnétique qui agit sur le bobinage où circule le courant  $I$  équilibre le poids  $mg$  de la masse, b) phase dynamique : le bobinage bouge verticalement dans le champ magnétique  $\mathbf{B}$ , ce qui induit une tension  $\varepsilon$  que l'on mesure.

Pendant la mesure en phase dynamique, le même bobinage oscille dans le même champ d'induction avec une vitesse verticale  $V = dz/dt$ , comme indiqué sur la figure 1.4b, et on mesure la tension  $\varepsilon$  induite dans le bobinage :

$$\varepsilon = BlV \quad (1.2)$$

Cette phase de mesure constitue une détermination indirecte du produit  $Bl$ . En combinant les relations (1.1) et (1.2) de telle façon que le terme  $Bl$  soit éliminé, il vient :

$$mgV = \varepsilon I \quad (1.3)$$

Cette équation, où toutes les grandeurs sont données en unités du système international, exprime l'équivalence entre puissances mécanique et électrique.

Le courant  $I$  est déterminé par la mesure de la chute de tension  $U$  qu'il provoque aux bornes d'une résistance  $R$ , l'expression de l'égalité des puissances (expression 1.3) devient :

$$mgV = \frac{\varepsilon U}{R} \quad (1.4)$$

Les valeurs des tensions et de la résistance (notées  $\varepsilon$ ,  $U$  et  $R$ ), sont mesurées par référence à l'effet Josephson\* (Esaki, Giaever et Josephson ont été récompensés du prix Nobel en 1973 pour avoir prédit cet effet) et l'effet Hall quantique† [44] (en 1980, G. Dorda, M. Pepper et K. von Klitzing ont découvert cet effet, ce qui a valu à ces derniers le prix Nobel en 1985) et aux constantes  $K_j$

\* Effet Josephson : Si l'on refroidit une fine barrière isolante entre deux supraconducteurs, et qu'elle est exposée à une radiation électromagnétique à fréquence  $f$ , la chute de tension DC  $U_j$  aux bornes de la jonction varie par valeurs discrètes  $U_j = nf\hbar/2e = nf/K_j$ , où  $K_j$  est la constante de Josephson,  $n$  un entier,  $\hbar$  la constante de Planck et  $e$  la charge électronique [44].

† Effet Hall quantique : la résistance de Hall quantique mesurée dans un semi-conducteur MOSFET à faible température et en présence d'un fort champ magnétique est quantique :  $R_H = \hbar/ie^2 = R_k/i$ , où  $R_k$  est la constante de von Klitzing et  $i$  un entier [44].

et  $R_k$ .

Par mesure en effet Josephson, nous obtenons :

$$\varepsilon = \frac{n_1 f_1}{K_j} \quad \text{et} \quad U = \frac{n_2 f_2}{K_j} \quad (\text{avec } n_1, n_2 \text{ entiers}) \quad (1.5)$$

Ainsi que par mesure en effet Hall quantique, nous obtenons :

$$R = \frac{K R_k}{i} \quad (\text{avec } i \text{ entier}) \quad (1.6)$$

La mesure de fréquence  $(f_1, f_2)$ , de rapport de résistance  $(K)$ , d'accélération de la pesanteur  $g$  et de vitesse  $V$ , l'expression 1.4 devient :

$$mgV = \frac{A}{K_j^2 R_k} \quad \text{avec} \quad A = \frac{n_1 f_1 n_2 f_2}{K} \quad (1.7)$$

Alors que l'expression 1.7 conduit à une relation entre la constante de Planck  $h$  et la masse  $m$  [44], en supposant que  $K_j$  et  $R_k$  sont assimilés respectivement à  $2e/h$  et  $h/e^2$  :

$$m = h \frac{A}{4gV} \quad (1.8)$$

C'est à l'aide d'une balance du watt que Williams et al. [45] ont obtenu la meilleure mesure de la constante de Planck en 1998, avec une incertitude de  $8,7 \times 10^{-8}$  et une valeur de  $6,62606891 \times 10^{-34}$  J s. La mesure de l'accélération de la pesanteur  $g$  s'effectue à l'aide d'un gravimètre absolu, et c'est à ce niveau que l'Observatoire royal de Belgique collabore avec METAS en apportant sa longue expérience en matière de mesure de la pesanteur.

La connaissance de  $m$  permet de déterminer la constante de Planck. Inversement, l'invariance de la constante de Planck constitue une référence à partir de laquelle la stabilité de l'étalon de masse peut être vérifiée à tout moment. Donc cette expérience serait une réalisation possible pour redéfinir le kilogramme comme unité dérivée d'un ensemble de grandeurs de base dont l'une serait définie par la constante de Planck [46].

La conséquence directe des mesures évoquées ci-dessus est une proposition possible pour faire évoluer le S.I. vers un système où aucune unité ne serait plus définie par un étalon matériel unique. Ceci a pour avantage de doter les métrologues d'une unité de masse dont la dérive est supprimée et de grandeurs électriques ayant des incertitudes proches de leur répétabilité.

La stabilité à long terme des kilogrammes de transfert, composés soit de platine iridié (90% Pt - 10% Ir) soit d'un superalliage dénommé Alacrite XSH, repose essentiellement sur les caractéristiques du matériau utilisé pour réaliser l'étalon ainsi que sur le processus de fabrication et sur les conditions de conservation de l'étalon.

### 1.3 Principales propriétés d'un matériau destiné à la fabrication d'étalon de masse

Les principaux critères de choix d'un matériau pour la fabrication d'un étalon de masse de référence utilisé dans la balance du watt sont :

**1- une faible susceptibilité magnétique** : pour éviter les interactions avec les champs magnétiques environnants,

**2-** *une microstructure homogène* : en particulier absence de porosités, de cavités, et d'inclusions, afin de réduire les phénomènes de dégazage et d'absorption,

**3-** *une dureté suffisante* : pour faciliter l'usinage, le polissage et pour réduire l'usure lors des manipulations de la masse,

**4-** *une forte masse volumique* : afin de réduire la surface active et pour limiter les échanges superficiels avec l'air et les polluants ambiants,

**5-** *une bonne résistance aux altérations chimiques* : du point de vue de la corrosion, l'oxydation ou de la réaction aux solvants de nettoyage,

**6-** *un faible coefficient de dilatation thermique et une bonne conductivité thermique* : pour minimiser les effets de température lors de passages dans l'air,

**7-** *une conductivité électrique suffisante* : afin d'éviter l'accumulation de charges électrostatiques.

La forme des étalons de masse au niveau primaire a été choisie de manière à minimiser leur surface active. La forme sphérique n'a pas été retenue pour des raisons de réalisation et de manipulation. Donc la forme cylindrique a été adoptée, la hauteur est égale au diamètre pour minimiser la surface active.

Comme vous l'avez remarqué dans le paragraphe précédent, l'étalon de masse de transfert qui est destiné à l'application de la balance du watt sera placé à quelques dizaines de centimètres d'un circuit magnétique délivrant une forte induction. Il sera donc soumis au champ résiduel du circuit magnétique et qui provoquera des forces magnétiques [47]. Afin de réduire ces dernières, le matériau constituant l'étalon de masse de transfert doit non seulement avoir une susceptibilité magnétique volumique la plus faible possible (de l'ordre de  $10^{-5}$ ) mais aussi toutes les propriétés indispensables aux alliages de la métrologie des masses citées ci-dessus. L'utilisation de l'alliage en platine iridié pour la réalisation des masses de transfert, pose le problème de sa perméabilité magnétique qui, bien que faible, est encore trop élevée au regard du flux magnétique engendré par le circuit magnétique.

Dans un premier temps, l'or pur a semblé le meilleur candidat en raison de sa faible susceptibilité magnétique volumique ( $-3,4 \times 10^{-5}$ ) mais c'est un matériau de faible dureté. Donc il est difficile à usiner, à polir et à manipuler. L'alliage or platiné (Au 90% - Pt 10%) semble avoir les propriétés exigées en termes de susceptibilité magnétique volumique ( $-2,5 \times 10^{-5}$ ), de masse volumique ( $19000 \text{ kg.m}^{-3}$ ) et de dureté (180-220 *Vickers*) [48]. Le premier échantillon fabriqué en or platiné par la société Johnson Matthey n'a pas donné satisfaction en termes d'homogénéité et de dureté. L'interaction entre la surface d'un étalon de masse et l'environnement est liée, entre autres, au matériau lui-même et à son histoire depuis sa fabrication.

## 1.4 Procédé de fabrication de l'alliage de platine iridié

La méthode de fabrication d'alliage de platine iridié doit produire un alliage homogène, à forte masse volumique et à grain fin approprié à l'usinage au diamant [51]. Cet alliage est obtenu par la société Johnson Matthey à partir de mousse vierge de platine et d'iridium ; il doit contenir en masse, ( $10 \pm 0,25\%$ ) d'iridium et pas plus de 0,2% au total de rhodium, de palladium et ruthénium, pas plus de 0,05% de fer et de 0,02% d'autres éléments et tout le reste en platine. La masse volumique finale de l'alliage ne doit pas être inférieure à  $21530 \text{ kg.m}^{-3}$ .

L'alliage est d'abord coulé en un seul bloc d'environ 6 cm  $\times$  6 cm  $\times$  18 cm. Il est ensuite forgé à chaud, entre 1000 °C et 1300 °C. La billette forgée est alors livrée au NPL (National Physical

Laboratory -Royaume Uni), où elle est extrudée à 1200 °C en utilisant le verre comme lubrifiant, pour donner un cylindre d'environ 4,3 cm de diamètre. On procède ensuite à des radiographies par rayon gamma pour vérifier l'absence de cavités. En plus, deux rondelles sont envoyées au BIPM pour un examen de la qualité de leur surface. Si toutes les analyses sont satisfaisantes, le lingot est livré en totalité au BIPM où il est débité en ébauches de 4,3 cm de longueur. Ensuite, chaque ébauche est d'abord usinée grossièrement au moyen d'un outil en carbure de tungstène pour donner un cylindre droit de 40 mm de diamètre et de 40 mm de longueur.

L'usinage s'effectue à l'aide d'un outil à pointe de diamant pour obtenir un poli suffisamment bon pour procéder à la mesure de la masse volumique par pesée hydrostatique. Après la détermination de la masse volumique, une des faces planes de l'ébauche est ensuite usinée au diamant pour obtenir un bon poli. La surface cylindrique est usinée également à l'aide de l'outil à pointe de diamant jusqu'au diamètre final de 39,17 mm tout en ayant un état de surface définitif. Ce diamètre a été prévu pour être très proche de la hauteur du cylindre terminé. L'opération de biseautage est effectuée de telle manière que la quantité de matière à enlever à chaque étape est soigneusement calculée. Afin de réaliser cela avec une exactitude suffisante, l'appareil est équipé d'indicateurs numériques de position, avec une résolution de 1  $\mu m$  pour le déplacement longitudinal.

Une fois la surface cylindrique, la face plane et la série de biseaux terminés, on procède à l'élimination des dernières bavures visibles au microscope à l'aide d'un morceau de bois dur recouvert de pâte de diamant à grains de 0,1  $\mu m$ . Cette opération est effectuée avant d'enlever l'ébauche du tour.

Le lingot est ensuite monté dans une pince en nylon pour pouvoir usiner au diamant la seconde face plane et procéder à l'ajustage final de la masse au cours de la seconde opération de biseautage. Après le dernier biseau, à 79 °C, la masse est environ 1 kg + 2 mg, l'ajustage final est effectué manuellement en enlevant les bavures avec le morceau de bois précédent. Après l'ajustage final la masse est de 1 kg  $\pm$  1 mg. On procède enfin au nettoyage et lavage (selon la méthode de BIPM) de l'étalon prototype pour enlever toute trace de lubrifiant nécessaire au travail de l'outil à diamant. La procédure de nettoyage et de lavage des prototypes en platine iridié utilisée au BIPM sera l'objet du prochain paragraphe.

Pour caractériser la surface d'un nouvel étalon, il faut attendre environ une année après sa fabrication afin de laisser le temps aux phénomènes superficiels de chimisorption, d'oxydation et de ségrégation de se stabiliser suffisamment. En plus, l'homogénéité et la dureté sont liées à la nature de l'alliage et aussi à la méthode de fabrication.

## 1.5 Procédure de nettoyage-lavage des prototypes en platine iridié utilisée au BIPM

*Gläser et Mecke* [52] ont étudié pendant 22 mois l'influence de différentes procédures de nettoyage-lavage sur des étalons en acier. Ils ont employé diverses méthodes de nettoyage :

- 1- nettoyage par frottement soit avec un chiffon de lin, ou bien une peau de chamois traitée,
- 2- lavage à la vapeur d'éthanol dans un appareil de Soxhlet (appareil utilisé normalement par le chimistes pour effectuer des extractions),
- 3- nettoyage-lavage à la vapeur d'eau selon la méthode du BIPM [53],
- 4- lavage aux ultrasons soit dans de l'eau soit dans de l'éthanol.

Ils ont obtenu des résultats équivalents en lavant les masses soit à la vapeur d'éthanol, soit à la vapeur d'eau, ou bien aux ultrasons. Ils ont également montré que le nettoyage avec une peau de chamois donnait une recontamination des masses ce qui n'était pas observé avec un chiffon de lin. D'autres études ont été réalisées par *Myklebust* du NMS (National Measurement Service - Norvège) sur des étalon en acier inoxydable de 1 et 5 *kg* [54, 55].

Parmi toutes les méthodes, nous nous intéressons à la méthode utilisée au BIPM et qui a été appliquée sur la plupart des étalons que nous étudierons.

La procédure actuelle de nettoyage-lavage employée au BIPM consiste à utiliser des peaux de chamois que l'on fait tremper 48 heures dans un mélange à parts égales d'alcool et d'éther. Les peaux de chamois sont essorées et un deuxième trempage voir un troisième sont nécessaires pour nettoyer correctement les peaux. Lors du nettoyage, les étalons sont frottés avec une pression de l'ordre de 10 *kPa* sur toute leur surface à l'aide de morceaux de peau de chamois traitées et imbibées de mélange alcool-éther. Ensuite, le lavage est effectué à l'aide d'un jet de vapeur d'eau bidistillée. Le jet de vapeur, avec un débit d'environ de 0,5 *l/h*, est d'abord envoyé sur l'une des bases de l'étalon qui peut tourner autour de son axe vertical ; ce jet est dirigé successivement sur toutes les parties de la surface. Après quelques minutes, le jet balaye la surface cylindrique de l'étalon qui peut également être déplacé verticalement. Après cette opération, l'eau condensée sur la surface du prototype qui ne s'est pas écoulée est alors absorbée avec du papier filtre dont la tranche est mise au contact de chaque goutte. On peut également chasser cette eau par un jet de gaz propre [53].

## 1.6 Etalons de masse secondaires en alacrite XSH

Afin de garantir une stabilité de masse, l'usage du prototype national doit être strictement limité. En effet, toute utilisation de prototype peut entraîner des instabilités de sa masse qui se répercuteront inévitablement sur l'ensemble de la chaîne nationale d'étalonnage des masses. C'est pourquoi, il est indispensable de disposer d'un ensemble organisé de kilogrammes secondaires raccordés au prototype national.

Les kilogrammes secondaires ayant la plus faible incertitude d'étalonnage sont en platine iridié comme le prototype international et le prototype national français, mais, compte tenu de la fragilité des étalons en platine iridié du fait de la faible dureté de ce matériau, en 1975, l'INM a choisi de réaliser ses kilogrammes étalons secondaires dans un alliage dénommé commercialement alacrite *XSH*, un superalliage hypereffort. Ces étalons sont destinés à être raccordés au prototype national du kilogramme tous les cinq à dix ans avec une incertitude relative de l'ordre de  $10^{-8}$  [57]. A noter que la France est le seul pays à utiliser l'alacrite *XSH* et le platine iridié pour la fabrication de ses étalons de masses secondaires. Le processus de fabrication de kilogramme étalon en Alacrite a été réalisé par la société Aubert et Duval (France). Il est obtenu par laminage et forgeage à chaud sous vide entre 950 °C et 1250 °C. Il subit ensuite un vieillissement sous vide pendant 15 jours [56]. Il se compose de : 55 % de cobalt, 20 % de chrome, 15 % de tungstène et 10 % de nickel. Sa masse volumique est de l'ordre de 9150 *kg.m*<sup>-3</sup> et pour que sa surface géométrique soit minimale, la forme cylindrique a été adoptée avec une hauteur égale à son diamètre (52 *mm*), ce qui correspond, pour un kilogramme, à une surface géométrique de l'ordre de 127 *cm*<sup>2</sup>. Pour un étalon en platine iridié de masse volumique voisine de 21500 *kg.m*<sup>-3</sup> la surface géométrique est de l'ordre de 72 *cm*<sup>2</sup> (figure 1.3).

Les étalons en alacrite sont usinés de manière judicieuse pour leur donner un état de surface exploitable par les techniques de polissage utilisées.

Le polissage doit s'effectuer sur toute la surface de l'étalon : faces planes, surface cylindrique. Il est réalisé semi-automatiquement pour la surface cylindrique et manuellement au moyen d'un banc de polissage et d'un touret à polir pour les deux faces planes. On utilise des papiers abrasifs en carbure de silicium de tailles de grain allant de 80 à 20  $\mu\text{m}$  et de la poudre diamantée sous forme soit pulvérisée soit de pâte avec des tailles de grain allant de 6 à 0,25  $\mu\text{m}$ . Entre chaque changement de grain de polissage, une opération de nettoyage au bain ultrasonique des éléments est effectuée. En ce qui concerne le polissage de la surface cylindrique [58] : l'opération



FIG. 1.5 – Photographie des deux étalons : à gauche le kilogramme de transfert en platine iridié avec sa paire de pinces de manipulation et son support à double cloche de verre pour sa conservation, à droite le kilogramme de transfert en Alacrite XSH avec sa paire de pinces de manipulation et sa boîte de transfert en acier inoxydable.

est effectuée sur un banc équipé d'un porte-échantillon rotatif. Sur ce dernier, on fixe un plateau comportant un dispositif en forme de mâchoire. Ce dispositif permet de maintenir le cylindre à polir entre deux butées-roulements à flasques en caoutchouc. Le centrage du cylindre est effectué sur un marbre et contrôlé au moyen d'un comparateur. On procède en deux phases :

- prépolissage à l'eau avec des papiers abrasifs autocollants de grain en carbure de silicium de 80 à 20  $\mu\text{m}$  ;
- polissage sur drap de polissage imprégné du lubrifiant approprié et de poudre diamantée de grains allant de 6 à 0,25  $\mu\text{m}$ .

A chaque changement de granulométrie d'abrasifs une parfaite propreté est nécessaire afin d'éviter la transport d'abrasifs plus gros aux passes plus fines qui suivent. L'étalon est également nettoyé aux ultrasons à chaque changement de grain. Il est important de noter qu'il faut absolument utiliser plusieurs plateaux de polissage selon le type d'abrasif utilisé. Dans le cas où tout le système va rester quelque temps sans utilisation, il est recommandé de le démonter entièrement afin de le nettoyer soigneusement et ensuite de le graisser.

L'opération de polissage des faces planes est faite manuellement en effectuant un mouvement de louvoisement en 8 sur le plateau rotatif d'une polisseuse [58, 59]. L'opérateur est équipé de gants de coton qu'il change à chaque changement de grain de polissage. Il applique la face à polir sur le plateau de polissage en rotation en effectuant le mouvement louvoisement en 8. Les phases de polissage sont identiques à celles employées pour la surface cylindrique. Mais dans la phase finale du polissage des faces planes, l'étalon est régulièrement pesé sur un comparateur de kilogrammes ayant une résolution de 10  $\mu\text{g}$  afin de contrôler l'ajustage de sa masse. Cette dernière opération est la plus délicate car il faut surveiller en permanence l'état de surface en évitant l'apparition d'une surface dite en 'peau d'orange' [58].

## 1.7 Objectif de l'étude

L'Institut National de Métrologie (BNM-INM) a pour mission de proposer des étalons de masse étalonnés ou raccordés au prototype national. Le contrôle des étalons par le BNM-INM est essentiel vis à vis, entre autres, des industries qui doivent garantir une production calibrée. Les étalons de masse voient leur masse évoluer au cours du temps du fait de l'évolution de leur état de surface. Pour comprendre le vieillissement des étalons, il est important de caractériser leur surface avec des techniques performantes et non destructrices. Les mesures sont effectuées au BNM-INM par rugosimétrie optique et par réflectométrie X. Les deux techniques sont limitées en résolution latérale à la demi-longueur d'onde de la lumière utilisée pour les mesures. Le but est de caractériser la rugosité de surfaces planes et cylindriques des étalons de masse avec une résolution sub-longueur d'onde. L'étude effectuée dans le cadre d'une collaboration entre le LPUB-UMR5027 et le BNM a pour objet l'analyse de l'évolution de la surface des étalons de masse et d'étudier également l'effet du polissage et du nettoyage-lavage sur les surfaces des étalons.

Cette étude entre dans un axe de recherches soutenu par les projets EUROMET MASS PROJECT 551 et 734 dont le laboratoire pilote est le BNM-INM. Les laboratoires qui participent au projet 551 sont : Naval Air Warfare Centre (USA), National Institute of Standards and Technology (USA), Swedish National Testing and Research Institute. En revanche, ceux qui participent au projet 734 sont : centre des matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors Equilibre (LEMHE) à l'université de Paris-Sud, Laboratoire de Physique au CNAM (LPCnam), BIPM, METAS SP. L'objectif du projet 551 est de trouver des techniques performantes et non destructrices de caractérisation des surfaces, et d'effectuer une comparaison entre elles. Il s'agit également d'étudier l'effet du polissage et du nettoyage-lavage sur les surfaces de plusieurs alliages. En revanche, l'objectif du projet 734 est de sélectionner le nouvel alliage métallique tout en respectant les propriétés principales de fabrication d'étalon de masse et surtout d'avoir une très faible susceptibilité magnétique. Cet alliage sera ensuite utilisé pour fabriquer la masse de transfert pour l'application de l'expérience de la balance du watt.

Dans le cadre de ces deux projet, nous proposons d'utiliser une technique dite en champ proche pour caractériser ces surfaces. Développées depuis une dizaine d'années, les mesures en champ proche, qui incluent la microscopie à effet tunnel électronique, la microscopie à force atomique et les microscopies dites en champ proche optique, ont montré leur grand potentiel. Nous proposons deux types de mesures : mesures de type *shear-force* non optique pour déterminer la topographie locale de la surface et mesures en champ proche optique pour approfondir l'analyse de la surface par mesure optique localisée à une échelle submicrométrique.

Pour quantifier les phénomènes de vieillissement des étalons de masse, une analyse de l'évolution de la topographie des surfaces de ces derniers et de la structure du champ proche optique diffracté par les défauts de ces surfaces est menée. Les mesures optiques apporteront des informations complémentaires de celles qui sont obtenues topographiquement.

Differentes méthodes de caractérisation de la rugosité de la surface ont vu le jour ces dernières décennies. Elles diffèrent par leur principe, par la résolution qu'elles permettent d'atteindre et par le type d'informations qu'elles apportent, à savoir : le profil, l'image des défauts, les paramètres statistiques représentatifs de la rugosité de surface (hauteur quadratique moyenne, longueur de corrélation, ...) [13]. Dans le prochain chapitre, nous présenterons quelques techniques de caractérisation de la surface, ceci permet de donner une idée de la diversité des appareils consacrés à ce champ d'application.

---

## Chapitre 2

# Caractérisation des surfaces rugueuses et application du microscope en champ proche à leur étude

Dans ce chapitre, nous détaillerons les principales techniques de caractérisation de surface utilisées aussi bien dans la recherche que dans des applications industrielles. Nous verrons pour chacune d'elles, à travers quelques rappels théoriques, l'intérêt qu'elles présentent et les informations qu'elles peuvent fournir pour la caractérisation des types d'échantillons qui nous intéressent (alliages utilisés en métrologie des masses). Il ne s'agit pas dans ce chapitre de privilégier une technique par rapport à d'autre, mais seulement d'expliquer leurs principes de fonctionnement à travers les informations qu'elles peuvent fournir et les fréquences spatiales auxquelles elles donnent accès.

### 2.1 Caractérisation d'une surface rugueuse

La surface d'un corps, au sens physique du terme, est l'interface entre celui-ci et le milieu environnant, généralement l'air. Elle est donc le siège d'interactions plus ou moins grandes entre les atomes du corps considéré et ceux du milieu extérieur. Ces interactions dépendent fortement de l'aire de la surface mise en jeu : on parle dans ce cas de surface active qui tient compte de la rugosité. Les surfaces jouent donc un rôle important lors de la fabrication ou de l'utilisation des matériaux dans les domaines de la microélectronique et l'optique. La rugosité, la morphologie sont des paramètres importants qui influent sur la qualité optique et mécanique d'une surface et sur ses caractères physico-chimiques. Son contrôle, préférentiellement par des moyens non destructifs, est aujourd'hui nécessaire en recherche pour les domaines tels que l'optoélectronique, la mécanique de précision ou encore la métrologie des masses [13].

Pour caractériser une surface, les mathématiciens la définissent par une équation, alors que les physiciens et les chimistes doivent observer et analyser ses propriétés à l'aide de techniques de caractérisation. Le choix des techniques dépend fortement du type d'échantillon à caractériser et du type d'information que l'on désire obtenir. Elles diffèrent par leur principe, par la résolution qu'elles permettent d'atteindre et par le type d'informations qu'elles apportent, par exemple : le profil, l'image des défauts, la densité spectrale de puissance appelée aussi spectre de rugosité

ainsi que les paramètres statistiques représentatifs de la rugosité de surface (hauteur quadratique moyenne  $\delta$ , longueur de corrélation  $\sigma$  [13, 60]). Tous ces moyens de caractérisation répondent à un intérêt croissant pour la rugosité en tant que paramètre influant sur de nombreux phénomènes physiques ou physico-chimiques.

Nous pouvons définir une surface du point de vue de la géométrie analytique comme l'ensemble des points de coordonnées  $x$ ,  $y$  et  $z$  vérifiant une équation de la forme :  $F(x,y,z) = 0$ . À partir de cette fonction on détermine point par point les différences de hauteurs par rapport au plan de référence. Elle permet également de représenter en tout point l'écart entre la topographie mesurée et la surface moyenne.

Quand nous voulons déterminer les caractéristiques physiques d'une surface à partir de l'analyse d'un profil (2D) et/ou d'une image (3D) mesurée, deux questions majeures se posent : quelle définition mathématique peut-on donner à la rugosité, puisque c'est l'information que l'on cherche à déterminer, et comment peut-on la quantifier?

### 2.1.1 Rugosité de la surface

La rugosité d'une surface bidimensionnelle peut se définir à partir de  $h(\vec{r}) = h(x,y)$ , hauteur au point  $M(x,y)$  de la surface. Dans le cas unidimensionnel (Fig. 2.1), les différents points de la surface sont définis par leur cote et déterminées par rapport à un plan moyen. La ligne moyenne d'une surface représentée par un profil unidimensionnel décrit par  $N$  points de mesure est [13, 60] :

$$h_{moy} = \frac{1}{N} \sum_i h(x_i) \quad (2.1)$$

Dans le cas d'un profil bidimensionnel décrit par  $N^2$  points de mesure la ligne moyenne devient :

$$h_{moy} = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j} h(x_i, y_j) \quad (2.2)$$

La rugosité peut avoir plusieurs définitions. Nous pouvons mesurer par exemple pour une surface granuleuse, la hauteur des grains ; et nous parlons alors de rugosité apparente. Nous définissons aussi la rugosité moyenne ou bien l'écart moyen arithmétique  $R_a$  et/ou la rugosité quadratique moyenne  $\delta$  (ou RMS : Root Mean Square).

La rugosité moyenne  $R_a$  (En anglais : Average roughness) représente la moyenne arithmétique des écarts  $h(x_i, y_j)$  d'une surface décrite par un profil bidimensionnel de  $N^2$  points :

$$R_a = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j} |h(x_i, y_j) - h_{moy}| \quad (2.3)$$

Le paramètre le plus utilisé pour caractériser la rugosité est la hauteur quadratique moyenne  $\delta$  (noté aussi  $R_q$ ) [61]. C'est la valeur moyenne des carrés des écarts  $h_{i,j}$  par rapport à la ligne moyenne :

$$\delta = R_q = \sqrt{\frac{1}{N^2} \sum_{i,j} (h(x_i, y_j) - h_{moy})^2} \quad (2.4)$$

La longueur de corrélation renseigne sur la distance moyenne séparant deux aspérités voisines [62, 63]. Elle est définie comme étant la distance entre le point où la fonction d'autocorrélation est maximale, c'est-à-dire à l'origine, et le point où celle-ci est multipliée par  $1/e$  [61].

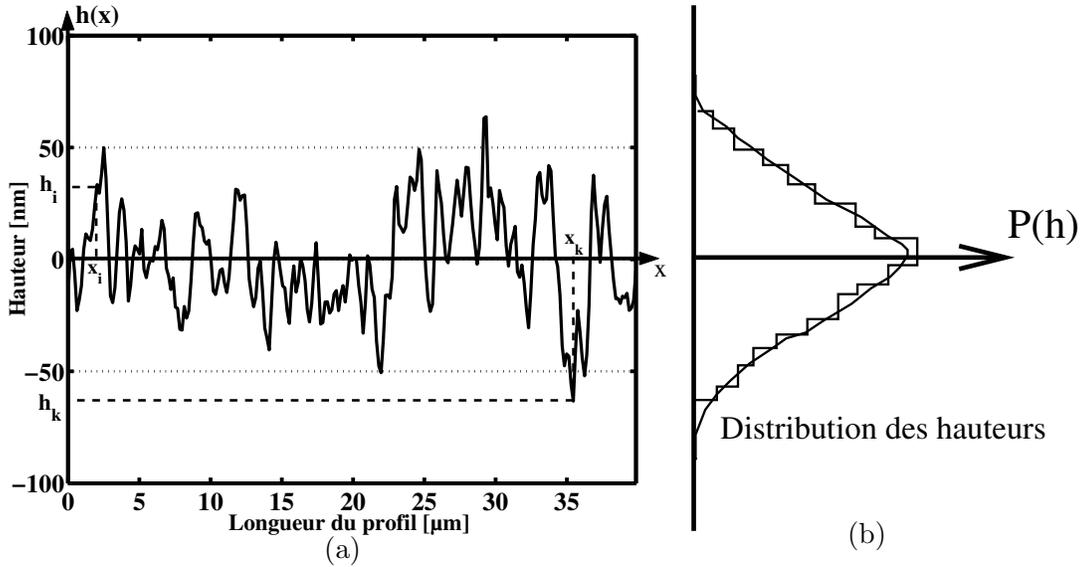


FIG. 2.1 – Représentation schématique d'une surface rugueuse de longueur  $L$ , échantillonnée avec  $N$  points. a) profil de surface, b) distribution des hauteurs associé au profil

La rugosité déterminée à partir de l'expression (2.4) est dépendante des conditions de mesures, telle que : la taille du domaine observé, -dans le cas de microscopie en champ proche- les dimensions de la sonde. De plus, la taille de la sonde limite la résolution latérale, le profil relevé ne suit pas exactement le profil réel de la surface (nous verrons ce phénomène plus en détail à la fin du chapitre) . Si le pas d'échantillonnage est plus grand que les dimensions de la sonde c'est lui maintenant qui limite la résolution latérale. Donc la rugosité mesurée est liée à la gamme des fréquences spatiales accessibles par le dispositif de mesure.

### 2.1.2 Fonction d'autocorrélation et Densité Spectrale de Puissance.

Le profil  $h(\vec{r})$  de la surface permet de définir la répartition des hauteurs des défauts sur la surface. Ce dernier est représenté bidimensionnellement par  $h(x,y)$ .

Nous supposons que les surfaces obéissent à une statistique normale. Lorsque nous observons une surface aléatoire échantillonnée avec un nombre de points  $N^2$  suffisamment élevé, en général, nous obtenons une surface aléatoire stationnaire de profil  $h(\vec{r})$ . Donc  $h(\vec{r})$  et  $h(\vec{r}-\vec{\tau})$  deviennent des variables aléatoires indépendantes de  $\vec{r}$  pour  $\vec{\tau}$  suffisamment grand (hypothèse de stationnarité)\*. La surface est également ergodique (hypothèse d'ergodicité)<sup>†</sup>. La moyenne  $m$  effectuée sur la surface pour un ensemble d'événements au point  $\vec{r} = (x,y)$  conduit aux espérances mathématiques de la façon suivante :

$$m(\vec{r}) = E\{h(\vec{r})\} = \lim_{S \rightarrow \infty} \frac{1}{S} \int_S h(x,y) dx dy \quad (2.5)$$

\* hypothèse de stationnarité: les paramètres statistiques sont indépendant du point de la surface considéré.

<sup>†</sup> hypothèse d'ergodicité: la surface est ergodique, c'est-à-dire que l'on peut remplacer les espérances mathématiques  $E$  par des intégrales sur l'ensemble des  $\vec{r}$ .

De même, nous définissons l'érgodicité pour la covariance par la fonction suivante :

$$E\{h(\vec{r})h(\vec{r}-\vec{\tau})\} = \lim_{S \rightarrow \infty} \frac{1}{S} \int_S h(\vec{r})h(\vec{r}-\vec{\tau})dxdy = G(\vec{\tau}) \quad (2.6)$$

S désigne l'étendue de la surface.

Cette dernière équation montre que la covariance d'une fonction aléatoire stationnaire ergodique  $h(\vec{r})$  est donnée par la fonction d'autocorrelation  $G(\vec{\tau})$ . La fonction d'autocovariance n'est donc identique à la fonction d'autocorrélation (*f.a.c.*) que dans le cas d'une surface aléatoire.

La détermination de la rugosité  $\delta$  est liée à la fenêtre des fréquences spatiales accessibles avec le dispositif de mesure. Dans l'espace indirect la fonction qui lie la rugosité à la fréquence spatiale est la densité spectrale de puissance, appelée aussi spectre de rugosité.

La densité spectrale de puissance (*dsp*) est la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation des aspérités de la surface. Alors, la *dsp* à deux dimensions est exprimée par [69, 5]:

$$\gamma(\vec{\omega}) = \frac{1}{4\pi^2} \int_S \Gamma(\vec{r})exp(-j\vec{\omega}\vec{r})dS \quad \text{avec } dS = dxdy \quad (2.7)$$

$\vec{\omega}$  étant la pulsation spatiale, égale à  $2\pi\vec{\nu}$  où  $\vec{\nu}$  est la fréquence spatiale :  $\vec{\nu} = \frac{\vec{\omega}}{2\pi}$ .

Le spectre s'exprime aussi en fonction du carré de la transformée de Fourier du profil de la surface :

$$\gamma(\vec{\omega}) = \frac{4\pi^2}{S} |\hat{h}(\vec{\omega})|^2 \quad (2.8)$$

$\hat{h}(\vec{\omega})$  étant la transformée de Fourier à deux dimensions calculée par :

$$\hat{h}(\vec{\omega}) = \frac{1}{4\pi^2} \int_{\vec{r} \in S} h(\vec{r})exp(-j\vec{\omega}\vec{r})dxdy = \frac{1}{4\pi^2} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} h(\vec{r})exp(-j\vec{\omega}\vec{r})dxdy \quad (2.9)$$

La fonction qui exprime la rugosité  $\delta$  en fonction de la pulsation et de la *dsp* est alors donnée par l'expression suivante [69]:

$$\delta^2 = G(0) = \frac{1}{S} \int_S h^2(x,y)dxdy = \int_{\vec{\omega}} \gamma(\vec{\omega})d\vec{\omega} \quad \text{avec } d\vec{\omega} = d\omega_x d\omega_y \quad (2.10)$$

## 2.2 Techniques de caractérisation de surface

Il est souvent nécessaire d'avoir recours à plusieurs techniques afin d'élucider les différents phénomènes de surface, car il n'existe pas de technique unique capable de fournir toutes les informations sur la morphologie d'une surface. Il apparaît plus raisonnable de commencer par une description schématique des toutes les techniques. Cette description permet dans un premier temps de raisonner à partir d'analogies ou d'images physiques simples, mais il ne faut pas perdre de vue que notre but est de présenter le principe de fonctionnement ainsi que les avantages et les inconvénients de chaque technique [13, 60].

Le principe général de toute méthode de caractérisation est basé sur un même principe qui consiste d'une part, à envoyer une sonde sur une surface afin de créer une interaction sonde-surface et d'autre part, à analyser la réponse que l'on obtient (Fig.2.2). Donc la sonde joue le rôle d'une excitation qui peut être un faisceau de particules énergétiques, un rayonnement électromagnétique, un champ électrique et magnétique, un palpeur mécanique, etc. Les interactions du rayonnement électromagnétique avec l'ensemble des particules d'une surface métallique

sont décrites par les équations de Maxwell où les concepts de niveau d'énergie atomique et de photon font leur apparition. La réponse de la surface à cette excitation peut être 'externe' avec émission d'un rayonnement ou d'une particule ou circulation d'un courant, mais elle peut avoir lieu de manière 'interne' (peuplement de pièges dans le métal). La Fig. 2.2 illustre schématiquement et de façon simple, le principe général des différentes méthodes de caractérisation d'une surface.

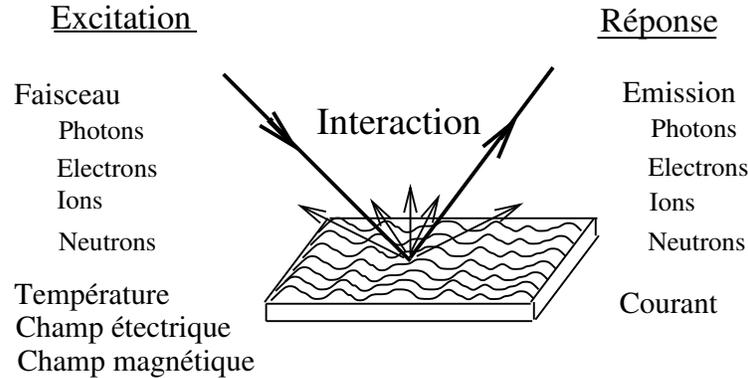


FIG. 2.2 – Principe général des méthodes de caractérisation.

Dans le cadre d'une collaboration avec le Bureau National de Métrologie (BNM) dans deux projets EUROMET MASS 551 et 734 dont le laboratoire pilote est le BNM-INM/CNAM, notre laboratoire (LPUB) collabore avec plusieurs autres laboratoires parmi lesquels: Laboratoire de Physique (LP-CNAM), Ecoles des Mines de Paris, Naval Air Warfare Center, National Institute of Standards and Technology et Swedish National Testing. Chaque laboratoire possède une technique de caractérisation différente. Nous allons nous limiter dans cette étude à quelques unes des techniques intégrées dans cette collaboration. Elles sont divisées en deux catégories: techniques de caractérisation en champ lointain et en champ proche.

### 2.2.1 Techniques de caractérisation en champ lointain

Leurs principes ont été déduits de la théorie vectorielle de la répartition angulaire de la lumière diffusée (ARS: Angle Resolved Scattering). Cette théorie permet de déterminer par une approximation du premier ordre la rugosité d'une surface à partir de deux paramètres: la hauteur quadratique moyenne  $\delta$  (RMS: Root-Mean-Square) et la longueur de corrélation [70, 71, 72, 6]. Cette méthode de détermination de la rugosité reste valable à condition que l'hypothèse  $\delta \ll \frac{\lambda}{\cos\theta_0}$  soit respectée ( $\theta_0$  est l'angle d'incidence et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident).

En général, lorsqu'on envoie une onde lumineuse sur une surface parfaitement lisse, on observe uniquement la réflexion spéculaire, conformément aux lois de l'optique géométrique. Plus une surface est rugueuse, plus on observe de la lumière diffusée dans des directions autres que celle de la réflexion spéculaire. Dans ce cas, les aspérités de la surface se comportent à leur tour comme une source lumineuse excitée par l'onde électromagnétique incidente. Elles peuvent être assimilées à des dipôles de Hertz parcourus par des courants de polarisation. Ces dipôles émettent alors, à la manière d'une antenne, des ondes électromagnétiques dans tout le demi-espace contenant l'onde incidente.

Parmi les techniques de caractérisation en champ lointain, on trouve le rugosimètre optique et le réflectomètre à rayons X.

### 2.2.1.1 Rugosimètre optique du BNM-INM

Cet instrument a été installé au laboratoire du BNM par Chouki Zerrouki, et le lecteur intéressé trouvera dans sa thèse une multitude de précisions sur son fonctionnement [6]. Nous aborderons ici seulement quelques points importants.

Son principe est basé sur la mesure de répartition angulaire de la lumière diffusée par la surface. Cette dernière est éclairée en lumière monochromatique polarisée, et on relève la répartition angulaire du flux lumineux qui est diffusé dans un petit angle solide autour d'une direction contenue dans le plan d'incidence (Fig. 2.3) [6, 13]. Pour une lumière incidente polarisée TE<sup>‡</sup>

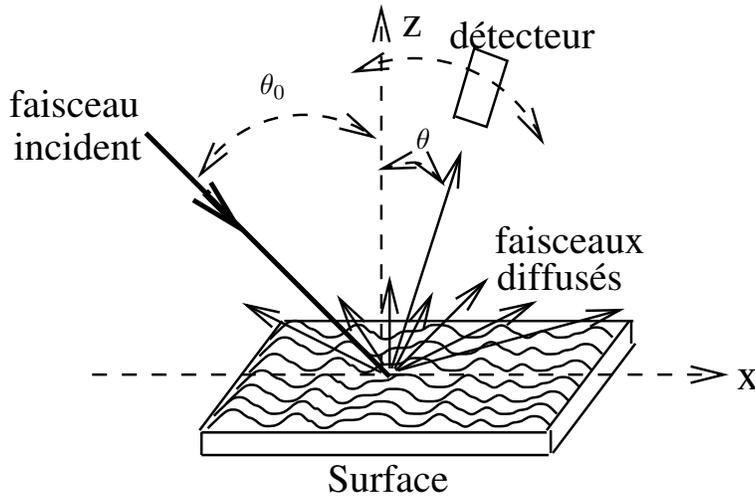


FIG. 2.3 – Répartition angulaire de la lumière diffusée

(appelée aussi S) ou TM<sup>§</sup> (appelée aussi P), la relation (2.11) fait le lien entre la rugosité et la lumière diffusée dans le plan d'incidence [6, 13, 70, 73, 74].

$$\frac{d\phi}{\phi_i^0 d\Omega} = \frac{1}{4} \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^4 \frac{1}{\cos\theta_0} |W_i|^2 |S(\Delta\vec{k})|^2 \quad (2.11)$$

$\frac{d\phi}{d\Omega}$  est le flux lumineux diffusé par unité d'angle solide dans la direction  $\theta$ , où  $d\Omega$  représente l'angle solide sous lequel la lumière diffusée parvient au détecteur.  $\phi_i^0$  est le flux lumineux incident.

Cette relation contient deux contributions à la lumière diffusée :

- l'une traduite par  $|S(\Delta\vec{k})|^2$  dépend de la rugosité, et représente la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation de la surface considérée.
- l'autre, incluse dans le reste de la formule est fonction des propriétés optiques, elle contient des termes connus, qui reflètent la dépendance de la longueur d'onde  $\lambda$ , des angles d'incidence  $\theta_0$  et de diffusion  $\theta$ , ainsi que de la permittivité diélectrique du matériau étudié  $\varepsilon$ .

<sup>‡</sup> On appelle TE (transversale électrique) le cas où le champ électrique incident est perpendiculaire au plan d'incidence.

<sup>§</sup> On appelle TM (transversale magnétique) le cas où le champ électrique incident est parallèle au plan d'incidence.

L'indice  $i$  désigne la polarisation  $S$  ou  $P$  des ondes incidentes et diffusées.  $\Delta\vec{k} = \vec{k}_{inc} - \vec{k}_{diff}$ , représente la différence entre le vecteur d'onde de la lumière incidente et celui de la lumière diffusée. Son module s'écrit :

$$|\Delta\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda} |(\sin\theta_0 - \sin\theta)| \quad (2.12)$$

Le terme  $W_i$  est appelé fonction dipôle. Il est exprimé en fonction de la permittivité diélectrique et des angles d'incidence et de diffusion [6, 13, 75], et a pour expression :

- en polarisation S :

$$W_s = (\varepsilon - 1) \frac{4\cos\theta_0\cos\theta}{(\cos\theta_0 + \sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta_0})(\cos\theta + \sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta})} \quad (2.13)$$

- en polarisation P :

$$W_p = (\varepsilon - 1) \frac{4\cos\theta_0\cos\theta(\varepsilon\sin\theta_0\sin\theta - \sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta_0}\sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta})}{(\varepsilon\cos\theta_0 + \sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta_0})(\varepsilon\cos\theta + \sqrt{\varepsilon - \sin^2\theta})} \quad (2.14)$$

Dans le cas des surfaces très douces, nous pouvons travailler en polarisation S comme en P. En revanche, l'utilisation de cette dernière devient préférable si la rugosité augmente. Ceci a été discuté dans un article de Chouki Zerrouki [61]. Comme nous pouvons voir à partir des relations 2.13 et 2.14, il est d'importance primordiale de connaître l'indice optique du matériau, et si la mesure de l'indice est difficile à effectuer, nous pouvons utiliser les valeurs données dans la littérature [76].

A partir de l'enregistrement de la répartition angulaire de la lumière diffusée ( $\phi = f(\theta)$ ), et on utilisant la relation (2.11), on peut obtenir  $|S(\Delta\vec{k})|^2$  :

$$|S(\Delta\vec{k})|^2 = \frac{d\phi}{\phi_i^0 d\Omega} 4 \left(\frac{\lambda}{2\pi}\right)^4 \frac{\cos\theta_0}{|W_i|^2} \quad (2.15)$$

Pour passer de  $|S(\Delta\vec{k})|^2$  (qui est souvent appelée densité spectrale de puissance ( $dsp$ ) de la rugosité) à sa transformée de Fourier inverse  $G(x,y)$  (fonction d'autocorrélation), la plupart des auteurs modélisent cette dernière : soit par une fonction gaussienne [64, 75, 77, 79, 80], soit par une fonction exponentielle [64, 65, 72]. D'autres auteurs utilisent une somme de deux exponentielles, une somme de deux gaussiennes ou même une combinaison des deux modèles [6, 13, 81, 82].

Si nous admettons que la fonction d'autocorrélation de la surface que nous analysons est gaussienne, et s'écrit sous forme suivante :

$$G(x,y) = \delta^2 \exp\left[-\frac{(x^2 + y^2)}{\sigma^2}\right] \quad (2.16)$$

le module au carré de sa transformée de Fourier qui est  $|S(\Delta\vec{k})|^2$  s'écrit alors :

$$|S(\Delta k)|^2 = \frac{\delta^2 \sigma^2}{4\pi} \exp\left[-\frac{\sigma^2 \Delta k^2}{4}\right] \quad (2.17)$$

Le logarithme naturel de l'expression numérique correspondant à la relation (2.17) s'écrit :

$$\ln|S(\Delta\vec{k})|^2 = -a\Delta k^2 + b \quad \text{avec} \quad a = \frac{\sigma^2}{4} \quad \text{et} \quad b = \ln\left(\frac{\delta^2 \sigma^2}{4\pi}\right) \quad (2.18)$$

La modélisation de la fonction d'autocorrélation par n'importe quel modèle analytique permet de déterminer les valeurs expérimentales  $a$  et  $b$ . On en déduit ensuite aisément la hauteur quadratique moyenne  $\delta$  et la longueur de corrélation  $\sigma$ .

Dans le cas d'expériences basées sur la théorie de la diffusion lumineuse, les mesures permettent de déterminer  $|S(\Delta\vec{k})|^2$  dans un intervalle fréquentiel fini qui correspond à la région angulaire délimitée par la position de la réflexion spéculaire et le plan de la surface, donnée pour une incidence normale par :

$$[\nu_{min} = \frac{1}{\lambda} \sin\theta_{min} \quad , \quad \nu_{max} = \frac{1}{\lambda} \sin\theta_{max}] \quad (2.19)$$

En terme de pulsations spatiales, l'intervalle fréquentiel devient :

$$[\omega_{min} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin\theta_{min} \quad , \quad \omega_{max} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin\theta_{max}] \quad (2.20)$$

Cette technique de caractérisation donne donc accès à la microstructure des surfaces rugueuses. Toutefois, la notion de microstructure n'a de sens que si l'on précise la fenêtre fréquentielle qui lui est associée. En général, toutes les techniques fonctionnant en champ lointain ne donnent pas accès aux défauts dont les dimensions latérales sont inférieures à la demi-longueur d'onde d'étude.

Il est important d'étendre la fenêtre fréquentielle vers des fréquences plus élevées qui sont associées aux petits détails de la surface. La caractérisation physico-chimique des surfaces, à des échelles submicroniques, a suscité un intérêt croissant. Il est important de pouvoir caractériser en plus de la rugosité, la présence éventuelle de contaminants et/ou d'oxydation. L'utilisation des rayonnements **X** rasants offre une telle opportunité.

### 2.2.1.2 Réflectométrie X

Le dispositif expérimental comporte deux platines goniométriques qui assurent les déplacements angulaires de la source pour l'une et du détecteur pour l'autre. Elles peuvent être mises en mouvement de façon couplée ou indépendante en fonction du mode d'exploration envisagé (Fig. 2.4). Le rayonnement utilisé (raie  $CuK_{\alpha 1}$  de longueur d'onde  $\lambda = 0,154$  nm) est issu d'un tube X à anticathode de cuivre associé à un monochromateur. Sa divergence angulaire de  $0,025^\circ$  correspond à l'élargissement naturel du cristal de silicium (monochromateur). La détection est assurée par une diode PIN associée à un ensemble de filtres étalonnés. L'angle solide de détection vaut  $(5,6 \pm 0,6) \cdot 10^{-5} sr$  [7, 83].

Quatre types d'explorations sont possibles selon les positions angulaires de la source et du

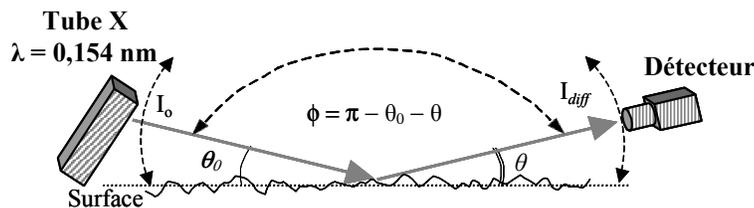


FIG. 2.4 – Schéma de principe du réflectomètre X

détecteur [7, 84, 85] :

- le mode *détecteur scan* où l'angle d'incidence  $\theta_0$  est maintenu fixe tandis que l'angle d'observation  $\theta$  varie,
- le mode *source scan*, pour lequel  $\theta$  reste fixe et  $\theta_0$  varie,
- le mode *spéculaire* où  $\theta_0$  et  $\theta$  restent égaux tout au long de l'exploration,
- le mode *rocking-curve*, où l'angle  $\phi$  entre les faisceaux incident et réfléchi est maintenu fixe au cours de déplacement de l'ensemble.

Selon D. E. Savage et al. [84], la réflexion spéculaire peut être modélisée par la relation (2.21) où apparaît la hauteur quadratique moyenne  $\delta$  des aspérités de la surface explorée :

$$I_{spec} = I_0 \exp - \left( \frac{4\pi\delta \sin\theta_0}{\lambda} \right)^2 \quad (2.21)$$

$I_0$  étant l'intensité incidente,  $I_{spec}$  l'intensité spéculaire et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident et  $\theta_0$  l'angle d'incidence indiqué sur la figure 2.4. Cette expression présente l'avantage de fournir rapidement un ordre de grandeur de  $\delta$ .

Les mesures de diffusion (en mode rocking curve et détecteur scan) permettent de caractériser la rugosité de la surface par sa densité spectrale de puissance (*dsp*)  $|S(\Delta k)|^2$ . L'utilisation de la théorie vectorielle de la diffusion (Angle Resolved Scattering) conduit à la relation suivante [6, 13] :

$$\frac{I_{diff}(\theta)}{I_0 d\Omega} = \left( \frac{2\pi}{\lambda} \right)^4 |S(\Delta k)|^2 g(\theta_0, \theta, \varepsilon) \quad (2.22)$$

$\frac{I_{diff}(\theta)}{I_0 d\Omega}$  représente la répartition angulaire du flux diffusé normalisée par rapport au flux incident et par unité d'angle solide  $d\Omega$ .

Le terme  $g(\theta_0, \theta, \varepsilon)$  est proportionnel à  $W_i$  dans le cas du rugosimètre optique et il est donné par les mêmes expressions (2.13 en polarisation TE et 2.14 en polarisation TM) que précédemment, avec  $\varepsilon$  permittivité diélectrique du matériau étudié. Le problème du choix de la polarisation (p ou s) ne surgit pas ici. En effet, pour  $\theta < 5^\circ$  l'angle d'incidence rasante  $\theta_0$  est de l'ordre de  $0,5^\circ$ , l'effet de polarisation est minimal. Dans ce cas, le facteur  $g(\theta_0, \theta, \varepsilon)$  diffère très peu selon la polarisation (variation relative  $< 8.10^{-3}$ ).

Les valeurs d'indices des matériaux sont déterminées à partir du tableau de Henke et al [86]. L'adoption d'un modèle analytique approprié pour  $|S(\Delta k)|^2$  permet d'en déduire la hauteur quadratique moyenne  $\delta$ , qui peut également être déterminée à partir de la relation suivante [69] :

$$\delta^2 = 2\pi \int_{\Delta k_{min}}^{\Delta k_{max}} |S(\Delta k)|^2 (\Delta k) d(\Delta k) \quad (2.23)$$

avec

$$\Delta k_{min} = \omega_{min} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin\theta_{min} \quad (2.24)$$

$$\Delta k_{max} = \omega_{max} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin\theta_{max} \quad (2.25)$$

Notons que dans le cas du rugosimètre optique, les angles  $\theta$  sont définis selon les notations optiques, c'est à dire par rapport à la normale à la surface. Il faudra alors en tenir compte pour l'application en X où, conventionnellement, les angles  $\theta$  sont définis par rapport à la surface.

## 2.2.2 Techniques de caractérisation en champ proche

Les techniques de microscopie en champ proche ou bien à sonde locale prennent de plus en plus d'importance dans la caractérisation des matériaux. Ce succès est tout d'abord dû à leur capacité de produire des images depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle moléculaire ou atomique. Elles permettent d'obtenir des informations sur la structure des matériaux à l'échelle nanométrique qui complètent les données déduites des techniques classiques de caractérisation. On peut citer parmi les techniques de microscopie en champ proche :

- 1- la microscopie à effet tunnel
- 2- la microscopie à force atomique
- 3- la microscopie en champ proche optique.

### 2.2.2.1 La microscopie à effet tunnel

Le principe de la microscopie à effet tunnel électronique (Scanning Tunneling Microscope *STM*) repose sur un effet quantique : l'effet tunnel électronique [89]. Cet effet a été découvert en 1928 et mis en évidence dans des structures de type condensateur "métal-isolant-métal". L'isolant peut être le vide, mais aussi l'air ou un liquide quelconque. C'est cette large gamme d'utilisations qui donne à la microscopie tunnel toute son importance.

Un électron dans un métal peut être considéré comme une particule ou une onde qui se déplace. En appliquant une faible tension continue entre les deux métaux, les électrons ne peuvent pas passer dans le vide (isolant) d'un métal à l'autre et le courant est nul. Par contre, si on considère la description quantique en termes d'ondes, l'électron dans le vide peut être décrit par une onde évanescente dont l'amplitude décroît très vite (exponentiellement) et si en plus le deuxième métal est à quelques angströms du premier, une onde associée sera transmise et le courant pourra circuler. L'intensité du courant tunnel dépend très fortement de la distance qui sépare les deux métaux.

G. Binnig et H. Rohrer en 1982 ont su recueillir ce courant tunnel et exploiter sa dépendance avec la distance entre les deux métaux, en utilisant une pointe métallique très fine. En appliquant une faible tension continue entre la surface (métal ou semiconducteur) et une pointe métallique (Fig. 2.5) et en approchant suffisamment l'extrémité de la pointe de la surface un courant électrique s'établit par effet tunnel entre les atomes de la pointe et ceux de la surface. Ce courant décroît exponentiellement en fonction de la distance pointe-surface. L'interaction entre la pointe et la surface dépend de la densité électronique locale dans l'échantillon.

Lors de l'acquisition d'une image la sonde balaye la surface ligne à ligne. Le système de régulation maintient le courant tunnel constant en chaque point de la surface en ajustant la distance qui sépare la sonde de la surface. L'image obtenue traduit les variations des hauteurs de la sonde en chaque point du domaine balayé. On peut ainsi obtenir une image topographique de la surface. Le signal détecté est un courant électronique, ce qui limite l'utilisation à des échantillons conducteurs ou semiconducteurs.

L'application la plus fréquente du STM concerne la physique des matériaux conducteurs (à l'échelle atomique) à l'air ou sous vide [90].

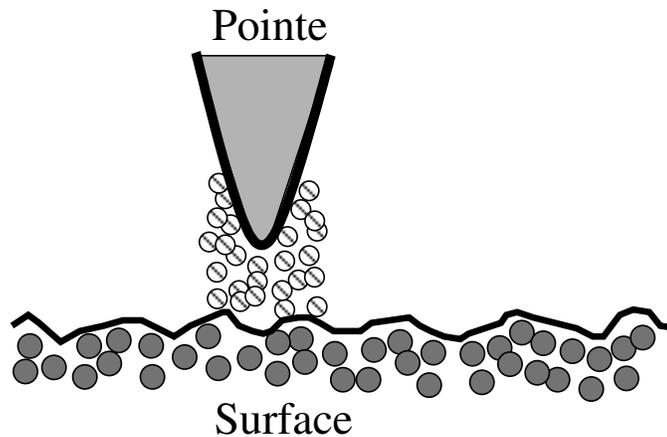


FIG. 2.5 – Le courant tunnel, dans un système STM, est localisé au bout de la pointe.

### 2.2.2.2 La microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique (Atomic Force Microscope *AFM*) dérive directement du *STM* inventé en 1982 par Binnig et al. [89]. Dans le cas du *STM* le vecteur information est le courant tunnel alors que ce sont les forces interatomiques pour l'*AFM*. Sa mise au point a suivi le *STM* et ses performances relatives à l'imagerie de la topographie des surfaces sont très similaires à celles de ce dernier. Toutefois, comme le vecteur de l'information est non plus le courant tunnel mais une force, il est capable de faire des images de surfaces isolantes, ce qui constitue un très gros avantage.

Une sonde (pointe) en nitrure de silicium ( $Si_3N_4$ ) ou en  $SiO_2$  montée à l'extrémité d'un microlevier très flexible (constante de raideur  $k \approx 0,1N/m$ ) et de faible masse, est positionnée en contact avec la surface de l'échantillon (mode contact, voir Fig. 2.6). Plusieurs types de forces s'exercent alors entre les atomes du bout de la pointe et les atomes de cette surface [91, 92]. Pour obtenir une image tridimensionnelle de la surface du matériau observé, l'échantillon est déplacé sous la sonde à l'aide de trois céramiques piézo-électriques ou par un tube cylindrique piézo-électrique dont les contractions et les dilatations assurent son déplacement dans les trois directions de l'espace. La force d'interaction pointe-surface variant de place en place, on observe une déflexion du levier. Celle-ci, via la déflexion du microlevier, est mesurée à l'aide d'un système de détection pour obtenir une image des forces d'interaction entre les atomes de la pointe et ceux de la surface. Un système d'asservissement de la position de la pointe maintient la force constante permettant ainsi de reconstituer point par point la topographie de la surface.

Les mouvements verticaux du microlevier sont détectés optiquement. Le faisceau émis par une diode laser est focalisé sur la face supérieure du microlevier puis envoyé vers un photodétecteur pour mesurer les variations d'intensité liées à la courbure du microlevier. Lors du balayage en  $X$  et en  $Y$  du spécimen fixé à l'extrémité d'un tube piézo-électrique, la sonde étant en contact avec la surface, les variations d'intensité entre les quadrants du photodétecteur sont alors utilisées pour asservir la position de la sonde. Ce mode de fonctionnement en contact n'est pas le seul. Il existe deux autres modes de fonctionnement :

1- le mode *non-contact* ou 'résonnant' [93]: en éloignant la sonde de l'échantillon jusqu'à une distance de 10 à 20 nm, seules les forces de plus longue portée, telles que les forces

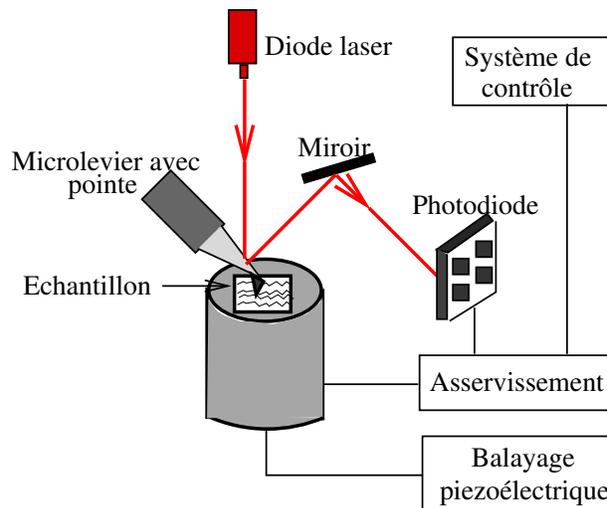


FIG. 2.6 – Principe du microscope à force atomique (AFM)

magnétique, électrostatique et attractives de Van der Waals peuvent être mesurées. Ce mode évite la dégradation de la surface et est surtout utilisé pour des échantillons mous ou liquides.

2- le mode tapping [94]: la pointe oscille perpendiculairement à la surface avec une amplitude telle que le contact avec la surface est réalisé par intermittence. Ce mode de fonctionnement permet de s'affranchir des forces capillaires dues à une éventuelle couche d'eau entre la pointe et l'échantillon et minimise le risque de dégradation de la surface puisque le temps de contact entre la pointe et l'échantillon est réduit.

Le champ d'application de l'AFM ne cesse de s'élargir avec sa résolution axiale nanométrique, son utilisation principale concerne les applications qui se situent entre celles du STM (avec sa résolution atomique) et celles de la microscopie optique (avec sa résolution microscopique). Dans le domaine de la physique de matériaux, l'AFM est devenu un outil d'analyse comparable en importance à la microscopie électronique. Les objets biologiques de taille relativement importante, de l'ordre du micromètre, en général isolants sont aussi étudiés par cette technique.

### 2.2.2.3 La microscopie de champ proche optique

#### a- Notion de champ proche optique :

La définition la plus simple du champ proche consiste à dire que cela désigne ce qui n'est pas du champ lointain. Le champ proche est la manifestation d'un phénomène général qui apparaît dès qu'une onde rencontre un obstacle (particule isolée, surface d'un corps solide, ...).

Lorsqu'une surface est éclairée avec un rayonnement monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  (Fig. 2.7) il est courant de définir la zone de champ proche comme la zone du voisinage de la surface où l'amplitude du champ des ondes évanescentes qui décroît exponentiellement est divisée par  $e$ . Cette zone est d'extension comparable à  $\lambda$ . Toute interaction entre l'onde incidente et la surface génère deux classes d'ondes [18] :

- les ondes radiatives (ou propagatives) qui se propagent ‘loin’ de la surface (à des distances très grandes devant  $\lambda$ ) ; elles transportent les informations associées aux ‘grandes structures’ de la surface, c’est à dire aux basses fréquences spatiales.

- les ondes non-radiatives (ou évanescentes), confinées au voisinage de la surface (décroissance  $\simeq$  exponentielle à partir de la surface) ; elles transportent entre autres les informations associées aux ‘petites structures’ de la surface, c’est à dire aux hautes fréquences spatiales.

De ce fait, toute observation en champ lointain a une résolution limitée : c’est l’origine de la limite de résolution en optique (critère de Rayleigh-Abbe) [96, 97]. Le critère de Rayleigh-Abbe pour la microscopie optique classique détermine la valeur limite de la résolution latérale d’un microscope, soit l’écart minimal  $\Delta d$  entre deux points pour qu’ils puissent être résolus. Un microscope ayant une pupille circulaire, un angle d’ouverture  $\theta$  et baignant dans un milieu d’indice  $n$  possède une limite de résolution latérale  $\Delta d$  donnée par :

$$\Delta d = \frac{0,61\lambda}{n \sin\theta} \quad (2.26)$$

Afin d’abaisser cette limite de résolution tout en restant dans le cadre de la diffraction, il est possible de jouer sur les trois paramètres :  $\lambda$ ,  $n$ ,  $\theta$ . En effet on peut choisir des longueurs d’onde très courtes ou encore travailler dans un milieu d’indice élevé (c’est la méthode classique de la microscopie par immersion). Le dernier paramètre sur lequel se sont penchés les microscopistes est l’angle d’ouverture. Mais quelle que soit la méthode, la valeur de la résolution latérale reste limitée à  $\frac{\lambda}{2n}$ . Il a fallu attendre les années 1980 pour que, la notion de détection en champ proche voit réellement le jour. En inventant le microscope électronique à effet tunnel (Scanning Tunneling electronic Microscope : STM) [98], Binnig Rohrer et Gerber vont donner naissance à une nouvelle microscopie : la microscopie en champ proche ou à sonde locale. Cette découverte a suscité la création de nombreux microscopes. Tous ces microscopes utilisent une sonde appropriée pour éclairer ou aller chercher l’information au voisinage immédiat de l’objet. En microscopie traditionnelle l’image est obtenue instantanément grâce à l’objectif, les microscopes à sonde locale sont des microscopes à balayage, l’image est construite point par point en déplaçant la sonde. Si la sonde est métallique et mesure un courant tunnel on obtient le STM. Si la sonde mesure une force on obtient un microscope à force atomique (Scanning Atomic Force Microscope : AFM) [91]. Lorsque la sonde émet ou détecte de la lumière on obtient un microscope optique en champ proche dont l’acronyme est SNOM (Scanning Near-field Optical Microscope). Il existe bien d’autres microscopes à sonde locale mais leur développement est moins avancé que les trois précédents : microscope à capacité, microscope à sonde de Kelvin, microscope thermique ...

## **b- Génération et détection des ondes évanescentes :**

L’optique de champ proche explore le champ électromagnétique qui apparaît à proximité d’une surface réfléchissante et diffusante (surface rugueuse). L’exemple le plus utilisé pour expliquer ce phénomène est celui de la réflexion totale frustrée qui se produit lorsque la lumière se propage dans un milieu d’indice de réfraction  $n_1$  pour se réfléchir sur un milieu d’indice  $n_2 < n_1$  (souvent c’est l’air) : dès que l’angle d’incidence  $\theta_i$  du faisceau est supérieur à une valeur critique  $\theta_c$  définie par la relation  $n_1 \sin\theta_c = n_2$ , toute l’énergie incidente est réfléchie vers le premier milieu et on parle alors de ‘réflexion totale’ [18, 99]. Malgré cette réflexion totale de la lumière, on peut constater néanmoins l’existence d’une perturbation électromagnétique dans le second

milieu où il est possible de détecter une onde. A cause de sa structure particulière qui lui impose de rester confiné au voisinage immédiat de la surface de séparation des deux milieux, cette onde est dite ‘évanescence’ (la première vérification expérimentale de l’existence de ce type d’onde est attribuée à Newton). La détection de ces dernières est effectuée en plaçant un troisième milieu d’indice de réfraction  $n_3 > n_2$  à une distance suffisamment proche du premier milieu : la lumière se propage alors dans le troisième milieu. Nous parlons alors de frustration de la réflexion totale par le troisième milieu. Dans toute les discussions ci-dessus nous n’avons considéré que l’onde évanescence de *Fresnel* obtenue par réflexion totale. Dans le cas où l’on considère une surface rugueuse éclairée en réflexion externe les ondes évanescences sont créées par la diffusion de la lumière par les aspérités de la surface de taille sub-longueur d’onde [100].

Pour collecter les ondes évanescences, il faut auparavant les convertir en ondes propagatives. En effet, si un objet sub-longueur d’onde peut transformer par diffraction les ondes propagatives en ondes évanescences, il peut de la même façon, transformer par diffraction les ondes évanescences en ondes propagatives. C’est le principe du retour inverse de la lumière. Ainsi, en plongeant une pointe (une fibre optique taillée en pointe) sub-longueur d’onde dans le champ proche d’un échantillon, les ondes évanescences vont être partiellement transformées en ondes propagatives et collectées par la pointe. Donc une partie des ondes radiatives et une partie des ondes évanescences converties en ondes radiatives se propagent dans la fibre jusqu’au détecteur.

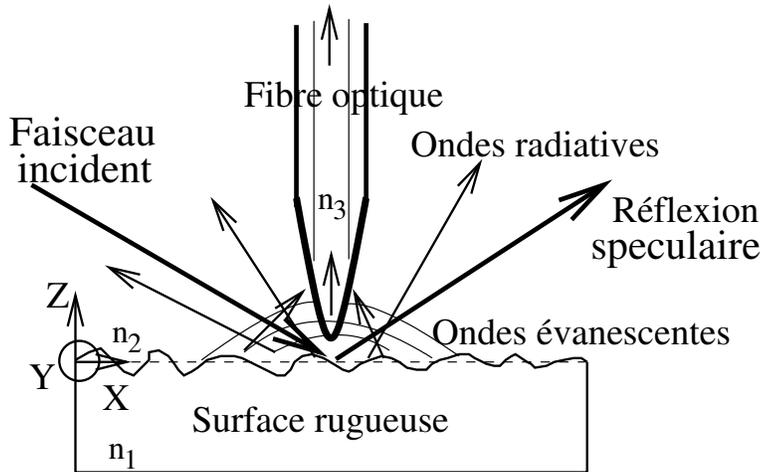


FIG. 2.7 – Surface rugueuse éclairée en réflexion : génération des ondes radiatives et des ondes évanescences.

### Remarque 1

*En conclusion, l’ensemble des ondes évanescences et des ondes radiatives créées par l’interaction du champ lumineux incident avec la surface forment le champ dit proche, par opposition au champ lointain qui ne contient que des ondes radiatives. Notons que le champ proche existe dans l’environnement immédiat de la surface, soit à une distance inférieure typiquement à  $\lambda$ . Lorsqu’on s’éloigne de la surface, la propagation en  $z$  agit comme un filtre passe-bas : on perd alors les hautes fréquences spatiales et par conséquent l’information sur les structures de taille inférieure à  $\frac{\lambda}{2}$*

***de la surface à étudier.***

Pour une microscopie où la sonde est utilisée en mode détection, le champ diffracté par une structure beaucoup plus grande que la longueur d'onde contient essentiellement les basses fréquences spatiales, qui donnent des ondes homogènes se propageant sans atténuation. Pour une telle structure, une lentille en champ lointain peut capter toutes ces ondes et on peut reconstituer une image correcte de la structure. Quand la taille de cette structure diminue, son spectre spatial comprend une partie significative de hautes fréquences, induisant la génération des ondes évanescentes qui ne pourront pas être captées en champ lointain. L'image de cette structure est dégradée. Quand la structure est plus petite que la longueur d'onde on ne peut résoudre cette structure à l'aide d'un objectif de microscope. Par contre en faisant travailler une sonde en champ proche, immergée dans les ondes évanescentes correspondant aux hautes fréquences spatiales, on peut capter ces ondes et recueillir l'information qu'elles contiennent sur les hautes fréquences spatiales de la surface. Dans ce type de microscope, la sonde sert à convertir par frustration une partie des ondes évanescentes en ondes propagatives guidées ensuite vers le détecteur avec une partie des ondes radiatives. La limite de résolution latérale dépend des deux paramètres essentiels :

- la distance pointe-surface : plus la distance est faible plus la pointe est apte à collecter les grandes fréquences spatiales [101],
- la taille de la pointe : plus la pointe est petite plus elle est apte à frustrer des grandes fréquences spatiales [101, 102].

**c- Différentes configurations en microscopie de champ proche :**

De nombreux types de microscopes de champ proche optique ont permis d'obtenir des images. Dans ce paragraphe, tout en continuant cette rapide description historique, nous présenterons le principe des configurations les plus répandues et qui ont donné les meilleurs résultats tout en donnant des critères de classification. D'abord, comme en microscopie classique il faut distinguer les microscopes travaillant en transmission ou en réflexion suivant la façon dont la surface est éclairée. Mais, les microscopes en champ proche optique sont classés aussi en deux grandes catégories selon la nature de la sonde (Fig. 2.8) :

- si la sonde présente une ouverture, on parlera de microscope avec ouverture [103]. Ce microscope possède un acronyme SNOM (Scanning Near-field Optical Microscope). La spécificité des microscopes en champ proche optique avec ouverture est la façon dont la sonde est utilisée. Il y a deux modes de fonctionnement : le *mode illumination* et le *mode collection*. Dans le mode illumination, la sonde utilisée comme une nano-source illumine la surface en champ proche. Le rôle général de cette ouverture optique est de confiner la lumière sur une zone très localisée de l'échantillon. Actuellement, cette nano-ouverture est généralement obtenue en métallisant une fibre optique monomode dont l'extrémité a été préalablement effilée. Dans le mode collection, la sonde sert de collecteur de lumière pour frustrer et capter le champ proche au voisinage de la surface (voir Fig. 2.8). Dans ce cas la sonde peut être métallisée ou non-métallisée, fabriquée à partir d'une fibre optique monomode ou multimode.

- si la sonde est opaque et sans ouverture, on parlera de microscope sans ouverture (en anglais : apertureless). Dans ce type de microscope la sonde ne sert ni à éclairer ni à capter la lumière, mais sa présence au voisinage de la surface modifie les conditions d'éclairement ce qui se répercute sur l'intensité du signal optique recueilli (mode perturbation). L'échantillon est

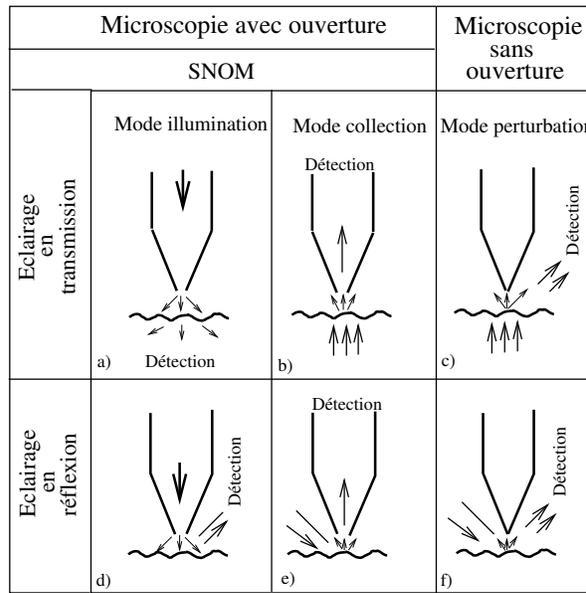


FIG. 2.8 – Les principales configurations de microscopes optiques à sonde locale.

éclairé en transmission ou bien en réflexion (Fig. 1.4c,f), la sonde perturbe le champ évanescent et en transforme une partie en ondes radiatives qui sont détectées en champ lointain. *Bachelot et al* en 1995 [106] ont développé un système où une sonde sans ouverture oscille perpendiculairement à la surface à une fréquence donnée. On peut classer dans cette catégorie les sondes utilisées d’une manière générale en microscopie à sonde locale (AFM, STM, ...).

#### 2.2.2.4 Microscope en champ proche optique avec asservissement de type *shear-force*

Dans ce paragraphe nous présenterons dans un premier temps l’ensemble des éléments qui constituent le microscope utilisé au cours de ce travail. Ce dernier est un SNOM en mode collection et sa caractéristique la plus importante est qu’il dispose d’un système de régulation de la distance entre la pointe et l’échantillon utilisant les forces de cisaillement. Par abus de langage, nous utiliserons le terme ‘*shear-force*’ à la place de ‘force de cisaillement’. Ce microscope a été réalisé au laboratoire par Lotfi Berguiga pour étudier le vieillissement de fibres optiques [5]. Mais pour mieux adapter le montage expérimental à nos étalons de masse, qui ont plusieurs tailles, nous avons réalisé un autre montage expérimental. Comme tous les détails concernant le microscope ont été abordés par Lotfi Berguiga dans le cadre de sa thèse [5], nous ne présentons ici que les points les plus importants.

##### a- Système de régulation *shear-force* :

Un grand nombre d’équipes ont adapté les techniques de régulation pointe-surface issues du STM et surtout de l’ AFM sur des microscopes de champ proche optique. Ces deux techniques exigent l’utilisation des pointes particulières, telles que des pointes métalliques en STM, des pointes AFM modifiées ou des pointes formées à partir des fibres optiques courbées en AFM. En revanche, la seule technique qui n’impose aucune modification concernant la fabrication des

pointes est la régulation *shear-force*, ce qui est une des raisons du choix de la régulation *shear-force*. Ce type de régulation consiste à contrôler la distance pointe-surface, afin de s'assurer qu'il n'y a pas de contact. Elle permet également de suivre la topographie de la surface, c'est à dire de fonctionner dans le mode de balayage à distance constante (voir Fig. 2.9). Pour ces raisons

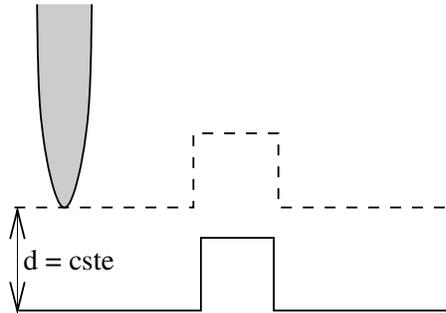


FIG. 2.9 – Mode de balayage à distance constante : la sonde suit la topographie de la surface de l'échantillon.

la régulation *shear-force* développée indépendamment par Betzig et al. et Toledo-Crow et al. est actuellement la technique la plus courante [105, 106]. Le couplage des deux types des mesures : mesures de type *shear-force* non optique et mesures en champ proche optique présente l'intérêt d'obtenir simultanément une image topographique de grande résolution et une image optique en champ proche. Donc, cela permet de mieux cerner la relation entre images topographique et optique de la surface. Les mesures optiques apporteront des informations complémentaires de celles qui sont obtenues topographiquement.

Bien que l'origine physique des forces de cisaillement ne soit pas encore bien connue, différents mécanismes ont été avancés pour l'expliquer : les forces Van der Waals, les forces de capillarité en présence d'eau, les forces de viscosité en présence d'un fluide localisé entre la pointe et la surface [105]. Le débat sur l'origine physique de ce phénomène est toujours ouvert. Considérons une pointe SNOM (par exemple une fibre optique taillée en pointe) loin de la surface, et nous supposons que son extrémité vibre sur son mode propre en régime forcé selon un mouvement transverse (voir Fig. 2.10a), à une fréquence et une amplitude données.

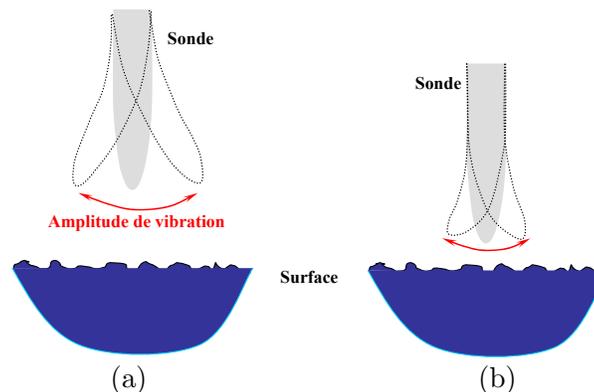


FIG. 2.10 – Interaction *shear-force* : a) sonde loin de la surface, b) sonde proche de la surface.

Approchons maintenant cette sonde à quelques nanomètres de la surface, son amplitude de

vibration diminue (voir Fig. 2.10b). Plus la sonde s'approche de la surface, plus les forces de cisaillement augmentent et plus l'amplitude de vibration diminue. Pour observer ce phénomène la sonde ne doit pas être éloignée de la surface de plus de quelques nanomètres. Nous parlons alors de domaine d'interaction *shear-force*. En règle générale, l'amplitude de vibration de la sonde (en dehors du domaine d'interaction *shear-force*) est de l'ordre de quelques nanomètres. A partir de là nous remarquons que l'intensité des forces de cisaillement est directement liée à la distance pointe-surface. Par conséquent, si l'on fixe une amplitude de vibration, on fixe l'intensité de la force de cisaillement et par conséquent on fixe la distance pointe-surface. Pour maintenir la distance pointe-surface constante au cours du déplacement de la sonde, il suffit de maintenir constante l'amplitude de vibration.

La technique *shear-force* se résume à détecter l'amplitude de vibration de la sonde lors de l'interaction *shear-force*, et à la garder fixe au cours du balayage. La difficulté principale de la mise en place d'une telle régulation est donc la détection de variations d'amplitude de quelques nanomètres.

### b- Mode interleave :

Le logiciel Digital Instruments qui gère l'électronique d'asservissement possède un mode de fonctionnement particulier appelé 'mode interleave' par le constructeur qui permet d'enregistrer des images à différentes hauteurs. Son principe de fonctionnement est illustré sur la Fig. 2.11. La pointe effectue une ligne de balayage asservie sur le signal *shear-force* 'donc à une distance de la surface de l'échantillon comprise entre 1 et 10 nm'. Puis la pointe se recule d'une distance  $z'$  fixée par l'utilisateur et effectue la même ligne de balayage en imposant à la sonde les mêmes variations de hauteur que sur la ligne de balayage précédente (*shear-force*). La Fig.2.11 représente ce mode, la pointe s'est reculée pour suivre un créneau à la surface de l'échantillon, lors de la ligne interleave elle suivra exactement la même ligne, mais décalée d'une distance  $z'$ . Evidemment,

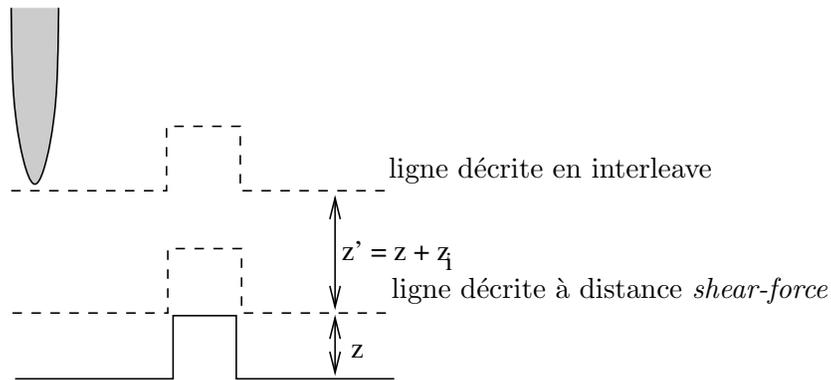


FIG. 2.11 – Schéma de principe de fonctionnement de l'asservissement en mode interleave où  $z$  est la distance *shear-force* et  $z'$  est la distance fixé par l'utilisateur.

comme la pointe effectue chaque ligne de balayage deux fois, le temps d'acquisition des images est doublé. Mais le grand intérêt de ce mode de fonctionnement est d'enregistrer simultanément une image en champ proche et si l'on recule la pointe d'une distance suffisante, une image que l'on peut assimiler à un signal champ lointain. Ce mode de fonctionnement sera utilisé dans le chapitre 5.

## c- Description générale du dispositif expérimental :

L'échantillon (étalon de masse par exemple) est éclairé en réflexion externe. La sonde est une fibre optique effilée, elle est solidaire du système de déplacement piézo-électrique. Le système de balayage composé des deux céramiques piézo-électriques permet de positionner et déplacer la sonde dans les trois directions de l'espace (voir Fig. 2.12). Le premier tube comporte quatre

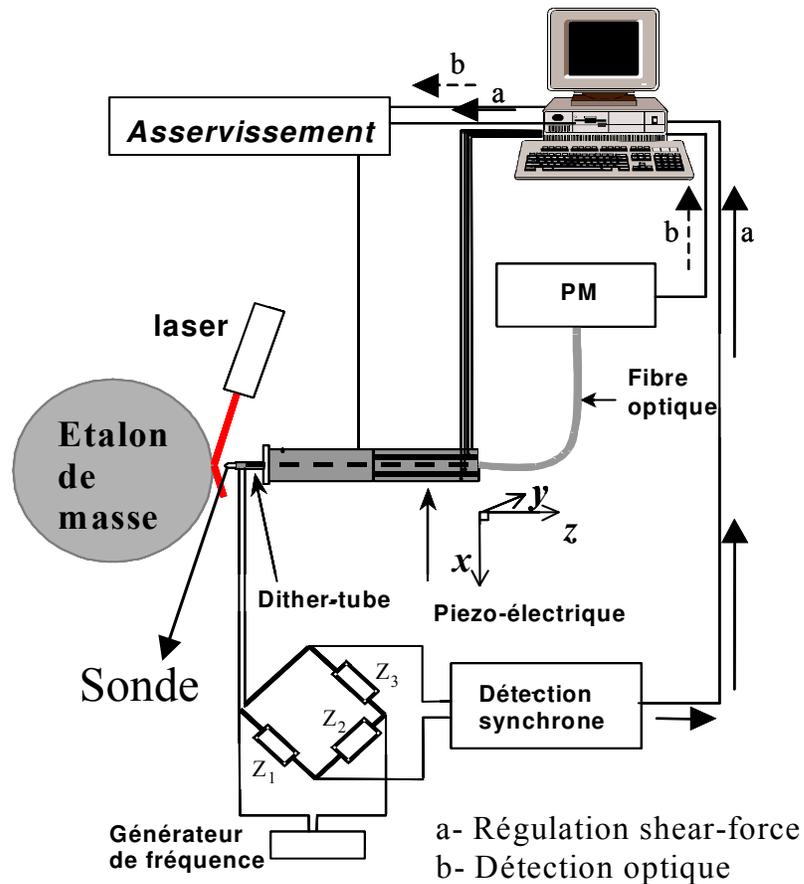


FIG. 2.12 – Schéma expérimental d'un microscope à champ proche optique avec asservissement de type "shear force" utilisé au cours du travail présenté dans ce mémoire.

électrodes fonctionnant par paire: une paire assure le déplacement dans la direction  $x$ , l'autre suivant  $y$  (déflexion maximale de  $100 \mu m$ ). Le second tube, de même longueur que le premier, s'allonge dans la direction  $z$  (allongement maximal de  $6 \mu m$ ).

Le dispositif d'asservissement *shear-force* est très utilisé aujourd'hui [107, 108, 109]. Expérimentalement, on fait vibrer la pointe parallèlement à la surface de l'échantillon par le biais d'une céramique piézo-électrique 'dither tube' qui est solidaire des deux tubes assurant les déplacements suivant  $x$ ,  $y$  et  $z$ . On asservit la distance entre la sonde et la surface à partir de la valeur de l'amplitude de vibration de la sonde qui dépend de la distance sonde-surface. La sonde passe par l'axe du système des tubes piézo-électriques. Au cours de balayage de la surface par la sonde, la boucle d'asservissement contrôle la distance pointe-surface via la tension envoyée aux bornes du tube piézo-électrique de déplacement suivant  $Z$ . La détection est effectuée par un pont de

Wheatstone, suivi d'un amplificateur du signal de déséquilibre du pont. Le pont de Wheatstone est composé de quatre impédances : l'une est le *dither tube*, une impédance fixe et deux autres variables afin de permettre l'équilibrage du pont. Le mode de fonctionnement de notre dispositif d'acquisition d'image est dit mode à distance constante qui correspond à une amplitude de vibration fixe de la pointe. Ce mode de fonctionnement nous permet d'obtenir simultanément :

- une image de la topographie de la surface avec une haute résolution,
- une image de l'intensité optique détectée par la sonde dans le champ proche de la surface.

Le microscope fonctionne à l'air libre et à température ambiante. Il possède une bonne stabilité mécanique, bien entendu une dérive apparaît au cours du temps, le plus souvent à cause de l'augmentation de température de la salle, mais elle peut être prévenue en adaptant régulièrement le réglage du pont de Wheatstone avec les impédances variables.

#### **d- Techniques de fabrication et choix des sondes pour la microscopie de champ proche :**

La plupart des sondes utilisées dans les microscopes optiques en champ proche fonctionnant à l'air, sont élaborées à partir de fibres optiques. Comme la résolution latérale du microscope est liée au rayon de courbure de la sonde, la technique de fabrication s'avère très importante. Nous pouvons distinguer deux grandes techniques pour obtenir une pointe à partir de fibres optiques : la technique par étirage à chaud par laser et celle par attaque chimique. La première consiste à faire un étirage jusqu'à rupture d'une fibre optique chauffée localement par un laser au  $CO_2$ . Cette technique permet l'amincissement simultané du cœur et de la gaine et réduit la perte d'information lors du trajet dans la sonde. Elle permet également de fabriquer simultanément deux pointes jumelles. Les paramètres à prendre en considération dans l'appareillage utilisé sont [110] : la puissance du laser, la focalisation du spot lumineux, la force et la vitesse de traction. On obtient des fibres ayant des pointes très allongées de diamètre à l'extrémité de 50 nm précédé d'une zone d'amincissement parabolique.

Concernant la technique par attaque chimique, elle consiste à tremper l'extrémité d'une fibre optique dans une solution d'acide fluorhydrique concentré et à laisser agir une heure ou deux. Au laboratoire, nous utilisons une technique proposée par Söckle et al. [111]. La particularité de cette méthode est que la fibre est plongée dans l'acide fluorhydrique sans retirer au préalable la gaine polymère de protection. L'attaque chimique se déroule à l'intérieur de la gaine qui forme un micro-réacteur chimique. Cette technique présente des avantages : l'angle du cône et le rayon de courbure de l'extrémité de la fibre peuvent être ajustés par variation des paramètres : la durée et la température de la réaction, la composition de la solution employée, le taux de dopage du cœur, ainsi que le type de fibre (monomode, multimode). En général, nous obtenons des pointes ayant un rayon de courbure de l'extrémité de l'ordre de 50 nm. Cette technique donne de bons résultats et une reproductibilité satisfaisante.

Nous disposons également des pointes réalisées par étirage commercialisées par l'entreprise NANONICS (appelées par la suite 'pointes Nanonics'). Il s'agit de pointes monomodes métallisées ou non-métallisées, vendues pour un diamètre de l'extrémité de 50 nm pour une pointe non-métallisée et 100 nm pour une métallisée. Le dépôt métallique sur la partie amincies de la fibre est généralement réalisé par évaporation thermique sous vide (effet Joule ou canon à électron), plus rarement par pulvérisation cathodique [100].

En principe, la pointe métallisée limite en théorie la quantité de lumière diffusée reçue par la pointe. Les fibres monomode ou multimode n'ont pas la même ouverture numérique, donc n'ont pas le même cône de détection. La meilleure pointe est celle qui a la zone de détection la plus

petite, puisqu'elle offrirait la meilleure résolution.

Il n'existe cependant aucune étude expérimentale qui ait montré directement le rapport entre la taille de l'extrémité de la sonde et la résolution, et les études théoriques disponibles auraient tendance à montrer qu'au dessus d'une certaine taille la résolution diminue [112]. Ceci nous amène à conclure qu'il n'existe pas de pointe idéale, et que le choix du type de sonde doit être effectué en fonction de l'objet à étudier et des objectifs de l'étude.

## 2.3 Traitement numérique des images

Les images expérimentales en champ proche nécessitent souvent des traitements numériques. Comme les variations de l'amplitude de vibration de la sonde sont de l'ordre du  $nm$ , la sensibilité au bruit électrique et aux vibrations mécaniques est grande. Ces vibrations sont d'autant plus visibles que la surface est lisse, car dans ces conditions le rapport signal/bruit devient très faible. Concernant le bruit électrique, il s'agit de couplage avec certains signaux à des fréquences précises (généralement du 50 Hz), ou bien du bruit introduit par dissipation thermique dans les circuits électriques [5]. Les dérives mécaniques (vibrations, variations thermiques et mécaniques des pièces, sensibilité des céramiques piézo-électriques à la température) se retrouvent sur l'image topographique. Ces dérives mécaniques sont de vibrations basses fréquences. Lors des mesures, nous avons constaté qu'on ne pouvait pas s'affranchir complètement ni des bruits électriques ni des vibrations mécaniques. Mais un traitement numérique par un *Flatten* permet d'éliminer une partie des ces bruits. Il s'agit d'un recentrage autour d'une valeur moyenne pour chaque ligne horizontale  $y_j$  du profil. Il existe différents ordres de *Flatten*, ordre 0, 1 etc. Le *Flatten* d'ordre 0 ne supprime que les dérives mécaniques et il ne modifie pas le spectre de rugosité de la surface [5]. Le traitement par un *Flatten* d'ordre 1 n'apporte pas de changement dans le spectre obtenu par rapport à un *Flatten* d'ordre 0.

Les images topographiques que nous allons présenter au cours de ce chapitre ainsi que les prochains chapitres ont subi un traitement systématique par un *flatten* d'ordre 1. Par contre, les images optiques ont subi un traitement par un *flatten* d'ordre 0.

## 2.4 Détermination de la rugosité de la surface par microscopie en champ proche optique sous asservissement *shear-force*

### 2.4.1 Exemple d'images topographiques et optiques obtenues en champ proche sur un échantillon en platine iridié

Le couplage d'un microscope de champ proche optique avec un système d'asservissement *shear-force* donnant la topographie de l'échantillon permet d'obtenir simultanément deux images de la surface mesurée : l'une topographique et l'autre optique en champ proche. Cela nous permet de mieux comprendre la corrélation entre les propriétés structurales et optiques de la surface. La sonde est une fibre optique monomode effilée ayant un rayon de courbure à son extrémité de l'ordre de 25  $nm$  (pointe Nanonics). Ce type de pointe sera utilisé pour toutes les mesures topographiques. Avec le microscope nous avons accès à un échantillonnage bidimensionnel  $h_{mn} = h(m\Delta x, n\Delta y)$  des surfaces. L'aire de la surface mesurée vaut  $L_x L_y = L^2 = S$  avec  $N_x N_y = N^2$  points d'échantillonnage. Une mesure topographique et optique en champ proche avec les deux types de polarisation (S et P) sur un disque en platine iridié (alliage de fabrication du prototype international du kilogramme, 90% de platine et 10% d'iridium) est représentée sur

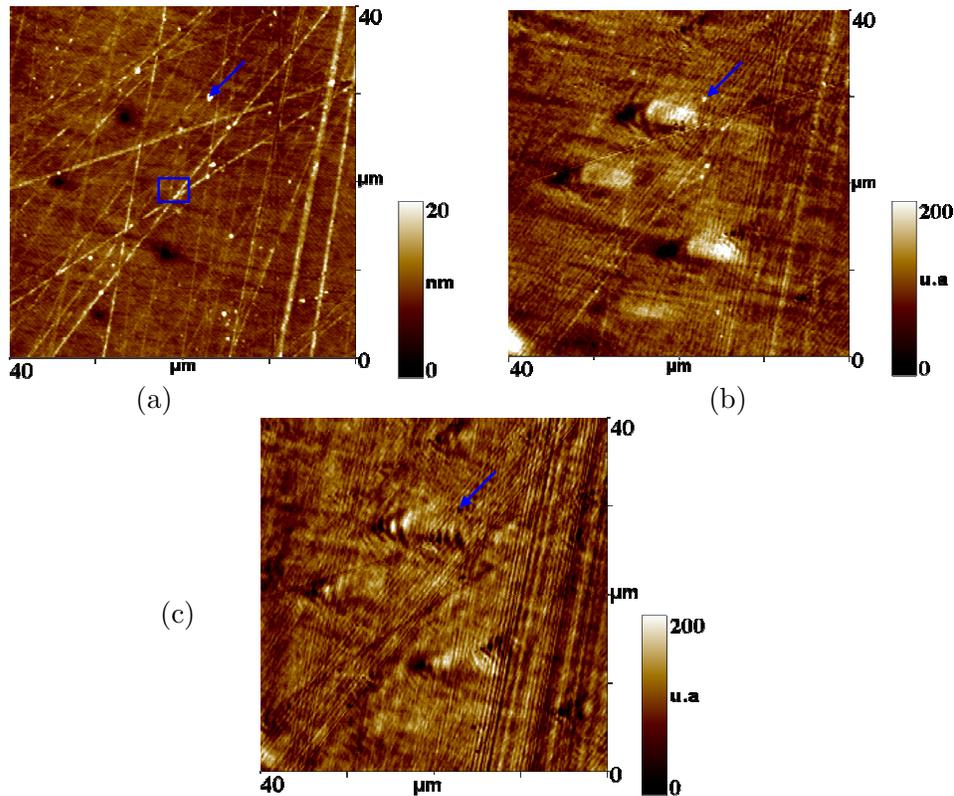


FIG. 2.13 – Images de la surface d'un disque en platine iridié : a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation 'S' et 'P'. (L'aire de la surface étudiée est  $L^2 = (40 \times 40) \mu\text{m}^2$ , avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points.)

la figure 2.13, la surface est éclairée à  $45^\circ$  en réflexion externe comme le montre la figure 2.12 avec une longueur d'onde  $\lambda = 633 \text{ nm}$ . La surface du disque a subi un polissage manuel à la pâte diamantée de granulométrie allant de  $6 \mu\text{m}$  à  $1 \mu\text{m}$ .

Sans entrer dans le détail d'interprétation des images, la topographie de la surface (Fig. 2.13a) dépend bien évidemment du procédé de polissage, elle indique la présence des rayures entrecroisées par suite du mouvement des particules abrasives entraînées par le polissage. On note aussi quelques particules de poussière et des trous nanométriques. Concernant les images optiques plusieurs phénomènes sont à expliquer par rapport à la topographie. Des petits détails de l'image topographique, sont visibles sur les images optiques (exemple des flèches bleues sur la figure 2.13). Ces derniers apparaissent en contraste inverse sur l'image optique en polarisation 'S' par rapport à l'image topographique et on retrouve le même contraste en polarisation 'P'. À noter que ces résultats seront expliqués dans les chapitres 4 et 5.

Diminuant l'aire de mesure de  $40 \mu\text{m}$  à  $4 \mu\text{m}$  (voir Fig. 2.14, observation de petits domaines) nous retrouvons la partie indiquée par le carré bleu sur l'image topographique de la figure 2.13 avec une très haute résolution. Ces images ne nous permettent que l'analyse qualitative des propriétés structurales et optiques de la surface.

Pour pouvoir approfondir cette étude et comparer ses résultats à ceux obtenus par diffusion optique et rayons X, une analyse quantitative telle que la rugosité  $rms$ , la fonction d'auto-

corrélation, la densité spectrale de puissance (*dsp*) et la distribution des hauteurs des aspérités de surface, doit être élaborée directement à partir des images topographiques.

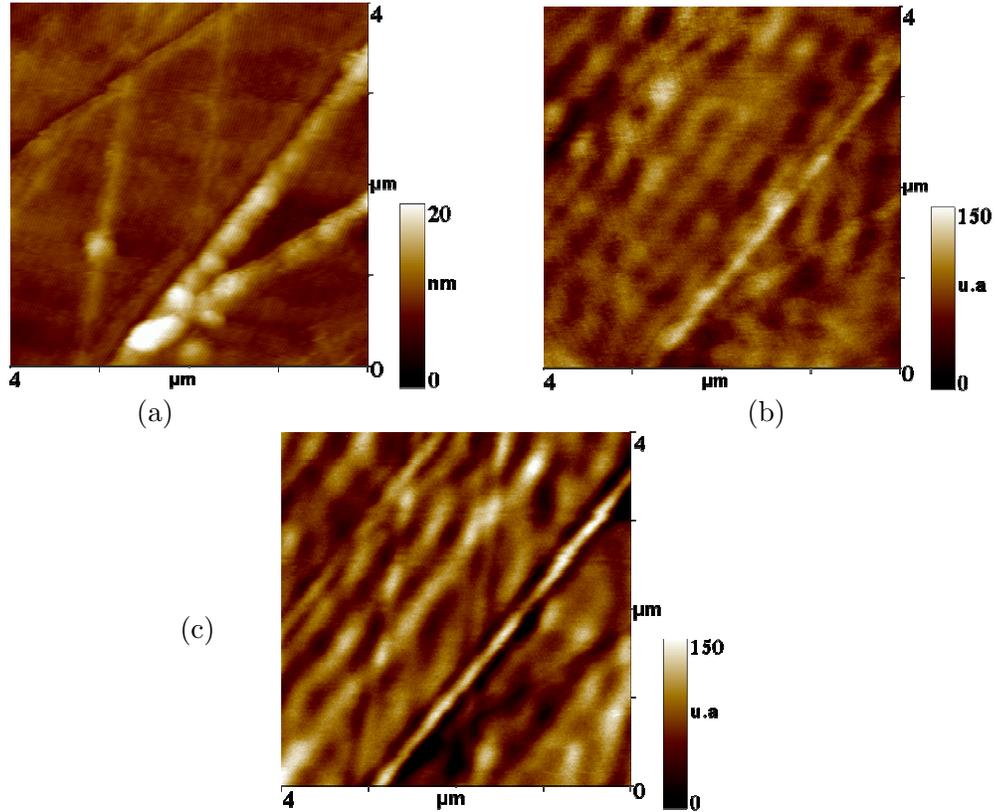


FIG. 2.14 – Images de la surface d’un disque en platine iridié : a- image topographique obtenue en *shear-force*, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation ‘S’ et ‘P’. Les trois images sont obtenues simultanément. (L’aire de la surface étudiée est ici  $L^2 = (4 \times 4) \mu\text{m}^2$  avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points.)

### 2.4.2 Fonction d’autocorrélation et spectre de rugosité déterminés à partir des images topographiques

La fonction d’autocorrélation  $G(\tau)$  permet une analyse quantitative de la similitude entre les profils latéralement décalé et non décalé,  $\tau$  étant la distance de décalage. Pour une image de surface de taille  $L^2$ , enregistrée sous forme de  $N^2$  points, l’expression analytique de la fonction d’autocorrélation (*f.a.c.*) s’écrit [68] :

$$G(\tau) = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j}^{N-\tau} h(x_i, y_j) h(x_i + \tau, y_j + \tau) \quad (2.27)$$

Dans le processus de quantification nous avons  $L_x = N\Delta x$  et  $L_y = N\Delta y$  où  $\Delta x = \Delta y = \Delta$ , ainsi que  $\tau = l\Delta$ , où  $1 \leq l \leq N - 1$ .

Lorsque  $\tau = 0$ , l'expression (2.27) conduit à :

$$G(0) = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j} h_{i,j}^2 = \delta^2 \quad (2.28)$$

La *f.a.c.* décrit le lien statistique entre les points du profil qui est représentée par l'expression (2.27). Du fait que la fonction d'autocorrélation inclut l'écart quadratique moyen, elle décrit tous les paramètres statistiques, dans le cas particulier d'un processus gaussien [65, 68]. La longueur de corrélation est définie comme étant la distance pour laquelle  $G(\tau)$  passe de sa valeur maximale  $G(0)$  à sa valeur  $G(0)/e$ .

Nous avons représenté sur la figure 2.15 les courbes  $G(\tau)$  déterminées en appliquant la relation 2.27 sur les images topographiques enregistrées (Fig. 2.13a et Fig. 2.14a). Nous observons un pic

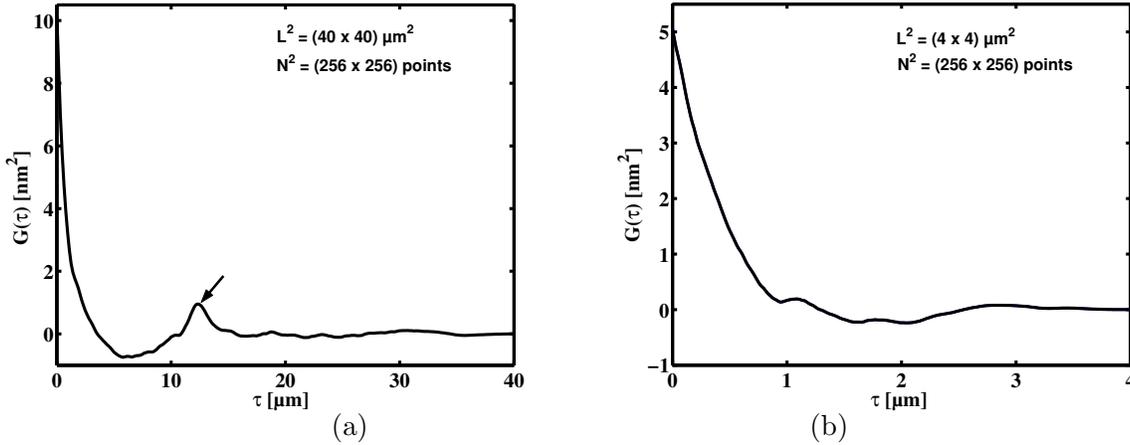


FIG. 2.15 – (a) et (b) Fonctions d'autocorrélation déterminées directement à partir des images topographiques (Fig. 2.13a et Fig. 2.14a).

de corrélation positive autour de  $13 \mu\text{m}$  sur la figure 2.15a. Cette valeur est entre 10 et  $15 \mu\text{m}$  valeurs estimées en faisant une coupe unidimensionnelle sur les trous visibles sur l'image 2.13a. Elle est considérée comme espacement moyen entre les 4 trous.

Un outil puissant de caractérisation de la rugosité est la densité spectrale de puissance (*dsp*), appelée aussi spectre de la rugosité. Elle exprime la rugosité en fonction de la fréquence spatiale. Nous présentons aussi dans ce paragraphe la détermination de la *dsp* pour les images obtenues. Cela nous conduit à effectuer une transformée de Fourier discrète à deux dimensions. Les spectres s'expriment en fonction du carré de la transformée de Fourier du profil de la surface (expression 2.29). Ensuite, la *dsp* sera échantillonnée bidimensionnellement [69, 87].

$$\gamma(\vec{\omega}) = \frac{4\pi^2}{S} |\hat{h}(\vec{\omega})|^2 \quad (2.29)$$

En remplaçant les coordonnées  $\vec{r}$  et les pulsations spatiales  $\vec{\omega}$  par les coordonnées et les pulsations spatiales discrètes  $(m\Delta_x, n\Delta_y)$  et  $(p\Delta\omega_x, q\Delta\omega_y)$ , l'expression (2.29) devient :

$$\gamma_{pq} = \gamma(p\Delta\omega_x, q\Delta\omega_y) = \left(\frac{2\pi}{L}\right)^2 |\hat{h}(p\Delta\omega_x, q\Delta\omega_y)|^2 \quad (2.30)$$

Le théorème d'échantillonnage de *Whittaker-Shannon* [88] stipule que la résolution spatiale maximale est toujours le double du pas d'échantillonnage. Pour retrouver la fonction d'origine, il est nécessaire de prendre des échantillons en des points assez proches les uns des autres pour permettre la séparation des diverses régions spectrales. Afin de déterminer la distance maximale entre deux échantillons pour laquelle cette séparation est réalisée, appelons  $2\Delta x$  et  $2\Delta y$ . L'intervalle d'échantillonnage fréquentiel est  $\Delta\nu_x = \Delta\nu_y = 1/\Delta x$  avec  $\Delta x = \Delta y = \Delta = L/N$ . Les dimensions maximales de la maille du réseau d'échantillonnage qui permettent une restitution exacte de la fonction originale sont donc  $1/2\Delta x$  et  $1/2\Delta y$ . La fréquence la plus élevée  $\nu_{max} = 1/2\Delta = N/2L$ , ainsi que la fréquence spatiale minimale  $\nu_{min} = 1/L$ . En termes de pulsation spatiale :  $\Delta\omega_x = \Delta\omega_y = 2\pi\Delta\nu_x$ .

En appliquant la transformée de Fourier discrète :

$$\hat{h}(p\frac{2\pi}{L}, q\frac{2\pi}{L}) = \frac{1}{4\pi^2} \frac{L^2}{N^2} \sum h(m\frac{L}{N}, n\frac{L}{N}) \exp(-j\frac{2\pi}{N}(mp + nq)) \quad (2.31)$$

Le spectre de rugosité sera finalement défini par :

$$\gamma(p\frac{2\pi}{L}, q\frac{2\pi}{L}) = \frac{L^2}{4\pi^2 N^4} \left| \sum_{m,n} h(m\frac{L}{N}, n\frac{L}{N}) \exp(-j\frac{2\pi}{N}(mp + nq)) \right|^2 \quad (2.32)$$

Ce spectre est une fonction à deux dimensions, en appliquant la moyenne polaire sur  $\phi$  aux  $dsp$  bidimensionnelles (expression 2.32), nous obtenons une représentation unidimensionnelle :

$$\bar{\gamma}(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{\phi=0}^{2\pi} \gamma(\omega, \phi) d\phi \quad \text{avec} \quad \omega_x = \omega \cos\phi \quad \text{et} \quad \omega_y = \omega \sin\phi \quad (2.33)$$

Ce spectre sera représenté dans une fenêtre de pulsation  $[\omega_{min} = \frac{2\pi}{L}, \omega_{max} = \frac{\pi N}{L}]$ , en termes de fréquences spatiales  $\nu = \frac{\omega}{2\pi}$ . Comme les  $dsp$  issues des mesures optique et rayon X sont données sous la forme de courbes unidimensionnelles, nous pouvons mener une comparaison entre les trois techniques en termes de  $dsp$ .

En appliquant la relation (2.32) aux images topographiques enregistrées (par exemple: Fig. 2.13a et Fig. 2.14a) on retrouve les spectres bidimensionnels (voir Fig. 2.16a,b). Cela est effectué en faisant une FFT à deux dimensions à l'aide du logiciel Matlab. Ensuite en appliquant la relation (2.33) le spectre à une dimension est calculé (voir Fig. 2.16c). À partir de la relation (2.33), nous constatons que le spectre de rugosité dépend de la taille de l'image ' $L$ ' ainsi que du nombre de points d'échantillonnage ' $N$ '. Pour une taille ' $L$ ' donnée, plus nous augmentons le nombre de points d'acquisition par ligne ' $N$ ' et plus la fenêtre s'élargit vers les hautes fréquences spatiales, ce qui correspond bien à une augmentation de la résolution. En revanche, si on augmente la taille de l'image tout en gardant le même nombre de points ' $N$ ' l'ensemble de la fenêtre se déplace vers les basses fréquences (Fig. 2.16c). La remontée brutale de la  $dsp$  à  $25 \mu m^{-1}$ , présentée sur la figure 2.16c, s'explique par du bruit électrique et comme cette remontée s'étale jusqu'à  $30 \mu m^{-1}$  nous pensons également à des vibrations mécaniques. Plus probablement, cette remontée est la conséquence d'une combinaison de bruit électrique et des vibrations mécaniques.

La valeur de la rugosité ainsi déterminée varie suivant la taille du domaine observé, les dimensions de la sonde et le pas d'échantillonnage choisi. La taille de l'extrémité de la sonde limite la résolution latérale (l'effet de la pointe sera abordé en détail un peu plus loin), le profil relevé n'est pas exactement le profil réel de la surface. Le même effet de lissage apparaît avec l'échantillonnage de la surface. Si le pas d'échantillonnage est plus grand que les dimensions de la pointe c'est

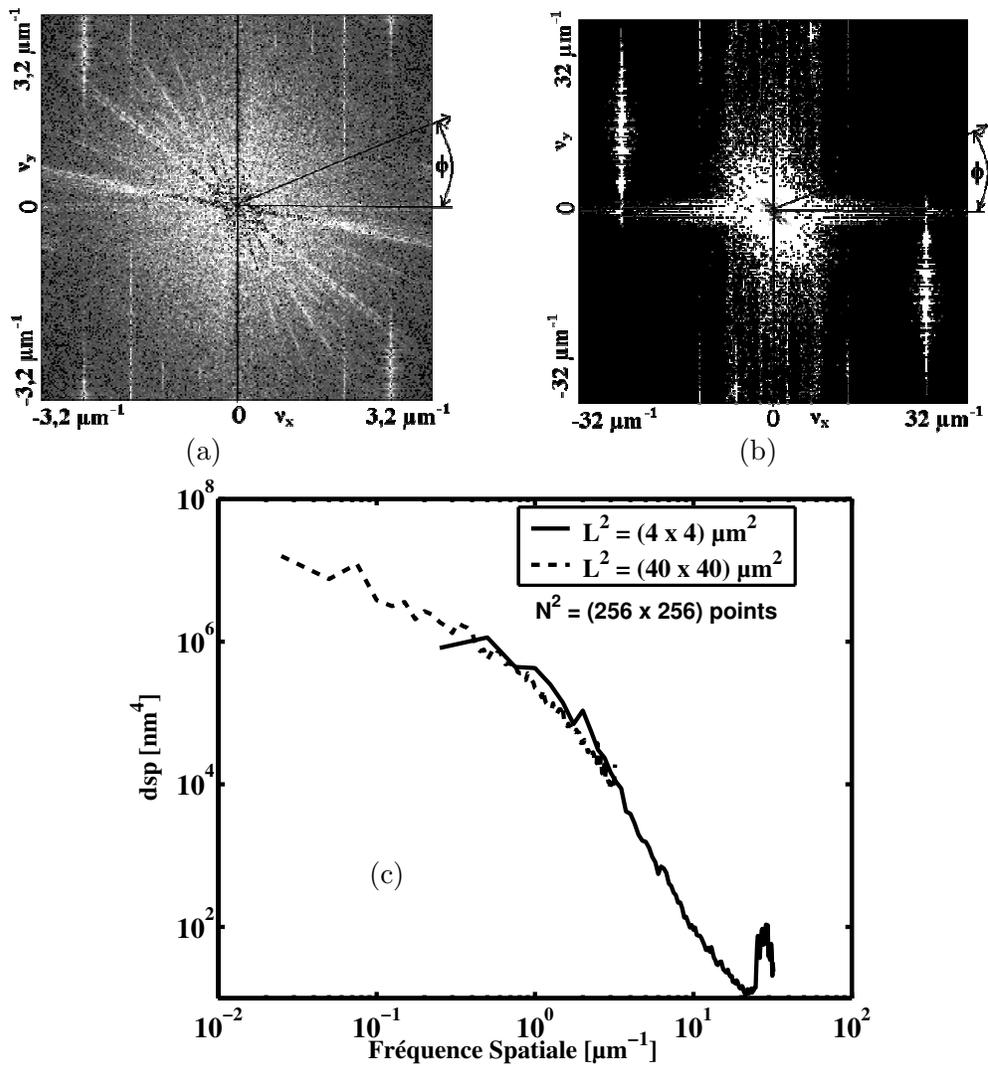


FIG. 2.16 – (a) et (b) Spectres du rugosité à deux dimensions déterminés respectivement à partir des images topographiques des Fig. 2.13 et Fig. 2.14, (c) spectres de rugosité à une dimension déterminés en appliquant une moyenne polaire sur les spectres bidimensionnels précédents.

lui qui limite la résolution. Pour ces raisons, lorsque nous comparerons la rugosité de différentes surfaces, elle sera calculée à partir d'images ayant le même échantillonnage et des dimensions identiques. La fonction qui exprime la rugosité en fonction de la pulsation spatiale et de la  $dsp$  unidimensionnelle, par intégrale sur l'intervalle fréquentiel mis en jeu est donnée par la relation suivante :

$$\delta^2 = 2\pi \int_{\omega_{min}}^{\omega_{max}} \omega \bar{\gamma}(\omega) d\omega \quad (2.34)$$

Cette relation montre bien la dépendance de la rugosité avec le domaine de fréquence spatiale. Dans notre cas, la rugosité est définie par la hauteur quadratique moyenne  $\delta$  (ou rms : root-mean square). Elle sera déterminée directement à partir des images topographiques en appliquant la

relation suivante :

$$\delta^2 = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j} (h_{i,j} - h_{moy})^2; \quad h_{moy} = \frac{1}{N^2} \sum_{i,j} h_{i,j} \quad (2.35)$$

### 2.4.3 Distribution des hauteurs des aspérités de la surface

Parmi les différentes analyses statistiques qu'il est possible de faire à partir des images topographiques, on trouve l'histogramme des hauteurs. Il s'agit d'une représentation de la distribution de ces dernières, c'est à dire leur fréquence en fonction de leur amplitude.

Pour des surfaces présentant un caractère aléatoire cette distribution des hauteurs a souvent été comparée à une loi normale [64, 65]. En raison de la ressemblance qu'on peut rencontrer entre les surfaces observées d'une part, et de la ressemblance des défauts entre plusieurs sites sur une même surface d'autre part, nous voyons également l'importance de comparer la distribution des hauteurs à une distribution suivant une loi normale (Gaussienne, ...). Cette analyse reflète l'évolution de l'état de la surface par rapport à une distribution normale des hauteurs et elle reflète également l'homogénéité ou l'inhomogénéité de répartition des défauts sur la surface.

Le profil réel d'une surface rugueuse  $h(x,y)$  correspond idéalement à un processus aléatoire suivant une loi normale dont la rugosité est  $\delta$ . Plusieurs auteurs ont utilisé le modèle gaussien pour représenter l'état d'une surface de rugosité aléatoire par la relation suivante [13, 64, 65, 66, 67] :

$$P_g(h) = \frac{\Delta h}{\delta \sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-h^2}{\delta^2}\right) \quad (2.36)$$

La distribution des hauteurs des aspérités sera déterminée directement à partir de l'image topographique de la surface mesurée. On définit tout d'abord un intervalle  $[-h_{max}; h_{max}]$  dans lequel toutes les amplitudes des  $N^2$  points de mesures sont contenues. Cet intervalle est ensuite échantillonné avec un pas  $\Delta h$  (dans notre cas  $\Delta h = 1$  nm), de manière à obtenir  $2k$  sous-intervalles :  $[-k\Delta h; (-k+1)\Delta h], [(-k+1)\Delta h; (-k+2)\Delta h], \dots, [0; \Delta h], \dots, [(k+1)\Delta h; k\Delta h]$ . A chacun de ces sous-intervalles sera associé le fraction  $N_k/N^2$  ( $N_k$  représentant le nombre de défauts dont les amplitudes sont contenues dans le sous-intervalle considéré). La distribution des hauteurs est alors représentée par la relation suivante [13] :

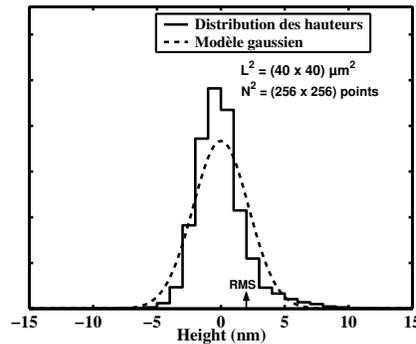


FIG. 2.17 – Comparaison entre la distribution des hauteurs déterminée à partir de l'image topographique 2.13a (trait plein) et la distribution gaussienne d'une surface aléatoire de même rugosité  $\delta$  (traits pointillés).

$$P_k = \sum_{k_{min}}^{k_{max}} \Delta h \frac{N_k}{N^2} \quad (2.37)$$

qui sera comparée à la distribution gaussienne donnée par l'expression 2.36 ayant la même valeur de rugosité *rms*  $\delta$  et la même aire sous la courbe.

Nous avons représenté sur le même graphique (Fig. 2.17) les deux distributions des hauteurs, en trait plein la distribution des hauteurs de la surface en platine iridié déterminée directement à partir de l'image topographique de la figure 2.13a et en traits pointillés celle d'une surface suivant une loi normale (profil Gaussien) déterminée en utilisant la relation (2.36) avec  $\Delta h = 1 \text{ nm}$  et avec la même rugosité (*rms*  $\delta = 2 \text{ nm}$ ) que la surface en platine iridié.

## 2.5 Limite de résolution latérale due au rayon de courbure de la pointe

Il s'avère que la pointe est un paramètre essentiel pour l'exactitude et la précision de la mesure. (Il existe une fréquence de coupure à partir de laquelle la pointe commence à lisser le profil de la surface étudiée à cause de sa forme). Grâce à l'interaction *shear-force* la sonde suit en théorie la topographie de la surface constituée par exemple, des creux, des failles et des bosses. Néanmoins la trajectoire suivie par la sonde n'est pas le profil exact de la surface car il est modifié légèrement par le profil de la sonde (voir Fig. 2.18). Pour une surface constituée

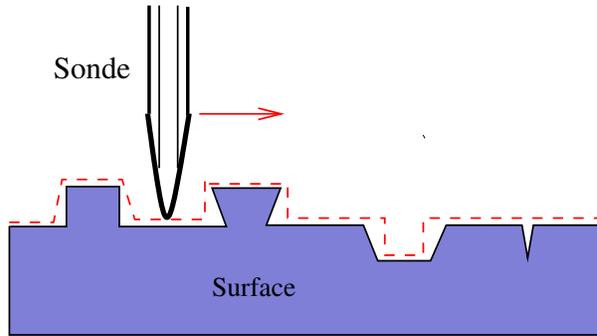


FIG. 2.18 – *Effet de la pointe sur le profil de la surface.*

de marche ou de plot, le profil enregistré aura tendance à être plus large que le profil réel. En revanche, pour une surface constituée de creux et de failles, la taille latérale est inférieure à la réalité, et dans le cas où les dimensions d'une faille sont bien inférieures à celles de la sonde, elle n'est pas détectée par la sonde. Le cas intermédiaire existe aussi, lorsque les tailles latérales du creux et de la sonde sont du même ordre de grandeur, la profondeur apparente est inférieure à la profondeur réelle.

Dans le spectre de rugosité des images topographiques obtenues en *shear-force*, la fréquence spatiale maximale est fonction de l'échantillonnage  $\Delta x = \frac{L}{N}$  ( $\nu_{max} = \frac{1}{2\Delta x}$ ), mais les dimensions de la sonde sont bien supérieures au pas de l'échantillonnage ( $\Delta x$  varie de  $8 \text{ nm}$  à  $78 \text{ nm}$  pour des images dont  $L$  varie de  $2$  à  $20 \mu\text{m}$  et  $N = 256$  points). Pour mieux comprendre l'effet de la pointe dans la reconstruction du profil de la surface, nous faisons une approche géométrique semblable à celle développée par L. Bruel, C. Deumié et par L. Berguiga dans le cadre de leurs thèses [5, 87, 113]:

Considérons une surface constituée d'une seule fréquence spatiale  $\nu = \frac{1}{P}$  ( $P$  est la période) : la surface a un profil sinusoïdal de la forme  $h(x) = A\sin(2\pi\nu x)$ , d'amplitude crête à crête  $2A$  et de période  $P$ . Supposons également que l'extrémité de la sonde est assimilée à une sphère de rayon  $R$  (voir Fig. 2.19). La pointe suit correctement le profil, à condition qu'elle réussisse à

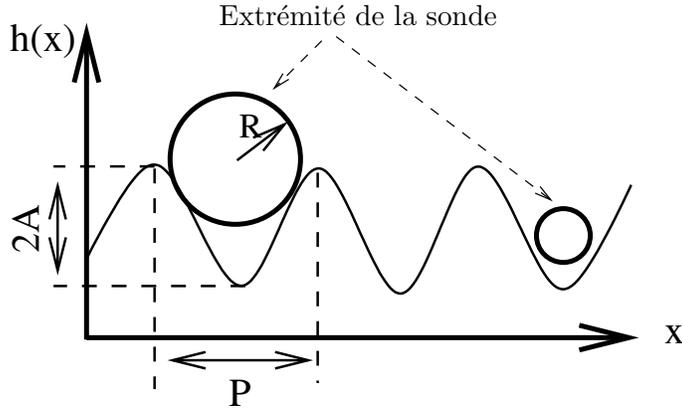


FIG. 2.19 – Mesure schématisé d'un profil sinusoïdal d'amplitude  $A$  et de période  $P$  par une sonde dont l'extrémité est assimilée à une sphère de rayon  $R$ .

s'introduire au fond du profil (où  $h(x)$  est minimal) : en ce point la valeur du rayon de courbure est  $R_c = \frac{1}{2\pi\nu^2 A}$ . Il faut donc :  $R < R_c$  soit :

$$\nu < \frac{1}{\sqrt{2\pi AR}} \quad (2.38)$$

Dès que la fréquence spatiale  $\nu$  est supérieure à  $\frac{1}{\sqrt{2\pi AR}}$  désignée comme la fréquence de coupure, l'amplitude de profil n'est plus correctement mesurée (voir Fig. 2.19). Nous devons prendre en considération ce phénomène lors de l'analyse des mesures en *shear-force*, où la fenêtre fréquentielle spatiale est limitée par  $[\frac{1}{L} - \frac{N}{2L}]$ . Pour  $N = 256$  pixels et  $L = 4 \mu m$ , la fenêtre fréquentielle est  $[0,25 - 32] \mu m^{-1}$ , la hauteur quadratique moyenne trouvée dans cette bande fréquentielle est de l'ordre de  $4 nm$ . Pour toutes les mesures topographiques en *shear-force*, la sonde employée est une sonde Nanonics ayant un rayon de courbure de  $25 nm$  selon l'entreprise de fabrication. Avec  $R = 25 nm$ , la fréquence de coupure  $\nu_c$  est de  $40 \mu m^{-1}$  pour  $A = 4 nm$ , donc  $\nu_{max} = 32 \mu m^{-1}$  est inférieure à  $\nu_c = 40 \mu m^{-1}$ . En général, la mesure est correcte dans tout le domaine fréquentiel spatial lorsque la fréquence de coupure est bien supérieure à la fréquence maximale atteinte en *shear-force*. Autrement dit, la partie du spectre dont la fréquence spatiale est supérieure à la fréquence de coupure, n'apporte pas une information exacte voire réelle concernant la surface.

## 2.6 Conclusion

Il n'existe pas une technique unique capable de fournir toutes les informations sur la morphologie d'une surface. Les techniques de caractérisation sont très variées et différent par leur principe, par la résolution qu'elles permettent d'atteindre et par le type d'information qu'elles permettent d'obtenir : la topographie, le profil, la distribution des hauteurs des aspérités de la surface, leur fonction d'autocorrélation ainsi que la densité spectrale de puissance. Outre les paramètres cités précédemment, la rugosité en termes de hauteur quadratique moyenne (rms

height :Root-Mean-Square height) est aussi accessible. Le choix de telle ou telle technique de caractérisation dépendra essentiellement de la résolution espérée, du type de surface ainsi que de l'application à laquelle elle est destinée, car chacune d'elle présente des avantages et des limitations.

Pour que la comparaison en termes de résolution verticale et horizontale entre plusieurs techniques soit correcte, il faut qu'elle soit menée au sein d'une famille d'appareils basés sur le même principe de fonctionnement. En revanche, les difficultés surgissent lorsqu'il s'agit de comparer des techniques qui fonctionnent selon des principes différents. Ceci étant dû principalement à la caractérisation de la rugosité qui dépend des fréquences spatiales auxquelles elles sont sensibles. Dans ce chapitre, il ne s'agissait pas de privilégier une technique par rapport à d'autres, mais seulement d'expliquer leurs principes de fonctionnement à travers les informations qu'elles peuvent fournir et les fréquences spatiales auxquelles elles sont sensibles. Les étendues de l'intervalle des fréquences spatiales accessibles par chaque technique sont représentés sur la figure 2.20.

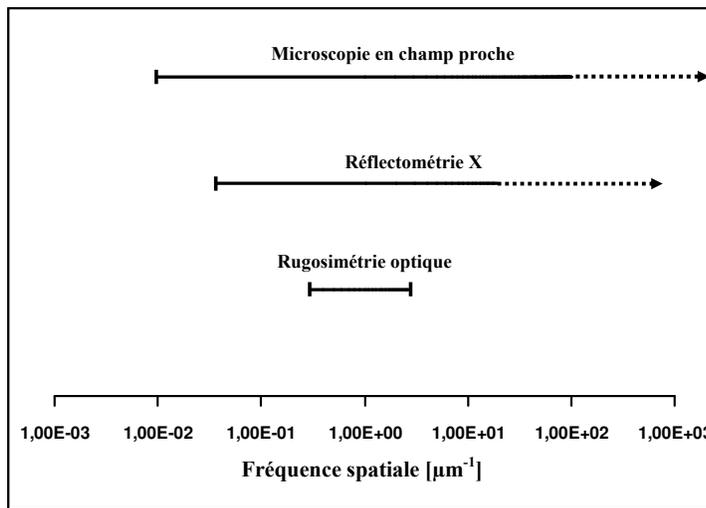


FIG. 2.20 – Étendues de l'intervalle des fréquences spatiales accessibles avec les techniques présentées.

Pour faire une comparaison entre les résultats obtenus par des techniques différentes, il faudrait donc s'assurer que celles-ci travaillent dans les mêmes intervalles de fréquences spatiales ou du moins qu'il y ait un maximum de recouvrement entre ces intervalles. De plus, comme chaque partie de la surface possède sa propre rugosité, il faudrait soit s'assurer que les différentes mesures sont faites sur la même zone de la surface avec tous les instruments (ce qui est en général très difficile) soit faire plusieurs mesures en différents endroits et comparer les moyennes obtenues par chaque technique. Le microscope en champ proche optique (SNOM) avec un asservissement de type *shear-force* a l'avantage de fournir simultanément une réponse topographique et optique de l'échantillon étudié avec une haute résolution. Les paramètres statistiques et les grandeurs physiques sont directement déterminées à partir des images topographiques et cela est possible sur une gamme de fréquence spatiale plus étendue que celles accessibles en rugosimètre optique et réflectomètre X rasant. On devra en tenir compte lors de la comparaison ainsi que de la différence de l'aire des zones explorées par chacun des trois dispositifs.

Comme la majorité des techniques optiques, le rugosimètre optique est sensible à la dispersion

parasite. Principalement, on trouve la diffusion par les poussières dans l'air et la diffusion de volume (effet de volume). Une évaluation rapide de la première cause d'erreur est faite en effectuant des mesures de la quantité de diffusion en absence de l'échantillon. Quant à la diffusion de volume, qui demeure très négligeable pour les échantillons absorbants (alliages de fabrication des étalons de masse) [73]. Les mesures correspondant à cette région ne sont pas prises en considération ni pour le rugosimètre optique ni pour le réflectomètre X.

Après avoir défini dans ce chapitre l'apport de la microscopie en champ proche nous consacrons le chapitre suivant à l'étude des phénomènes de vieillissement des surface des échantillons fabriqués en plusieurs alliages. Cette étude entre dans le cadre des projets EUROMET MASS 551 et 734.



---

## Chapitre 3

# Étude comparative de l'état de surface d'étalons de masse de forme et constitution variées

En métrologie des masses la stabilité des kilogrammes étalons est une préoccupation majeure. Nous nous intéressons depuis quelques années à l'étude de leur rugosité. Celle-ci est différente selon les étalons, pour une bande de fréquences spatiales donnée, et ceci pourrait expliquer la différence de leur comportement à long terme (instabilité de leur masse) [6, 61]. C'est cette corrélation entre état de surface et stabilité de masse que nous tenterons de démontrer.

L'étude présentée dans ce chapitre constitue une partie des projets Euromet mass 551 et 734. Elle a concerné dans un premier temps trois masses de 50 g, 500 g, 2 kg en acier inoxydable et une masse de 100 g en Alacrite XSH (alliage déjà détaillé au chapitre 1). Ces étalons ont été mis à notre disposition par le BNM-INM pour des études qualitative et quantitative de leurs état de surfaces à l'aide du microscope en champ proche optique avec l'asservissement *shear-force* et du rugosimètre optique. Tout d'abord, nous procéderons à la comparaison des valeurs de la rugosité  $\delta$  obtenue à l'aide des différents instruments impliqués dans le projet Euromet mass 551. Ensuite, et dans le cadre du projet 734, nous avons caractérisé la surface de quatre disques en platine iridié, fournis par le BNM-INM. En plus des deux techniques citées précédemment, le *ShFM* et le rugosimètre optique, nous avons utilisé le réflectomètre X dont le principe de base reste très proche de celui du rugosimètre optique.

Premièrement, une analyse morphologique et quantitative de la surface a été menée à l'aide de la première technique. Puis, une comparaison en termes de densité spectrale de puissance entre les trois techniques a été menée en utilisant la même théorie vectorielle de la diffusion pour le rugosimètre optique et le réflectomètre X. Deuxièmement, les hauteurs quadratiques moyennes  $\delta$ , ont été déterminées par les différentes techniques et comparée entre elles.

Le rugosimètre optique qui est basé sur la théorie vectorielle de la diffusion lumineuse ne permet d'effectuer qu'une étude dans une fenêtre fréquentielle macroscopique. Le réflectomètre X et le microscope en champ proche optique avec asservissement *shear-force* nous permettent d'étendre la fenêtre fréquentielle vers une fenêtre microscopique: donc nous pouvons parler d'une étude multi-échelle. Le SNOM sous l'asservissement *shear-force* présente l'intérêt de fournir simultanément une image topographique de grande résolution et une image optique en champ proche. Comme dans ce chapitre nous ne présenterons que les mesures topographiques, cette technique sera appelée microscopie en *shear-force* (en anglais: Shear Force Microscopy (ShFM)).

### 3.1 Étude qualitative et quantitative multi-échelle de quatre étalons de masse.

Quatre étalons de masse ont été choisis pour l'étude qui s'est inscrite dans le cadre du projet Euromet mass 551 dont le laboratoire pilote est le BNM-INM. Notre laboratoire (LPUB) a participé à ce projet qui a impliqué plusieurs autres laboratoires. Les instruments utilisés par les différentes équipes sont :

- deux instruments basés sur la théorie vectorielle de la diffusion lumineuse, le rugosimètre optique du BNM-INM et le laserchek du Naval Air Warfare Center (NAWC/US, annexe A),

- un instrument basé sur la mesure du flux total diffusé par un échantillon dans une sphère intégratrice du Swedish National Testing (ou TIS pour Total Integrated Scattering, annexe A),

- un profilomètre mécanique du Naval Air Warfare Center (Talystep du NAWC/US, annexe A).

- un interféromètre optique basé sur l'exploitation de l'interférence entre l'onde incidente et celle réfléchiée et diffusée par les aspérités de la surface. Cet instrument est au National Institute of Standards and Technology (Optical Interferometric Microscope du NIST/US, annexe A),

Les quatre étalons utilisés de masse sont :

- ◆ un étalon de masse 50 g en acier inoxydable, de forme cylindrique, tel que la hauteur est égale au diamètre ( $\varnothing = H = 20$  mm),

- ◆ un étalon de masse 100 g en alacrite XSH, de forme cylindrique, tel que la hauteur est égale au diamètre ( $\varnothing = H = 24$  mm),

- ◆ un étalon de masse 500 g en acier inoxydable, de forme OIML\*, tel que la hauteur est égale à 64 mm et le diamètre de la face inférieure égal à 35 mm,

- ◆ un étalon de masse 2 kg en acier inoxydable, de forme OIML, tel que la hauteur est égale à 101 mm et le diamètre de la face inférieure égal à 60 mm,

Ces quatre étalons ont été étudiés avec les techniques citées ci-dessus. Ils ont été choisis en tant que représentants les poids en service d'étalonnage. Dans ce paragraphe, nous menons une étude détaillée avec le *ShFM* et le rugosimètre optique puis nous faisons une comparaison en termes de rugosité *rms*  $\delta$  entre les six techniques. Concernant le *ShFM* et comme nous l'avons fait remarquer dans le chapitre 2 (paragraphe 2.2.2.6), le profil restitué dépend du rayon de courbure de la pointe. Il est donc important de préciser le rayon de courbure de la pointe utilisée durant la mesure qui est dans notre cas de l'ordre de 25 nm.

Les mesures ont été réalisées sur des sites réparties régulièrement sur toute la surface. Pour pouvoir comparer les résultats obtenus par les différents instruments, l'étude a été effectuée, autant que possible, sur les mêmes sites. Ces sites sont situés sur les faces inférieure (base) et

---

\* Organisation Internationale de Métrologie Légale

supérieure (top) des masses étalon. Cependant, cette localisation ne peut être qu'approximative car les porte-échantillons et les systèmes de repérage propres à chaque instrument sont différents, et l'aire des sites analysés est différente.

Pour nos mesures utilisant le *ShFM* il est important de signaler qu'une quantité importante d'images ont été effectuées sur plusieurs endroits de chaque étalon. Nous présenterons à chaque fois un exemple représentatif de l'ensemble des surfaces étudiées.

### Masse de 50 g en acier inoxydable

Les figures 3.1 et 3.2, ci-dessous, présentent un exemple caractéristique de la topographie de la surface des deux faces de l'étalon de masse de 50 g, obtenues en *ShFM*. Une première inspection révèle à travers les images topographiques, des rayures unidirectionnelles ainsi que quelques particules de poussière qui peuvent avoir adhéré à la surface. La face inférieure (Fig. 3.2) se différencie par quelques rayures multidirectionnelles. Ces rayures sont de largeur et de profondeur variables (la profondeur pouvait atteindre une vingtaine de nanomètres). Les résultats

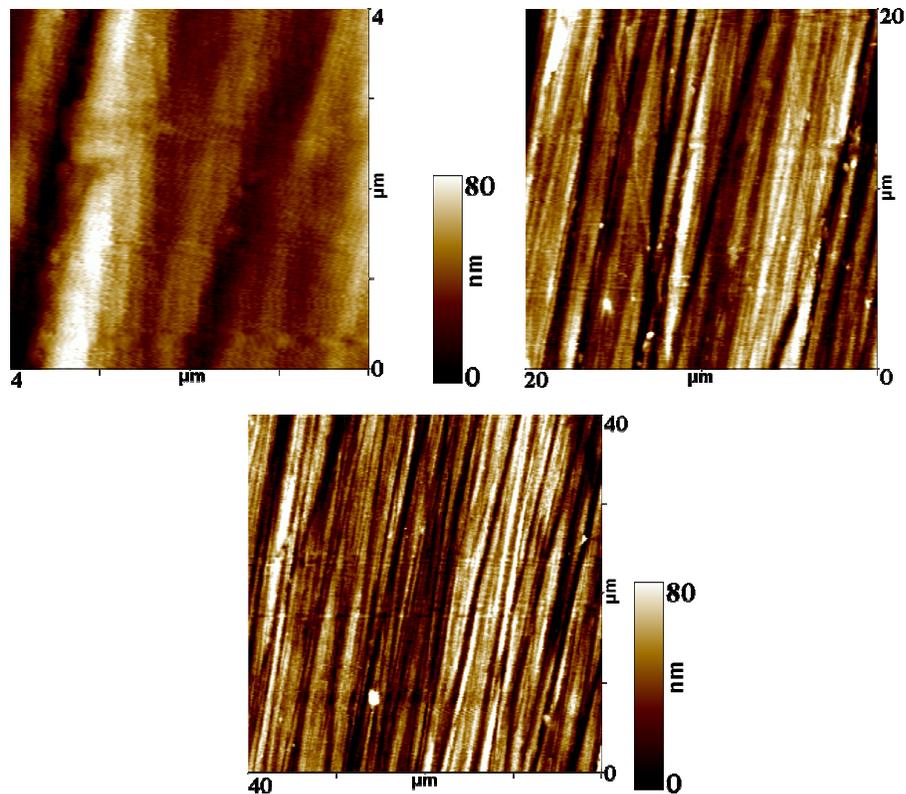


FIG. 3.1 – Images typiques de la topographie de la face supérieure de l'étalon de masse de 50 g.

fournis par le rugosimètre optique confirment cet aspect unidirectionnel des rayures : en effet le niveau du signal diffusé dépend fortement de l'orientation des rayures par rapport au plan d'incidence. Ceci nous a permis de mettre en évidence une différence notable au niveau de l'intensité de lumière diffusée pour deux orientations orthogonales de la surface. Les mesures effectuées avec le rugosimètre optique au BNM-INM sont présentées à partir de courbes (Fig. 3.3) qui montrent l'allure de la  $dsp |S(\Delta k)|^2$  en fonction de  $|\Delta k|^2$ . Le caractère unidirectionnel apparaît

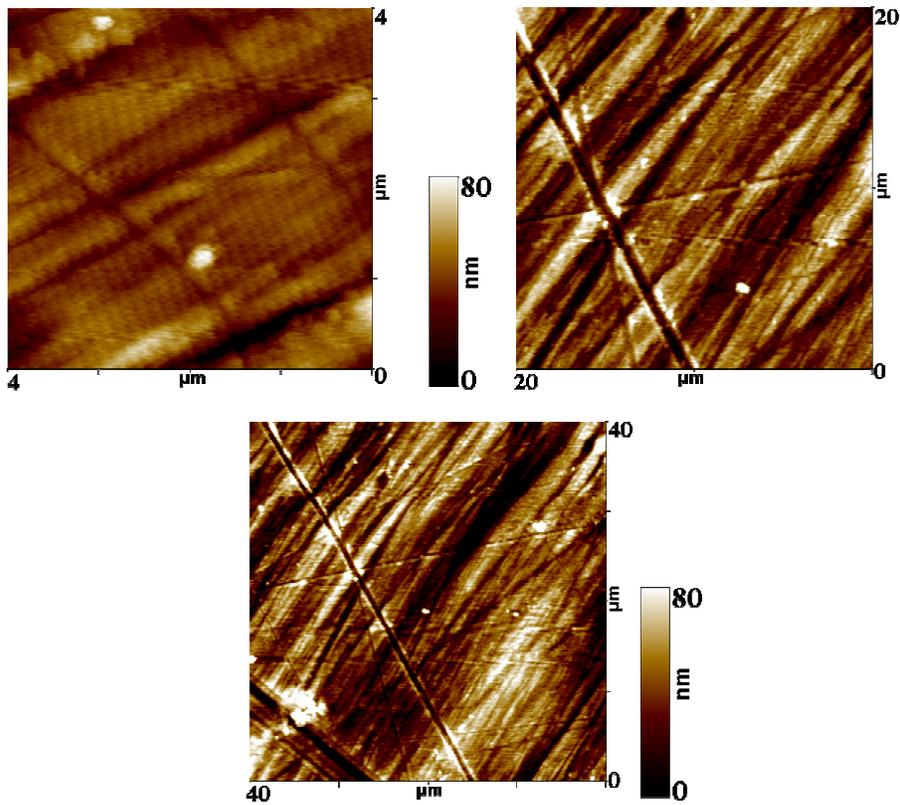


FIG. 3.2 – Images typiques de la topographie de la face inférieure de l'étalon de masse de 50 g.

clairement au niveau du décalage vers le haut des  $dsp$  dans le cas où le plan d'incidence est perpendiculaire aux rayures observées (position  $\pi/2$ ). Cela traduit une augmentation du flux lumineux diffusé par la surface. Comme la rugosité  $\delta$  est déterminée en rugosimétrie optique par ajustage entre les courbes de  $dsp$  et un modèle analytique (la méthode est décrite dans le chapitre 1, paragraphe 2.2.1.1) cette augmentation du flux lumineux donne une augmentation de la valeur de la rugosité  $\delta$  qui dépasse 65 nm dans le cas de la position  $\pi/2$ . Pourtant, elle vaut en moyenne 10 nm dans le cas où l'éclairage est parallèle aux rayures (position  $\pi$ ). Donc, ces valeurs ne représentent pas la rugosité intrinsèque à la surface mais nous pouvons parler d'une rugosité apparente.

Comparant les deux faces de l'étalon, nous remarquons que le comportement structural de la face inférieure est identique à celui de la face supérieure. Toutefois, dans le cas de la face inférieure le décalage des courbes correspondant à la position  $\pi/2$  est bien inférieur à celui de la face supérieure. Ceci peut être expliqué par l'existence de quelques rayures multidirectionnelles qui sont révélées sur la face inférieure par les images topographiques. L'absence de point de mesure autour de  $|\Delta k|^2 = 2 \times 10^{-4} \text{ nm}^{-2}$  est due au fait que le système de détection coupe la trajectoire du faisceau incident en s'interposant entre le laser et l'échantillon.

Pour quantifier l'analyse topographique de la surface, nous avons déterminé la distribution des hauteurs des aspérités de la surface, la fonction d'autocorrélation ainsi que la  $dsp$ . La distribution des hauteurs (Fig. 3.4), déterminée directement à partir des images topogra-

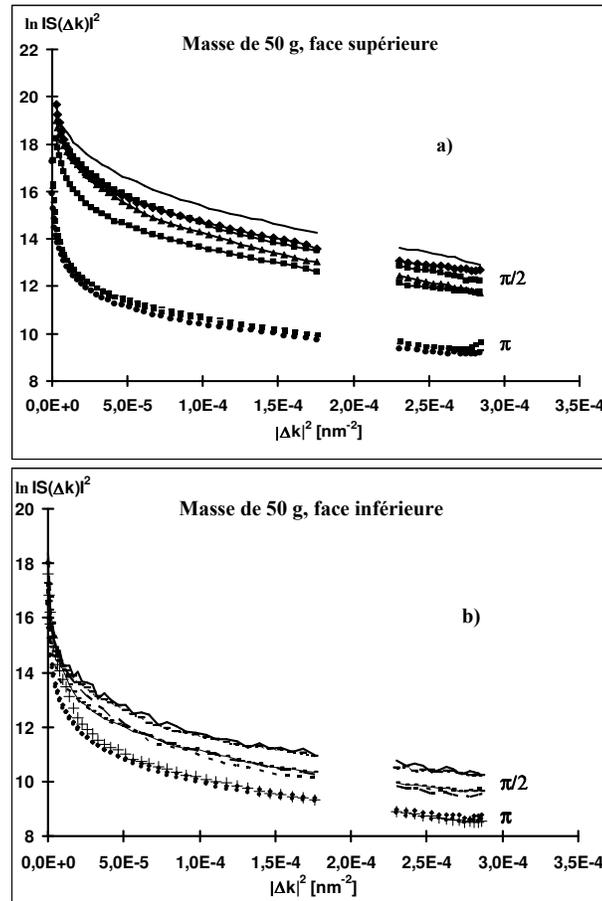


FIG. 3.3 – Courbes représentant la valeur du logarithme népérien de la dsp  $|S(\Delta k)|^2$  en fonction de  $|\Delta k|^2$ , pour deux positions orthogonales de la surface :  $\pi/2$  l'éclairage est perpendiculaire aux rayures,  $\pi$  l'éclairage est parallèle aux rayures observées sur la surface

phiques des figures 3.1 et 3.2, ( $L = 40 \mu m$  et  $4 \mu m$  et  $N = 256$  points ) par le biais de l'équation 2.37, est également comparée à une distribution gaussienne ayant la même valeur de rugosité  $\delta$  (relation 2.36).

Nous avons choisi deux tailles d'image  $L = 40 \mu m$  et  $L = 4 \mu m$  avec le même nombre de points de mesures  $N = 256$ . Chaque image est ainsi échantillonnée sur  $256 \times 256$  points, permettant d'atteindre différentes fenêtres fréquentielles pour différentes tailles d'image. Une taille 'L' de la fenêtre mesurée suffisamment petite, permet d'accéder aux détails sub-longueur d'onde. Inversement, pour des tailles de fenêtres plus grandes, on caractérise la rugosité associée aux plus faibles fréquences spatiales. Nous constatons une chute importante, en termes de rugosité (RMS), en hautes fréquences spatiales où  $RMS_{top} = 5 \text{ nm}$  et  $RMS_{base} = 8 \text{ nm}$  (images:  $4 \times 4 \mu m^2$ ), par contre en basses fréquences spatiales  $RMS_{top} = 19 \text{ nm}$  et  $RMS_{base} = 22 \text{ nm}$  (images:  $40 \times 40 \mu m^2$ ). Cela se traduit par un élargissement des histogrammes des hauteurs correspondant à des surfaces analysées d'aire  $(40 \times 40) \mu m^2$ . Cela signifie entre autre que sur un grand domaine de balayage on risque plus facilement d'avoir des rayures isolées et profondes de même que des poussières ou des trous.

Le faible écart observé entre les distributions expérimentales des hauteurs et les modèles gaus-

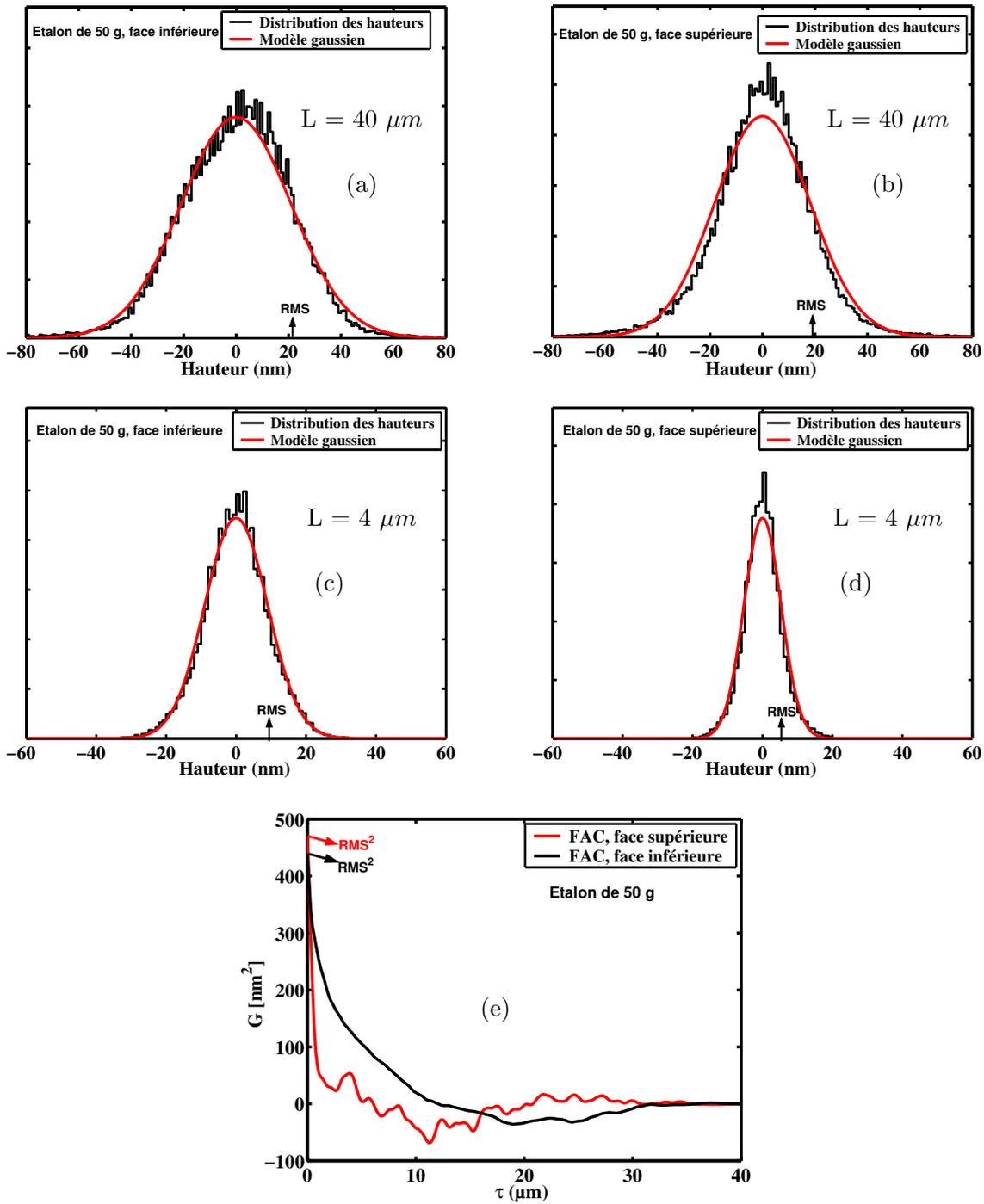


FIG. 3.4 – *a,b,c,d*) Comparaisons des distributions des hauteurs avec un modèle Gaussien correspondant aux faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 50 g. *e*) Fonctions d'auto-corrélations associées aux deux faces du même étalon.

siens (Fig. 3.4), nous amène à dire que la distribution des défauts sur la face inférieure peut être décrite à l'aide du modèle gaussien. Cette distribution peut s'interpréter par le fait que les tailles

et les profondeurs des rayures présentent un caractère aléatoire. L'écart entre la distribution des hauteurs et le modèle gaussien est beaucoup plus prononcé dans le cas de la face supérieure qui ne peut pas être représentée avec précision par une distribution gaussienne.

Pour une surface purement aléatoire, la fonction d'autocorrélation est strictement décroissante. La Fig. 3.4e représente la fonction d'autocorrélation déterminée à partir des deux images topographiques pour  $L = 40 \mu m$  des Figs. 3.1 et 3.2 par le biais de l'équation 2.27. La courbe associée à la face inférieure s'éloigne peu d'un modèle aléatoire et cela se traduit par la remontée observée pour les hautes valeurs de  $\tau$  : ceci confirme le léger écart constaté entre le modèle gaussien et la distribution des hauteurs mesurées. Le caractère aléatoire de la face inférieure apparaît au niveau de la *f.a.c* qui présente moins d'ondulation en tendant vers zéro. Les ondulations observées dans le cas de la face supérieure révèlent une famille de défauts "pseudo-périodiques" avec une période spatiale de l'ordre de  $2 \mu m$ . Cette valeur est entre 1 et  $5 \mu m$  comme les valeurs estimées des espacements entre les rayures unidirectionnelles présentes sur la face supérieure (les images topographiques de la figure 3.1). La rugosité peut être définie par la racine carrée de la *f.a.c* à l'origine  $\delta = \sqrt{G(0)}$ .

## Remarque 2

*Les densités spectrales de puissance appelées aussi spectres de rugosité ont été déterminées de la même manière que dans l'exemple présenté au chapitre 2 (paragraphe 2.4.2). Les spectres bidimensionnels représentés sur la Fig. 3.5 sont obtenus en appliquant une transformée de Fourier à deux dimensions par le biais de l'équation 2.32 sur les images topographiques de  $L = 40 \mu m$  des Figs. 3.1 et 3.2 (nous avons utilisé l'algorithme FFT du logiciel Matlab). En appliquant une moyenne polaire sur les spectres bidimensionnels par le biais de l'équation 2.33, les spectres de rugosité à une dimension sont calculés (Fig. 3.6), (Retenons que toutes les dsp déterminées à partir des images topographiques seront calculées de même façon.)*

Concernant la *dsp* (Fig. 3.6b), on note un bon recouvrement des spectres déterminés pour chaque technique dans un domaine commun de fréquences spatiales. Cela est plus évident pour les *dsp* relatives à la position  $\pi$  (Fig. 3.3) de la face supérieure. Le fait que les courbes de *dsp* déterminées par *ShFM* ont la même pente en hautes fréquences spatiales indique l'existence d'une famille des défauts dominante sur les deux faces de l'étalon.

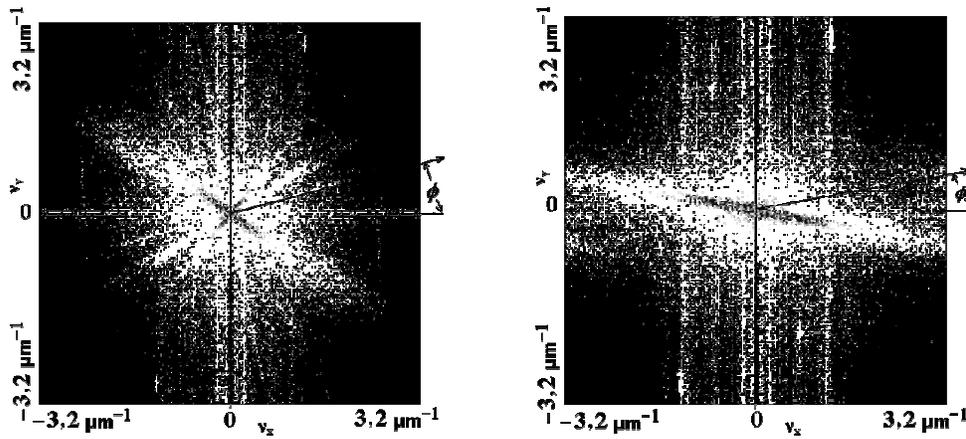


FIG. 3.5 – Spectres de rugosité bidimensionnels  $\gamma(\nu_x, \nu_y)$  déterminés directement à partir des images topographiques ( $L = 40 \mu\text{m}$ ) des Figs. 3.1 et 3.2.

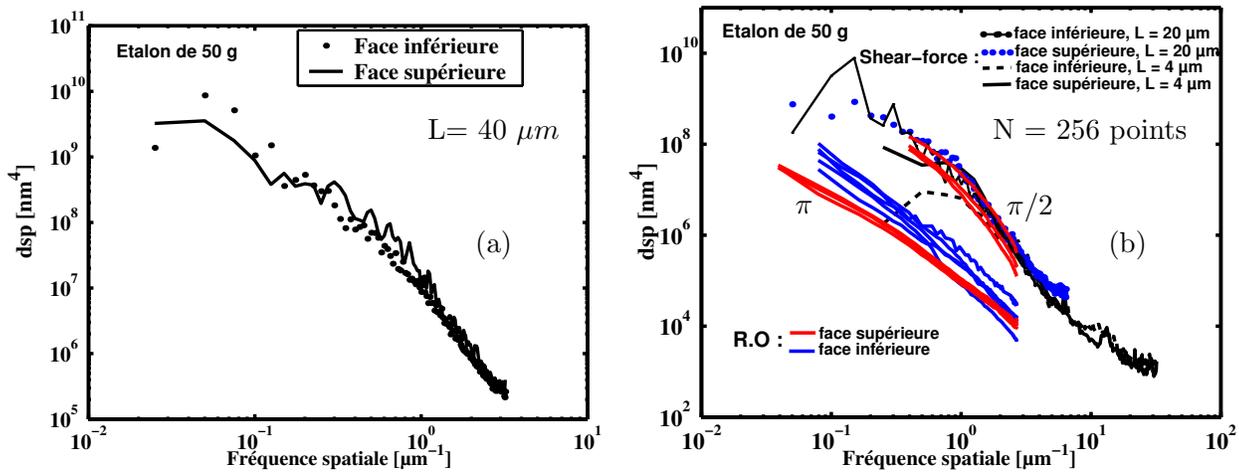


FIG. 3.6 – a) Spectres de rugosité unidimensionnels  $\bar{\gamma}(\nu)$  déterminés à partir d'une moyenne polaire sur les spectres bidimensionnels de la F.g.3.5, b) étude multi-échelle et comparaison en terme du spectre de rugosité entre le R.O et le ShFM, des faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 50 g.

### Masses de 500 g et de 2 kg en acier inoxydable

Les étalons de masse qui font l'objet de la présente étude sont en acier inoxydable et possèdent des masses nominales de 500 g et de 2 kg. Seules les mesures relatives aux parties planes (faces supérieure et inférieure) sont abordées dans ce travail. Les faces inférieures des deux étalons ont une forme particulière représentée sur la figure 3.7 avec la distribution de sites explorés.

Comme nous pouvons le voir à travers des images topographiques (Fig. 3.8), la structure de la surface de la face supérieure ainsi que de la partie centrale de la face inférieure des deux étalons présente des rayures de taille variable et multidirectionnelles. La surface de la partie périphérique

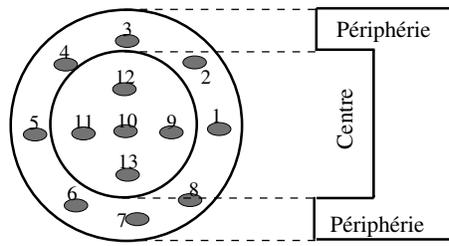


FIG. 3.7 – *Forme et distribution des sites explorés sur les faces inférieures.*

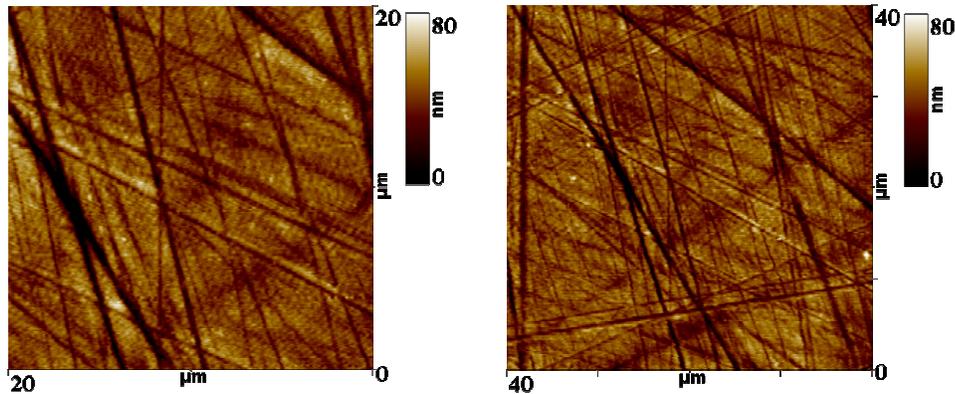


FIG. 3.8 – *Images topographiques typiques de la face supérieure et de la zone centrale de la face inférieure des étalons de 500 g et 2 kg.*

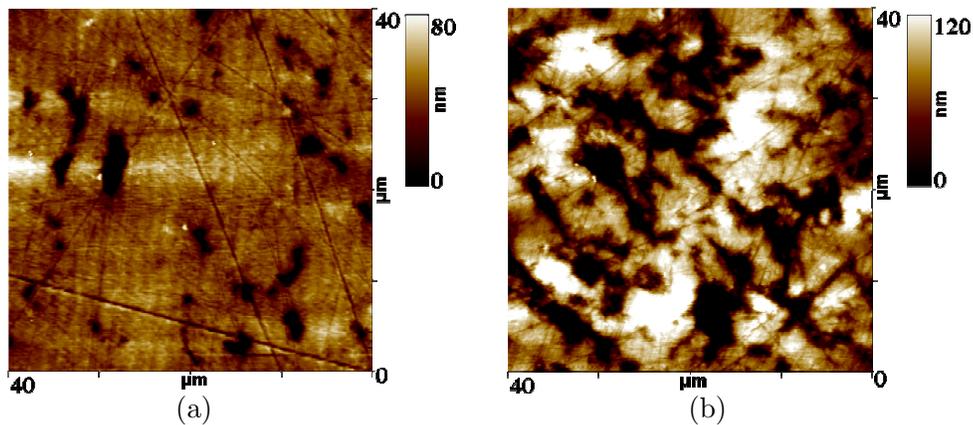


FIG. 3.9 – (a) et (b) *Images topographiques typiques de la zone périphérique de la face inférieure, correspondant respectivement aux étalons de masse de 500 g et 2 kg.*

de la face inférieure sur laquelle reposent les étalons présente une structure à première vue très différente (Fig. 3.9). On observe une structure 'bourgeonnante' où l'on note la présence de stries à peine visibles mais non déformées. La différence entre les zones centrale et périphérique de la face inférieure des deux étalons est liée en partie au fait que la zone périphérique est en contact

avec le support et de ce fait cette zone peut être déformée et polluée. Il ne nous est pas possible actuellement d'expliquer l'origine de cette différence structurale entre les deux zones. On peut néanmoins émettre quelques hypothèses : déformation de la surface de contact avec le support sous l'effet des pressions que les différentes masses imposent à la zone périphérique ou pollution locale et plus probablement c'est une combinaison des deux.

De manière générale, nous pouvons constater à partir des distributions des hauteurs de la figure 3.10 (zone périphérique de la face inférieure des étalons de masse de 2 kg et de 500 g), que la distribution des hauteurs des aspérités de la surface est plus éloignée d'un modèle gaussien que pour l'échantillon précédent (étalon de masse de 50 g).

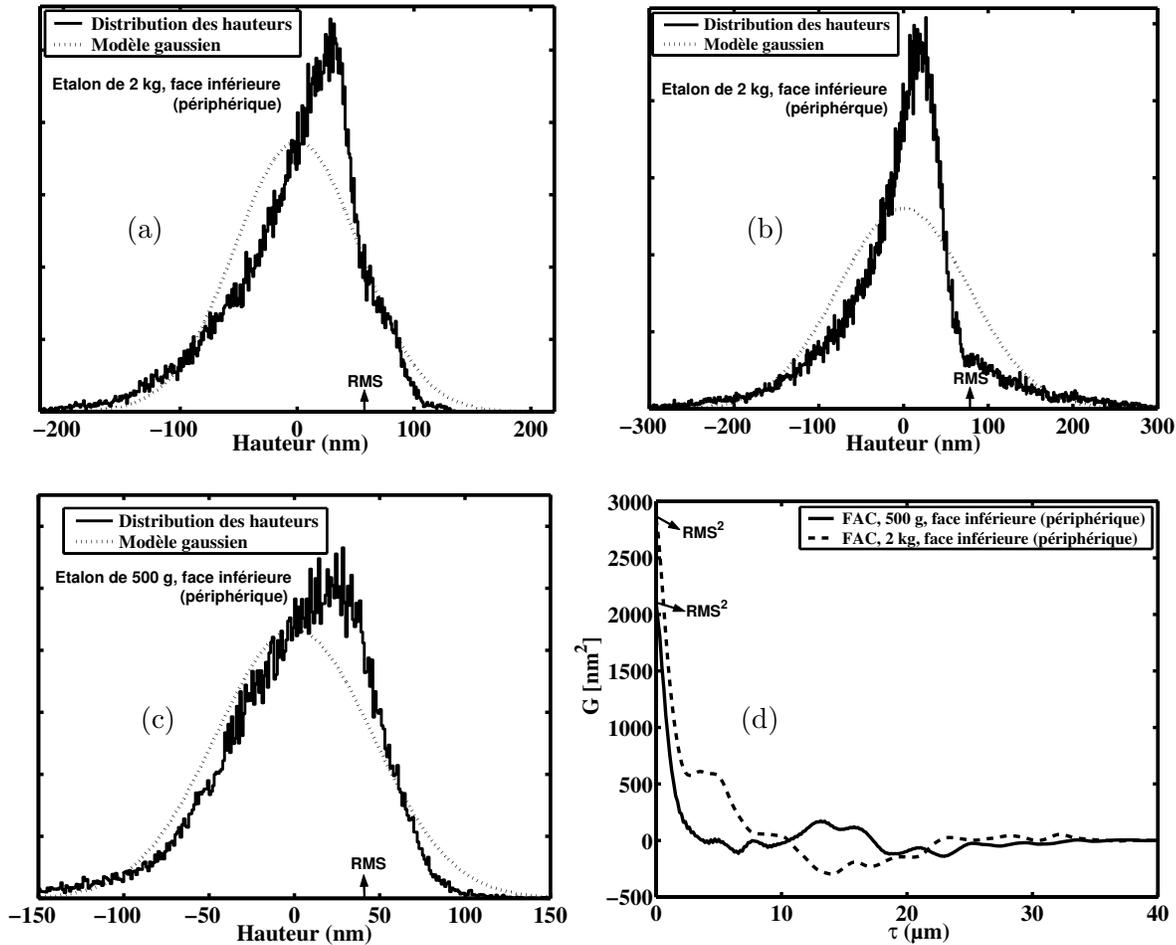


FIG. 3.10 – Comparaisons des distributions des hauteurs mesurées avec un modèle gaussien pour les deux étalons. (a et b) correspondent à deux zones différentes de la partie périphérique de l'étalon de 2 kg, (a) correspond à l'image topographique de la figure 3.9b. (c) correspond à l'image topographique de la figure 3.9a étalon de 500 g. (d) fonctions d'autocorrélation déterminées à partir des images topographiques de la figure 3.9.

Comme nous l'avons décrit précédemment, la comparaison entre les distributions des hauteurs et les modèles gaussiens est faite avec la même valeur de rugosité  $\delta rms$ . Nous constatons également que la symétrie des courbes de distribution des hauteurs est brisée. La comparaison

entre les distributions des hauteurs correspondant aux parties centrales et périphériques des faces inférieures ainsi que les faces supérieures des deux étalons (Figs. 3.10a,b,c et 3.11a), montrent deux structures totalement différentes; le modèle gaussien de la distribution des hauteurs ne s'applique pas aux zones périphériques des deux étalons. Plus généralement, la distribution des hauteurs des aspérités de la surface des zones périphériques ne peut pas être représentée par un modèle suivant une loi normale, ceci reflète l'inhomogénéité de la surface. En revanche, la distribution des hauteurs relative à la face supérieure et la zone centrale de la face inférieure (Fig. 3.11a) montre un caractère aléatoire de la surface. Sur la figure 3.11a on observe un bon accord entre la distribution de hauteurs et un modèle gaussien. La différence structurale entre les surfaces des étalons est observée également sur les fonctions d'autocorrélations présentées dans les figures 3.10d et 3.11b.

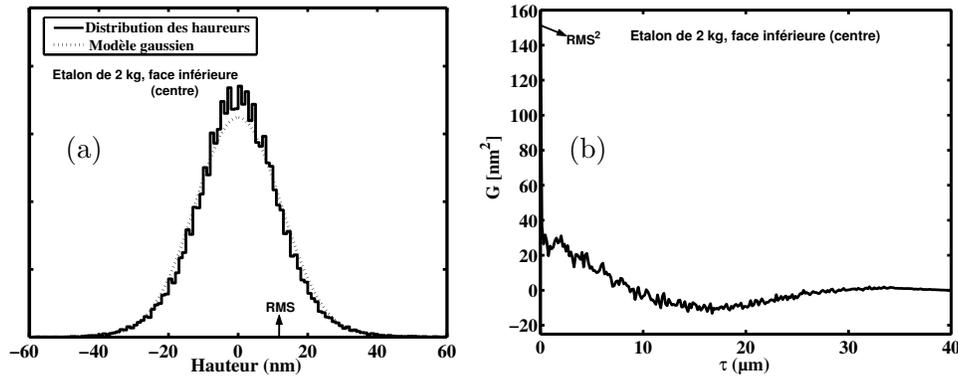


FIG. 3.11 – a) Comparaison d'une distribution des hauteurs avec un modèle gaussien pour la morphologie correspondant aux faces supérieures et aux parties centrales des faces inférieures des deux étalons. b) Représentation de la fonction d'autocorrélation associée.

Nous avons rapporté sur la figure 3.12 les densités spectrales de puissance ( $dsp$ ) obtenues à l'aide du rugosimètre optique et par mesures en *ShFM* de l'étalon de masse de 2 kg. Dans une fenêtre fréquentielle spatiale comparable entre les deux techniques, nous pouvons mener une comparaison entre les résultats. Les  $dsp$  confirment ce qui a été constaté auparavant à partir des images *ShFM* et des distributions des hauteurs. En *ShFM*, nous remarquons en basses fréquences spatiales des écarts entre les valeurs des  $dsp$  pour les différents endroits sur la surface de l'étalon. Cette dispersion indique l'existence d'une différence structurale importante entre la zone centrale et périphérique. Avec le rugosimètre optique (*R.O.*), par précaution pour ne pas endommager le détecteur, la forte rugosité nous oblige à diminuer l'angle de détection donc à perdre de l'information sur les détails associés aux basses fréquences spatiales, notamment les grosses structures "bourgeonnantes" observées sur les images obtenues en *ShFM*. La valeur de la rugosité estimée avec le rugosimètre optique, est alors plus basse. En *ShFM*, nous avons pu révéler les détails les plus fins de la surface en étendant la fenêtre fréquentielle vers les hautes fréquences spatiales (jusqu'à  $32 \mu m^{-1}$ ), ce domaine n'est pas accessible avec le rugosimètre optique. En hautes fréquences spatiales, les  $dsp$  relatives aux zones périphérique et centrale de la face inférieure indiquent l'existence d'un même état de surface. Cela est induit par la même méthode de polissage qui a été appliquée sur les deux zones.

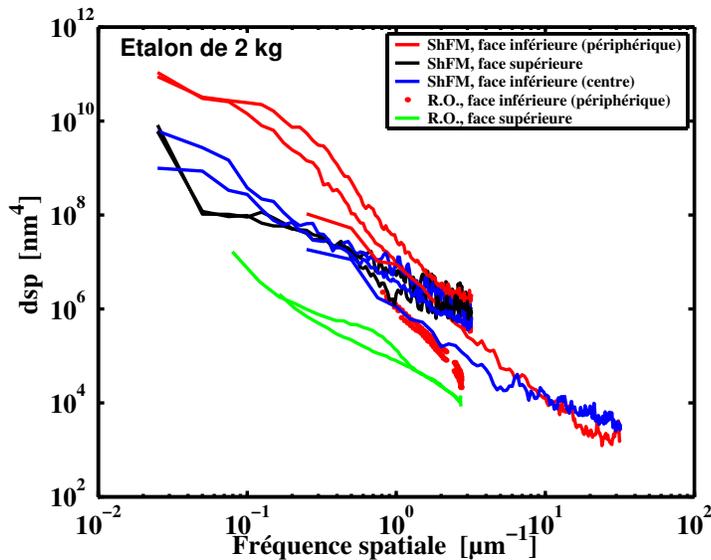


FIG. 3.12 – Étude multi-échelle et comparaison des spectres de rugosité obtenues par le Rugosimètre Optique (R.O.) et ShFM, pour les faces inférieure et supérieure de l'étalon de masse de 2 kg.

### Masse de 100 g en alacrite XSH

En raison de la fragilité des étalons en platine iridié du fait de la faible dureté de ce matériau, en 1975, l'Institut National de Métrologie a choisi de réaliser ses kilogrammes-étalons secondaires dans un alliage dénommé commercialement Alacrite XSH, un superalliage hypereffort.

Nous avons procédé pour cette masse de la même façon que pour la masse précédente. Mais nous avons analysé en plus des deux faces planes (inférieure et supérieure) la face cylindrique. Cet étalon a été nettoyé selon la méthode du BIPM décrite dans le chapitre 1 paragraphe 1.5. Dans ce paragraphe, nous allons mener une étude comparative entre les surfaces planes et celle cylindrique (surface latérale). Signalons également que ni le rugosimètre optique ni le réflectomètre X ne permettent d'analyser la surface latérale de l'étalon.

Nous présentons sur la figure 3.13 trois images types de la topographie des faces planes. Celles-ci ne présentent aucune structure particulière par rapport aux étalons précédents. Nous constatons que les deux faces de cet étalon présentent une similarité structurale avec toutefois une rugosité légèrement plus faible pour la face supérieure. Comparons maintenant la structure de la surface latérale à celle des faces planes de l'étalon.

Sur la figure 3.14 est présentée une série d'images topographiques de la surface latérale. Nous observons à partir des figures 3.13 et 3.14 une différence notable en termes de morphologie entre les surfaces planes et la surface latérale de l'étalon : on note la présence d'une structure localisée sur la surface latérale. Cette différence est liée d'une part à la méthode de polissage de la surface latérale, différente de celle des surfaces planes, et d'autre part à la manipulation de l'étalon (souvent on prend l'étalon par sa surface latérale) qui a accéléré le vieillissement de la surface. Les deux méthodes de polissage ont été décrites au chapitre 1, paragraphe 1.6. Si nous comparons la surface latérale à celle de la partie périphérique de la face inférieure des étalons de 500 g et 2 kg étudiés précédemment nous pouvons parler d'une similitude entre les deux surfaces. Comme les types des surfaces observés sur cet étalon ont été rencontrés dans les paragraphes

précédents, nous estimons qu'une étude qualitative suffit pour cet étalon.

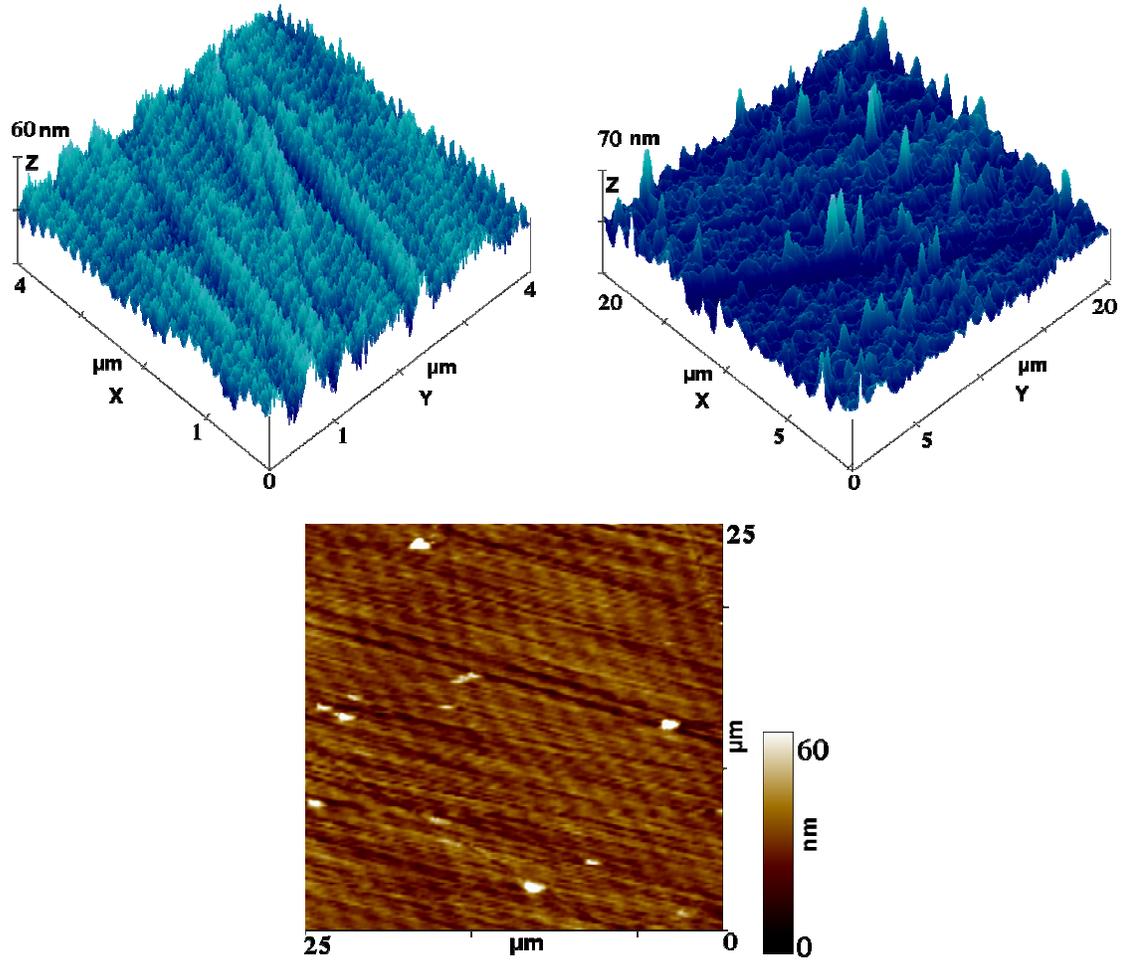


FIG. 3.13 – Images types de la topographie des faces planes de l'étalon en alacrite avec  $N = 256$  points

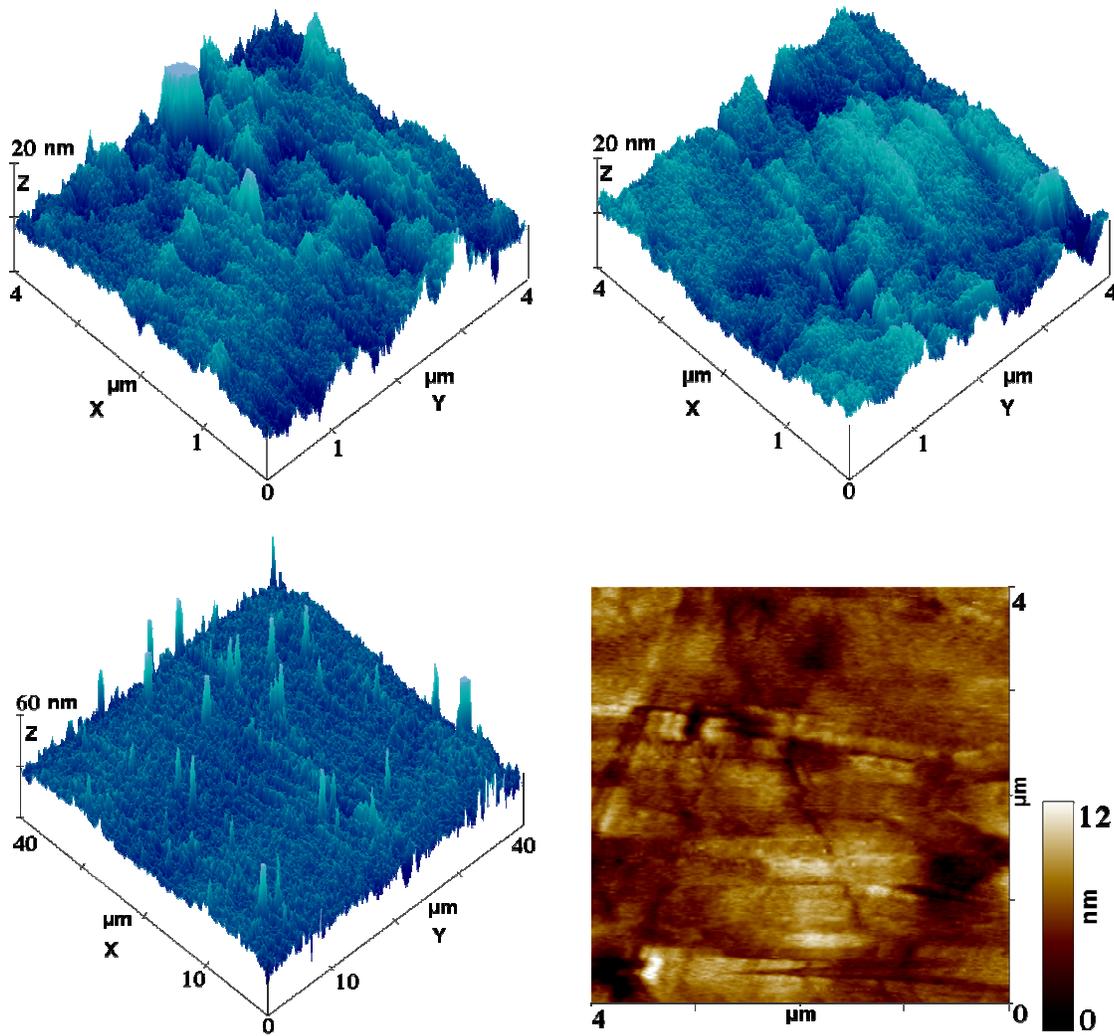


FIG. 3.14 – Images types de la topographie de la surface latérale de l'étalon en alacrite avec  $N = 256$  points

### 3.1.1 Rugosité : Root-Mean-Square height (RMS height)

La détermination de la rugosité de surface a été effectuée pour différents sites repartis sur toute la surface des étalons. Pour chacun de ces sites, une série d'images topographiques a été effectuée en plusieurs endroits de chacun des sites. Ainsi, la rugosité d'un site correspond à une valeur moyenne, déterminée directement à partir de l'ensemble des images topographiques par le biais de l'équation (2.35). La différence structurale révélée par les images topographiques et l'analyse statistique concernant les parties périphérique et centrale de la face inférieure de l'étalon de 2 kg, se manifeste principalement dans le domaine des basses fréquences spatiales, et se traduit également au niveau de la rugosité. Celle-ci exprimée en termes de hauteur quadratique moyenne ( $\text{rms } \delta$ ) (tableau 3.1, ligne 4), présente un écart significatif pour l'étalon de 2 kg entre les deux parties:  $\delta = 54$  nm en périphérie et  $\delta = 14,47$  nm pour la partie centrale. Cette dernière avec la face supérieure, montre une certaine similitude, toutes deux présentant

des stries multidirectionnelles avec une rugosité comparable. Cet état de surface reflète très probablement la qualité du polissage identique pour les deux parties, qui ne rentrent en contact avec aucun support pendant le stockage des masses, contrairement à la partie périphérique de la face inférieure.

Concernant la masse de 50 g, la présence de stries très marquées selon une direction fait que la rugosité mesurée dépend fortement de l'orientation de la surface par rapport au plan d'incidence, notamment pour les méthodes basées sur les mesures de la répartition angulaire de lumière diffusée. Les valeurs mesurées à l'aide du rugosimètre optique dans le cas où le plan d'incidence est perpendiculaire à la direction des stries sont plus élevées ( $\delta = 81$  nm avec  $S_\delta = 24$  nm) que dans le cas où il lui est parallèle ( $\delta = 9,95$  nm avec  $S_\delta = 3,6$  nm).

On note quelques écarts entre les mesures fournies par les deux techniques, ceci est dû au mode de fonctionnement du R.O, qui permet une analyse dans un seul plan ainsi qu'aux domaines de fréquences spatiales qui n'ont pas toujours été identiques entre les différents instruments. Malgré tout, en dehors de la partie extérieure de la base de la masse de 2 kg qui est très rugueuse et dans une fenêtre de fréquence spatiale comparable les valeurs obtenues restent toujours du même ordre de grandeur.

Nous avons mesuré avec le ShFM la rugosité dans une fenêtre fréquentielle comprise entre  $0,25 \mu m^{-1}$  et  $32 \mu m^{-1}$ , les résultats relatifs aux étalons de 50 g et 2 kg sont présentés dans le tableau 3.2.

Les résultats en termes de rugosité  $\delta$  obtenus à l'aide des différents instruments impliqués dans le projet Euromet 551 sont regroupés dans le tableau 3.3. Avant de comparer ces résultats, il serait utile de rappeler les bandes de fréquence spatiale pour chaque instrument et dans lesquelles la rugosité *rms*  $\delta$  a été déterminée :

- ShFM  $[0,025 - 3,2] \mu m^{-1}$ ;
- R.O.  $[0,079 - 2,68] \mu m^{-1}$ ;
- Laserchek  $[1,8910^{-3} - 7,510^{-2}] \mu m^{-1}$ ;
- Talystep  $[10^{-3} - 2] \mu m^{-1}$ ;
- TIS  $[0,025 - 2] \mu m^{-1}$ .

| Étalons de masse | Technique d'analyse<br>Gamme des fréquences spatiales | Surface explorée                   | RMS $\delta$ ( $S_\delta$ )<br>[nm] |
|------------------|---|------------------------------------|-------------------------------------|
| 50 g en acier    | Shear-force<br>$\nu \in [0,025 - 3,2] \mu m^{-1}$     | Base                               | 20,1 (0,2)                          |
|                  |   | Top                                | 25,4 (3,5)                          |
| 50 g en acier    | R.O<br>$\nu \in [0,079 - 2,68] \mu m^{-1}$            | Base                               | 14,5 (1,45)                         |
|                  |   | Top                                | 10 <sup>†</sup> (1,44)              |
| 2 kg en acier    | Shear-force<br>$\nu \in [0,025 - 3,2] \mu m^{-1}$     | <i>Base<sub>centre</sub></i>       | 14,5 (0,14)                         |
|                  |   | <i>Base<sub>périphérique</sub></i> | 54 (12)                             |
|                  |   | Top                                | 12,4 (1,16)                         |
| 2 kg en acier    | R.O<br>$\nu \in [0,079 - 2,68] \mu m^{-1}$            | <i>Base<sub>centre</sub></i>       | 11,4 (3,2)                          |
|                  |   | <i>Base<sub>périphérique</sub></i> | 12 <sup>‡</sup> (3,4)               |
|                  |   | Top                                | 7,5 (5,5)                           |

TAB. 3.1 – Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) obtenues par ShFM et rugosimètre optique et les écarts types associés  $S_\delta$ .

| Étalons de masse | Technique d'analyse | Surface explorée      | RMS $\delta$ ( $S_\delta$ ) [nm]<br>[0,25 – 32] $\mu m^{-1}$ |
|------------------|---------------------|-----------------------|--|
| 50 g en acier    | Shear-force         | Base                  | 10,7 (3,5)   |
|                  |                     | Top                   | 12,6 (2,9)   |
| 2 kg en acier    | Shear-force         | $Base_{centre}$       | 10,8 (1,5)   |
|                  |                     | $Base_{peripherique}$ | 13 (1,4)   |
|                  |                     | Top                   | 9 (1,5)  |

TAB. 3.2 – *Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height: Root-Mean-Square height) déterminées directement à partir des images topographiques par le biais de l'équation (2.35), dans une fenêtre fréquentielle 0,25 - 32  $\mu m^{-1}$ , avec les écarts types associés  $S_\delta$ .*

| Techniques     | 50 g                  | 100 g      | 500 g      | 2 kg       |
|----------------|-----------------------|------------|------------|------------|
| ShFM / FR      | 25,4 (3,5)            | 6,9 (0,7)  | 11,7 (1,2) | 12,4 (1,2) |
| R.O. / FR      | 10 <sup>†</sup> (1,5) | 4 (1)      | 7,8 (1,8)  | 7,5 (5,5)  |
| Laserchek / US | 27 (1)                | 6,9 (1,7)  | ?          | ?          |
| Talystep / US  | 38,7 (3,5)            | 12,5 (3,4) | ?          | ?          |
| TIS / SE       | 33 (4)                | 5 (3)      | 12 (4)     | 11 (3)     |

TAB. 3.3 – *Valeurs moyennes de  $\delta$  et les écarts types associés ( $S_\delta$ )(en nm) relatifs aux quatre masses caractérisées par différentes techniques.*

En effet, la caractérisation de la rugosité d'une surface par le seul paramètre  $\delta$  sans qu'il ne lui soit associé un intervalle de fréquences spatiales, reste incomplète, car chaque instrument intègre plus ou moins de défauts de surface selon son principe de mesure et les conditions expérimentales. Pour les masses de 500 g et 2 kg, seuls les résultats obtenus à l'aide du *ShFM*, du rugosimètre optique et de la sphère intégratrice (TIS) sont disponibles. La dispersion des valeurs de rugosité trouve son origine aussi bien dans la nature de la surface que dans la résolution latérale du dispositif de caractérisation.

### 3.2 Étude de la rugosité des surfaces de platine iridié (Pt-Ir)

L'étude de rugosité est menée sur quatre disques en platine iridié (90 % de platine et 10 % d'iridium, alliage utilisé pour la fabrication du prototype international du kilogramme) de 40 mm de diamètre (très proche de celui d'un étalon de masse en platine iridié) avec une épaisseur de 8 mm, issus d'une même coulée. Ces disques ont été fournis au BNM-INM, après un simple usinage au tour, par la société Johnson Matthey. Leur polissage a été réalisé au BNM-INM [58, 59] en plusieurs étapes successives, utilisant pour les phases finales des grains de poudre diamantée de taille décroissante : 6  $\mu m$ , 3  $\mu m$ , 1  $\mu m$  et 0,25  $\mu m$ . À chaque étape, le disque est nettoyé dans un bain à ultrasons avec de l'éthanol.

Les disques seront différenciés par les lettres : *A*, *B*, *C*, *D* (voir Fig. 3.15). Les disques *A*, *B*, et *C* ont été polis de manière semi-automatique jusqu'à un grain final de 1  $\mu m$ . Le quatrième disque (*D*) a été poli manuellement jusqu'à un grain final de 1  $\mu m$ .

Les techniques de caractérisation utilisées dans cette étude qui entre dans le cadre du projet

<sup>†</sup> Ces valeurs sont obtenues dans le cas où le plan d'incidence est parallèle aux stries observées.

<sup>‡</sup> Valeur correspondant à une fenêtre fréquentielle plus restreinte que celle habituellement utilisée pour le R.O.

EUROMET MASS 734, sont : rugosimètre optique (R.O.), réflectomètre X (X-ray), microscope en *shear-force* (ShFM). Dans un premier temps, l'étude morphologique (images topographiques)

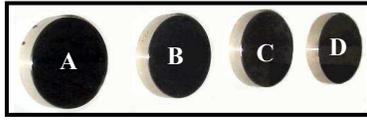


FIG. 3.15 – Quatre disques en platine iridié (Pt-Ir)

et quantitative (analyse statistique des images topographiques) avec le *ShFM* est menée de la même façon que pour les échantillons précédents. Ensuite, une comparaison en termes de *dsp* des trois techniques est également menée en utilisant pour le rugosimètre optique et le réflectomètre X la même théorie vectorielle de la diffusion. Bien adaptée au domaine du visible, cette théorie peut aussi être utilisée dans le cas du rayonnement X.

Dans un deuxième temps, nous avons déterminé, à l'aide des trois techniques citées, le même paramètre statistique - la hauteur quadratique moyenne des aspérités  $\delta$  (RMS Root-Mean-Square) - pour caractériser la rugosité de la surface des quatre disques.

L'étude avec le *ShFM* se fait dans une gamme de fréquences spatiales plus étendue que celles accessibles aux deux premières techniques. Il en sera tenu compte lors de la comparaison ainsi que de la différence de l'aire des zones explorées par chacune des trois techniques.

### 3.2.1 Étude morphologique de l'état de surface avec le *ShFM*

Une vingtaine de sites, répartis régulièrement sur toute la surface de chaque disque, ont été analysés. A ce stade de l'étude, il est important de souligner qu'une quantité importante d'images topographiques ont été effectuées sur chaque disque. Nous ne présenterons pour chaque disque qu'une série d'images topographiques représentatives de l'état de surface du disque étudié.

Les figures 3.16, 3.17, 3.18, 3.19, présentent une série d'images topographiques correspondant respectivement aux disques A, B, C et D. Les images relatives aux trois premiers disques révèlent une similarité quant à leur morphologie. On note par exemple sur les images la présence des stries multidirectionnelles de profondeur comprise entre 2 et 8 *nm* et de taille latérale variable entre 100 *nm* et 1  $\mu m$ . On observe également des trous de profondeur comprise entre 2 et 10 *nm* et de taille latérale comprise entre 300 *nm* et 1  $\mu m$  ainsi que quelques poussières. L'observation de petits domaines ( $2 \times 2 \mu m^2$ ,  $4 \times 4 \mu m^2$ ) montre une surface à très faible rugosité avec une hauteur entre les "sommets" et les "vallées" comprise entre 1 et 4 *nm*.

Nous remarquons que les dimensions des rayures et des trous sont comparables entre les disques A, B, C et elles correspondent à la taille de grain final (1  $\mu m$ ) employé dans la procédure de polissage. L'origine principale des rayures et des trous est donc liée au mouvement ainsi qu'à la pression exercée sur la surface lors du polissage abrasif. L'observation d'une telle structure morphologique unique sur la surface des trois disques A, B, C met en évidence la reproductibilité de la méthode de polissage et cela présente un avantage majeur pour les métrologues.

Les images topographiques présentées sur la figure 3.19 sont associées au disque D et révèlent une morphologie de la surface différente de celle observée sur les disques A, B, C. Les rayures sont majoritairement unidirectionnelles avec une profondeur comprise entre 1 et 5 *nm*. Contrairement aux disques A, B, C, nous n'avons pas observé de trous sur la surface. Les quatre disques ont été conservés de la même manière et ils ont reçu le même soin, cependant, la surface du disque D est moins contaminée que les surfaces des disques A, B, C. En revanche, l'observation de petits

domaines (Fig. 3.19a,b,c) montre une structure plus vallonnée, avec une hauteur plus importante entre les "sommets" et les "vallées" (comprise entre 1 et 6 nm) que pour les autres disques. Cette étude qualitative ne suffit pas pour mener une caractérisation complète de la surface. Pour cela nous allons procéder à une analyse statistique quantitative des images topographiques.

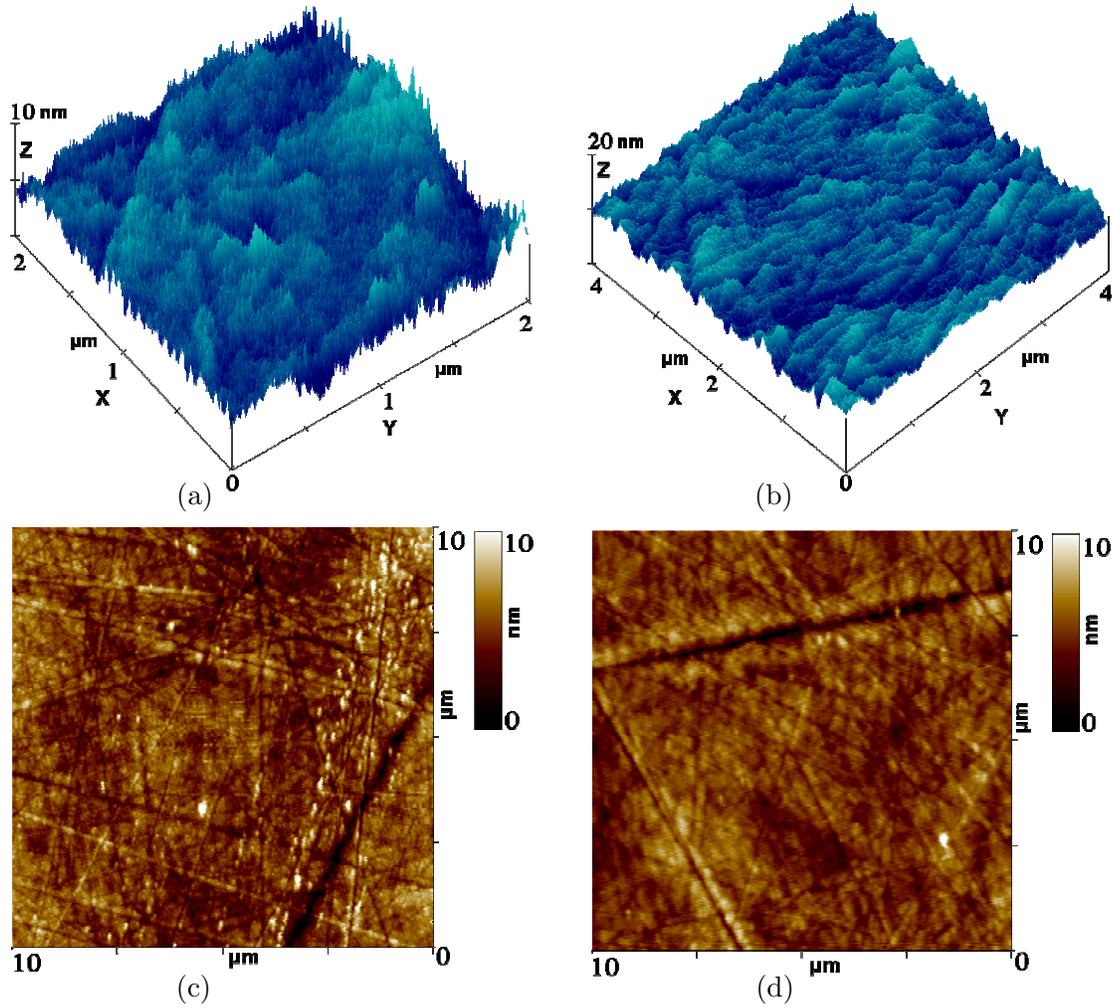


FIG. 3.16 – Images topographiques représentatives de la surface du disque 'A' avec  $N = 256$  points

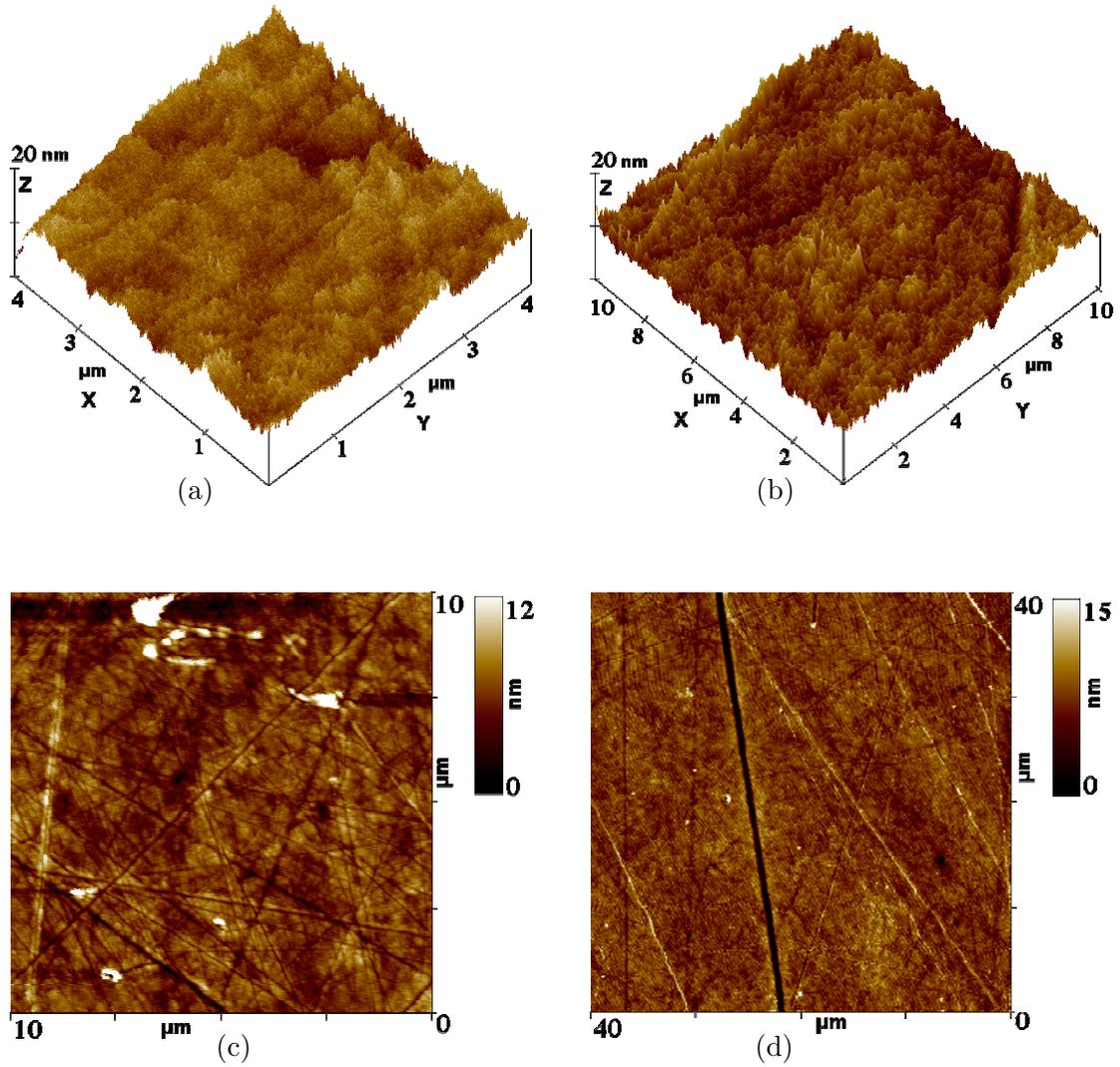


FIG. 3.17 – Images topographiques représentatives de la surface du disque 'B' avec a,b,c:  $N = 256$  points et d;  $N = 512$  points

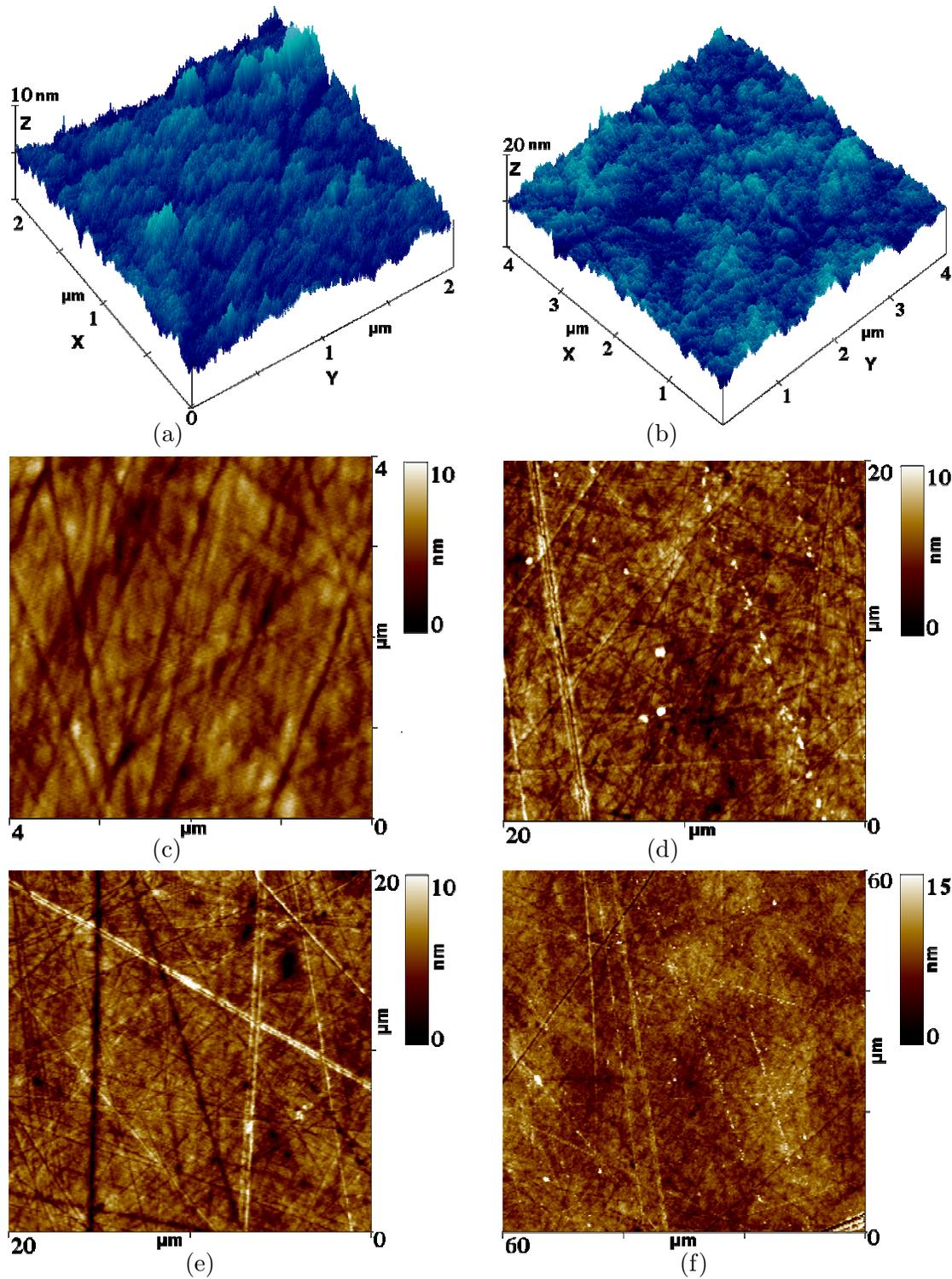


FIG. 3.18 – Images topographiques représentatives de la surface du disque 'C' avec  $N = 256$  points

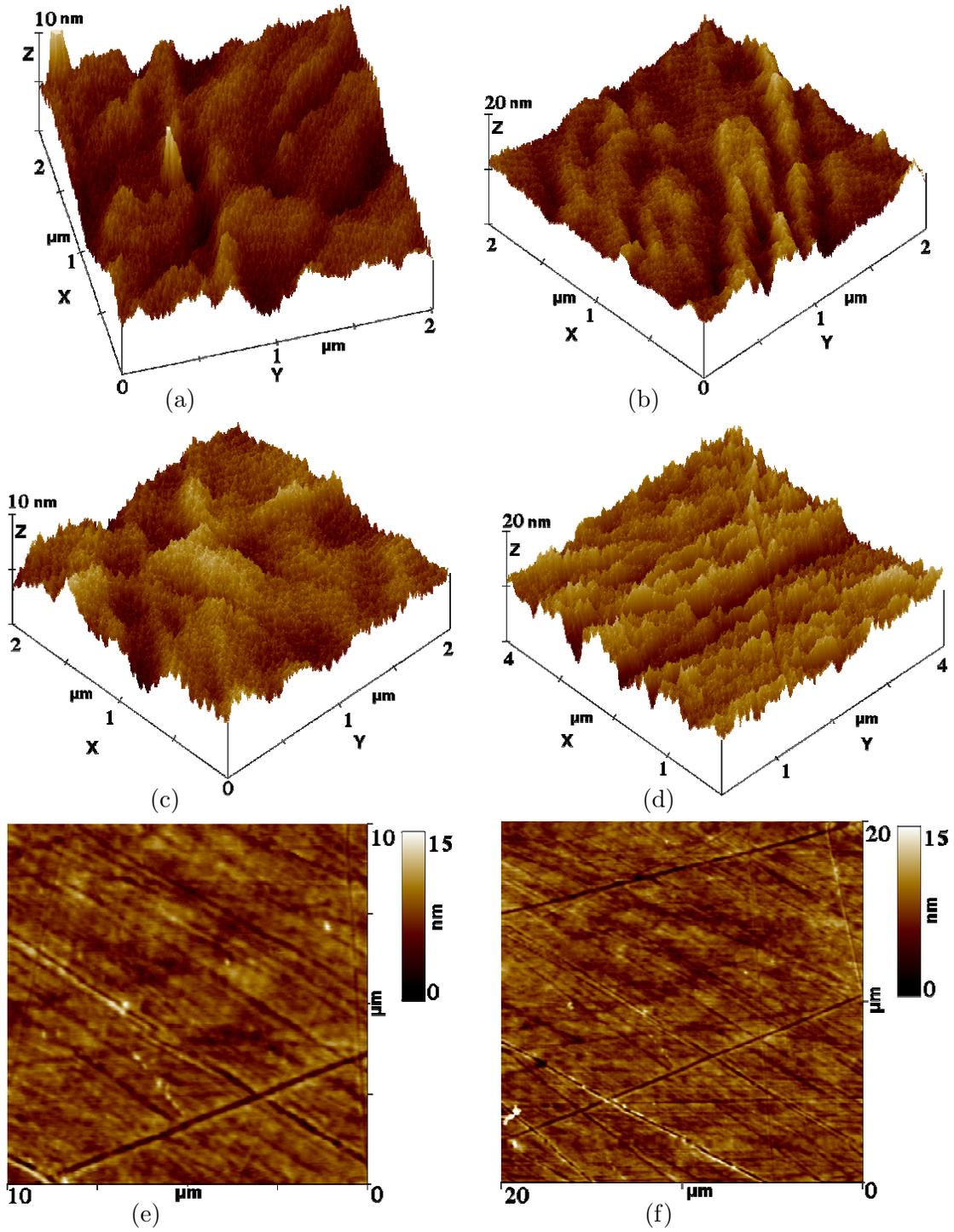


FIG. 3.19 – Images topographiques représentatives de la surface du disque ‘D’ avec  $N = 256$  points

### 3.2.2 Analyse statistique des surfaces

Nous avons constaté à partir des images topographiques présentées sur les figures 3.16, 3.17, 3.18 que les trois disques 'A' 'B' 'C' ont un état de surface similaire. Donc, nous avons choisi pour cette étude le disque 'C' comme représentant des trois premiers disques et c'est lui qui va être comparé au disque 'D'.

Pour cette analyse quantitative, nous avons choisi comme grandeurs : la distribution statistique des hauteurs, la fonction d'autocorrélation, la densité spectrale de puissance, la hauteur quadratique moyenne  $\delta rms$  ainsi que la longueur de corrélation  $\sigma$ .

#### 3.2.2.1 Distribution statistique des hauteurs

Sur les figures 3.20 et 3.21, nous avons représenté sur le même graphique deux distributions des hauteurs : en traits pleins la distribution des hauteurs déterminée directement à partir des

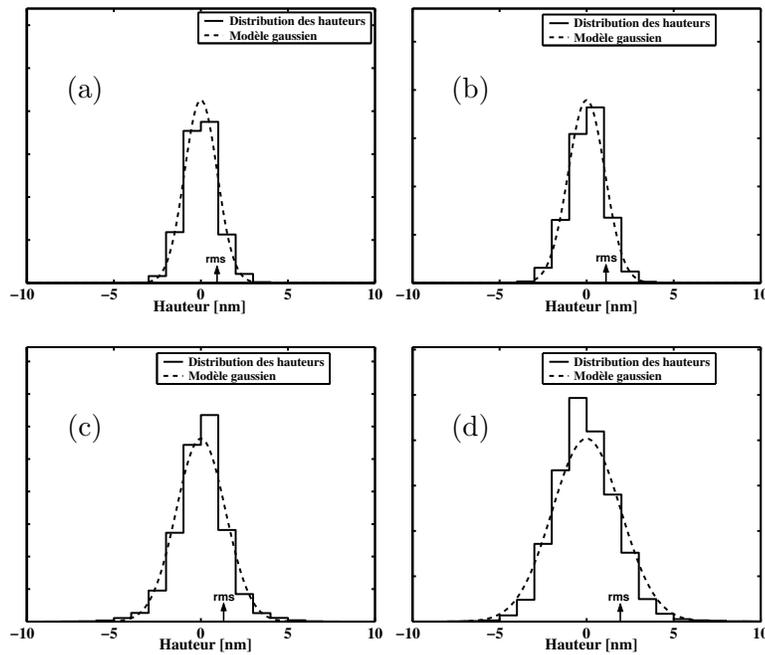


FIG. 3.20 – Distributions des hauteurs : Disque C. Les données expérimentales correspondent respectivement aux images suivantes : a) Fig. 3.18a, b) Fig. 3.18b, c) Fig. 3.18d, d) Fig. 3.18f.

images topographiques 3.18 et 3.19, en traits pointillés celle d'une loi gaussienne déterminée en utilisant la relation (2.36) avec  $\Delta h = 1$  nm et avec la même rugosité ( $rms \delta$ ) que la surface des disques en platine iridié. Dans le cas du disque 'C',  $\delta = 0,9$  nm, 1 nm, 1,4 nm et 2 nm, correspond respectivement à la Fig. 3.20a,b,c,d. Pour le disque 'D',  $\delta = 1,3$  nm et 1,64 nm, correspond respectivement à la Fig. 3.21a,b. La superposition des deux courbes montre que la structure de la surface des deux disques se comporte comme une surface aléatoire, mis à part le cas de la figure 3.21a où la distribution des hauteurs est un peu plus éloignée du modèle gaussien. Nous confirmons ainsi que la morphologie vallonnée avec une hauteur creux-vallée importante observée sur les images topographiques (Fig. 3.19a,b,c) correspond bien à une structure de

surface moins homogène que celle des autres disques.

L'analyse des images non présentées dans ce mémoire montre que le résultat est le même pour toutes les surfaces des disques 'A', 'B' et 'C' ainsi que pour tous les sites explorés sur la surface de disque 'D'.

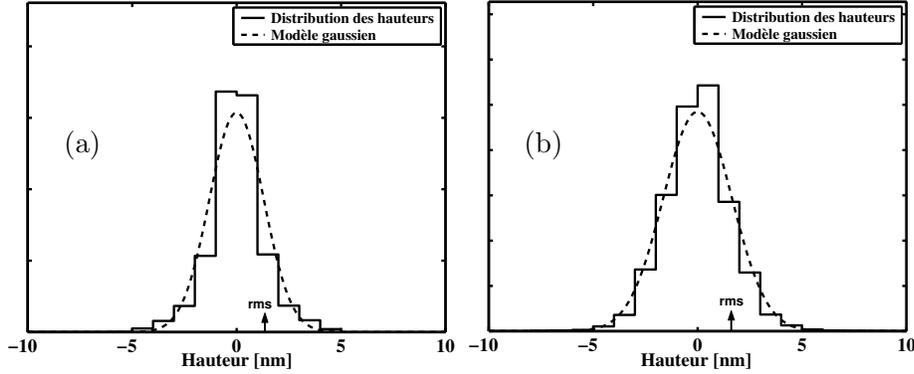


FIG. 3.21 – Distributions des hauteurs : Disque D. Les données expérimentales correspondent respectivement aux images suivantes : a) Fig. 3.19a, b) Fig. 3.19f.

### 3.2.2.2 Comparaison entre les fonctions d'autocorrélations et des modèles analytiques

Dans certains cas l'autocorrélation mesurée peut être modélisée par une fonction analytique. Cela permet à partir du modèle analytique de faire des "prévisions" lorsque l'on fait évoluer le paramètre associé à la fonction.

Nous allons comparer l'autocorrélation déterminée directement à partir des images topographiques avec des modèles gaussien ou exponentiel, représentés respectivement par les expressions suivantes :

$$G_g(\tau) = \delta^2 \exp\left(-\frac{\tau^2}{\sigma_g^2}\right) \quad ; \quad G_e(\tau) = \delta^2 \exp\left(-\frac{|\tau|}{\sigma_e}\right) \quad (3.1)$$

Les paramètres  $\sigma_g$  et  $\sigma_e$  sont les longueurs de corrélation, ils correspondent respectivement aux modèles gaussien et exponentiel. La longueur de corrélation est définie comme étant la distance pour laquelle  $G_g(\tau)$  ( $G_e(\tau)$ ) passe de sa valeur maximale  $G_g(0)$  ( $G_e(0)$ ) à l'origine à la valeur  $G_g(0)/e$  ( $G_e(0)/e$ ).

Nous avons rencontré plusieurs cas où la forme de la partie initiale de la fonction d'autocorrélation est raisonnablement gaussienne alors que la partie qui vient juste après a plutôt une forme exponentielle. Dans ce cas, nous proposons d'associer une gaussienne avec une exponentielle de la façon suivante :

$$G_{g+e}(\tau) = A \exp\left(-\frac{\tau^2}{\sigma_g^2}\right) + B \exp\left(-\frac{|\tau|}{\sigma_e}\right) \quad (3.2)$$

avec :  $G_{g+e}(0) = A + B = \delta^2$ , nous avons pris comme hypothèse :  $A = B$ .

Les figures 3.22 et 3.23, représentent respectivement les fonctions d'autocorrélations déterminées

directement à partir des images topographiques des figures 3.18 et 3.19 par le biais de l'expression (2.27) ainsi que le modèle analytique qui s'ajuste le mieux à la courbe d'autocorrélation expérimentale. Cette superposition est faite avec la rugosité  $\delta$  des surfaces analysées déterminée par le biais de l'expression (2.35). La valeur de  $G(0) = \delta^2$  indiquée sur tous les graphiques des

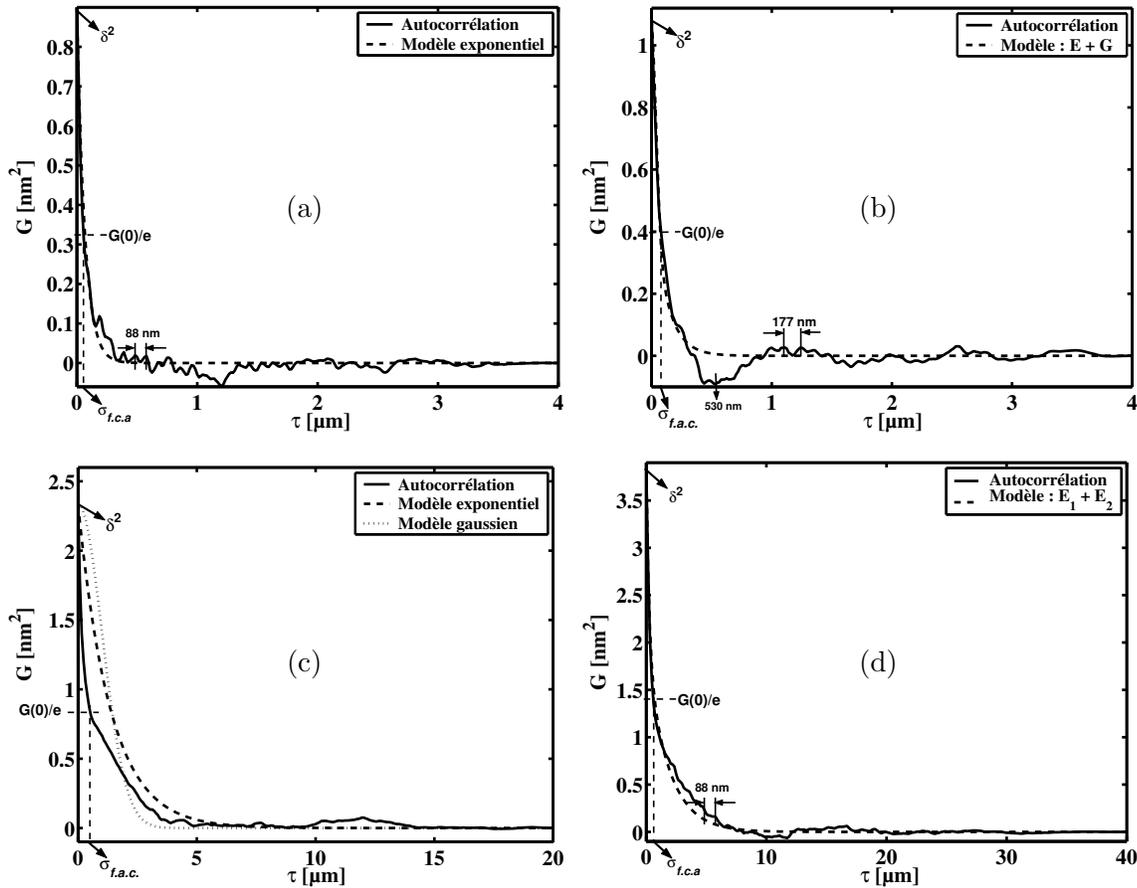


FIG. 3.22 – Fonctions d'autocorrélation déduites des différentes images topographiques du disque C et modèles analytiques associés : a) correspond à l'image 3.18b, b) correspond à l'image 3.18c, c) correspond à l'image 3.18e, d) correspond à un zoom sur l'image 3.18f.

figures 3.22 et 3.23 représente la hauteur quadratique moyenne de l'image topographique à partir de laquelle l'autocorrélation a été déterminée et n'est pas représentative de la rugosité de toute la surface. La longueur repérée  $\sigma_{f.a.c.}$  sur les graphiques des figures 3.22 et 3.23 est la longueur de corrélation déduite directement de la fonction d'autocorrélation expérimentale.

Nous observons quatre contributions de base à la structure de la surface que nous avons mesurée : des ondulations à courte et à longue portées, rugosité aléatoire, périodicités ainsi que des pseudo-périodicités. Celles-ci sont apparentes sur les figures 3.22 et 3.23. Une ondulation douce de la surface peut être représentée par une micro-rugosité avec une grande longueur de corrélation. Pour une surface avec des rayures ayant une dimension latérale de l'ordre de micromètre, nous avons constaté que la longueur de corrélation est très courte. Cette courte longueur de corrélation produit une partie initiale tranchante sur la fonction d'autocorrélation. Si la surface n'a pas de

composante ondulatoire dominante, la fonction d'autocorrélation oscille autour de zéro avec une petite amplitude. La fonction d'autocorrélation présentée dans la figure 3.22a montre une

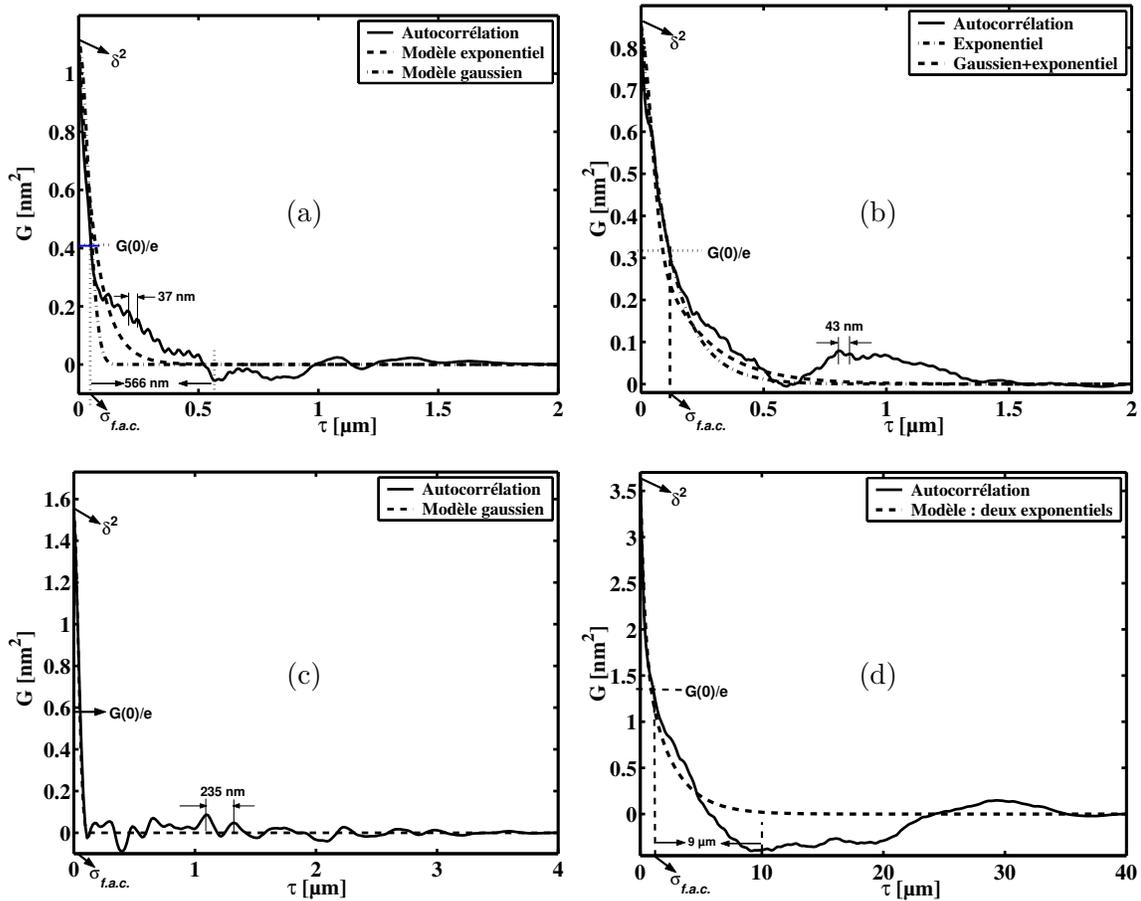


FIG. 3.23 – Fonctions d'autocorrélation déduites des différentes images topographiques du disque *D* et modèles analytiques associés : a) correspond à l'image 3.19a, b) correspond à l'image 3.19b, c) correspond à l'image 3.19d, d) correspond à une image  $(40 \times 40) \mu\text{m}^2$  présentant une topographie similaire à celle d'image 3.19f.

partie initiale approximativement exponentielle (l'écart relatif entre la courbe d'autocorrélation et l'exponentielle est de 18%) avec des oscillations de périodicité voisine de 88 nm. Pourtant celle de la figure 3.22b montre une partie initiale proche d'un modèle exponentiel+gaussien, et présente des oscillations de périodicité de l'ordre de 177 nm avec une amplitude plus faible que la première. La figure 3.22d montre le cas d'une surface aléatoire où la fonction d'autocorrélation est ajustée par un modèle constitué de deux exponentielles avec un écart relatif inférieur à 25% et ne présente aucune ondulation. En revanche, la figure 3.22c montre que dans certains cas la fonction d'autocorrélation ne peut pas être modélisée par un modèle analytique simple.

La fonction d'autocorrélation relative au disque 'D' représenté sur la figure 3.23a montre une partie initiale avec une périodicité régulière de 37 nm qui peut être associée à l'outil de polissage ou bien aux vibrations produites lors de polissage et plus probablement c'est une combinaison des deux. De plus, il y a une très longue périodicité de 566 nm. Cette fonction d'autocorrélation

présente également des ondulations à faible amplitude autour de zéro. A ce stade de la discussion, nous constatons que pour une surface à double structure, la partie initiale de la fonction d'autocorrélation n'est ni exponentielle ni gaussienne. Pourtant, dans le cas des graphiques 3.23b et c la fonction d'autocorrélation est plus proche d'un modèle analytique et surtout en 3.23c où la partie initiale est modélisée correctement par un modèle gaussien. Nous remarquons également que cette fonction présente au départ une pseudo-périodicité suivi d'ondulations différentes de celles observées auparavant (ondulations avec une distance de corrélation qui augmente et une amplitude qui diminue). Les graphiques 3.23b et d représentent un cas différent des autres, où les ondulations ont une portée plus grande conduisant à une grande longueur de corrélation ( $\sigma_{f.a.c.}$  indiqué sur les graphiques).

Nous avons remarqué que toutes les surfaces qui ont montré une partie initiale de la fonction d'autocorrélation proche d'un modèle analytique ont donnée une distribution des hauteurs raisonnablement gaussienne. En revanche, en considérant l'ensemble des surfaces que nous avons étudiées, nous constatons que nous ne pouvons pas représenter leurs fonctions d'autocorrélation par un modèle analytique unique.

### 3.2.2.3 Densité spectrale de puissance

Une étude multi-échelle en termes de  $dsp$  relatives aux disques C et D est présentée sur la figure 3.24. Cette étude a une étendue fréquentielle de  $0,025$  à  $64 \mu m^{-1}$ . Concernant le disque D, nous avons effectué un ensemble de spectres de rugosité pour une vingtaine de sites sur la surface et nous avons constaté que tous ces spectres ont la même allure que ceux présentés sur la figure 3.24b. Cette dernière montre des spectres de rugosité avec deux pentes ayant des valeurs très proches délimitées par une fréquence spatiale de l'ordre de  $1,5 \mu m^{-1}$ . Cela traduit l'existence de deux familles des défauts dominantes sur la surface. En revanche, pour le disque C (figure 3.24a),

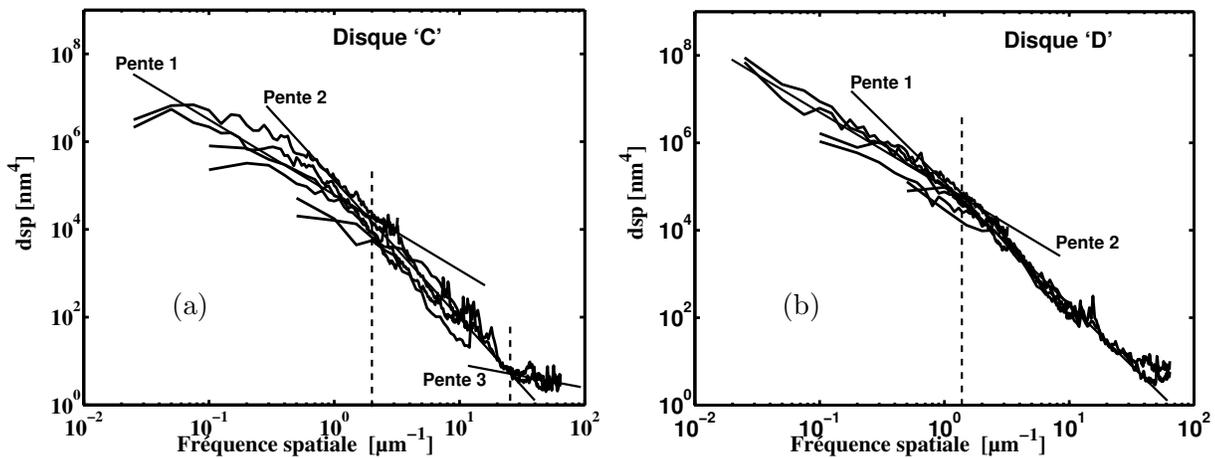


FIG. 3.24 – Analyse multi-échelle en terme de densités spectrales de puissance relatives aux disques C et D.

les spectres de rugosité représente un ensemble homogène délimité par trois droites de pentes différentes. Dans la figure 3.24a, les spectres de rugosité représentent la totalité des spectres que nous avons obtenues pour les surfaces du disque C imagées. On note en basses fréquences spatiales des courbes ayant une pente bien différente de celle trouvée dans le cas de disque D. En

hautes fréquences spatiale (de 2 à  $26 \mu\text{m}^{-1}$ ), on note des courbes ayant une pente plus forte et de valeur proche de celle rencontrée dans le cas du disque D. La dernière partie des spectres ( $\nu > 26 \mu\text{m}^{-1}$ ), on remarque une troisième pente bien différente des deux premières. La variation de la pente des courbes des spectres en fonction des fréquences spatiales révèle l'existence d'une structure à multi-échelle sur la surface du disque C (représentative des surfaces des disques A et B).

### 3.2.3 Étude comparative de la diffusion des rayonnements X, visibles et ShFM

La mesure de la diffusion d'un rayonnement visible (rugosimètre optique,  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ ) est une méthode de référence en matière de caractérisation de rugosité de la surface. Elle implique une variation du vecteur d'onde  $\Delta k$  conformément à la relation (2.12), l'intervalle des  $\Delta k$  "explorés" est borné compte tenu des valeurs limites des angles d'incidence et de diffusion. La rugosité *rms*  $\delta$  ainsi déterminée est donc représentative d'un intervalle limité de fréquences spatiales, et ce aussi bien pour les mesures en diffusion qu'en ShFM. Les deux méthodes de diffusion nous permettent d'obtenir la densité spectrale de puissance (*dsp*) de rugosité en fonction de la pulsation (ou de la fréquence) spatiale.

Le rayonnement de réflectomètre X à  $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ , plus énergétique que le rayonnement du domaine visible, pénètre dans le matériau sur une profondeur variable en fonction de l'angle d'incidence utilisée [9]. Il est donc important, dans un premier temps, d'étudier l'effet de l'incidence du rayonnement X sur les *dsp* déterminées, et de choisir ensuite la configuration expérimentale permettant de sonder la couche superficielle de la surface pour se placer dans des conditions comparables au rayonnement visible.

#### 3.2.3.1 Choix de l'angle d'incidence du rayonnement X

Le disque 'A' a été choisi pour réaliser cette étude. Le platine iridié présente un angle critique propre relativement élevé ( $0,58^\circ$ ) par comparaison à l'angle critique du silicium ( $0,21^\circ$ ). Les mesures sont relevées pour quatre incidences :  $0,3^\circ$  ;  $0,4^\circ$  ;  $0,55^\circ$  et  $0,7^\circ$  (Fig. 3.25) [9]. La Fig.

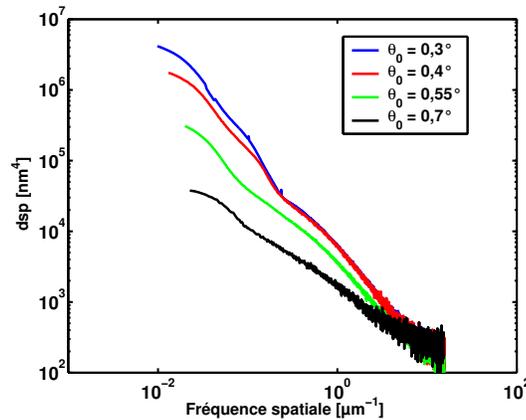


FIG. 3.25 – Densité spectrale de puissance pour le disque A, en fonction de la fréquence spatiale, pour différentes incidences du faisceau de rayon X.

3.25 montre, contrairement au domaine visible, que les *dsp* X présentent des pentes variables

avec l'angle d'incidence. Ce comportement est dû à la nature de l'interaction rayonnement-matière qui est différente selon l'énergie du rayonnement utilisé. En effet, la différence principale entre le visible (optique) et le X concerne le phénomène d'absorption. Alors que le rayonnement optique ne sonde que les parties superficielles du matériau étudié, la profondeur de pénétration des rayons X croît (de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres) avec l'angle d'incidence et cette pénétration s'accompagne évidemment d'une absorption croissante. Par conséquent, il est nécessaire d'utiliser des incidences X très rasantes, pour que les couches sondées soient équivalentes à celles sondées en domaine visible. On note cependant que pour les faibles incidences,  $0,3^\circ$  et  $0,4^\circ$ , angles inférieurs à l'angle critique, les *dsp* déterminées demeurent tout à fait comparables. L'incidence à  $0,3^\circ$  est privilégiée par rapport à  $0,4^\circ$  car elle présente l'avantage de sonder une surface plus étendue.

### 3.2.3.2 Comparaison des *dsp* X, visible et ShFM

Les résultats expérimentaux présentés sur la figure 3.26 concernent les quatre disques en platine iridié étudiés. Les mesures X sont effectuées sous une incidence rasante de  $0,3^\circ$ , inférieure à l'angle critique du platine iridié, suffisamment faible pour sonder une surface assez large (de l'ordre de  $200 \text{ mm}^2$ ). Le rugosimètre optique délivre par contre des informations qui concernent des sites moins étendus (aire voisine de  $1,5 \text{ mm}^2$ ). Pour tenir compte de cette grande différence, 22 sites ont été analysés sur chaque disque au moyen du rugosimètre optique pour être comparés à un seul site X. Les sites sont répartis régulièrement sur toute la surface.

La figure 3.26 représente les relevés d'une *dsp* X et plusieurs *dsp* optiques pour chaque disque, en fonction de la fréquence spatiale. De plus, sur la figure 3.26f nous avons présenté une comparaison entre les trois techniques de caractérisation. Pour une raison de clarté, nous présentons seulement quelques *dsp* optiques qui englobent l'état des 22 *dsp* déterminées sur les 22 sites analysés sur chaque disque. En utilisant un facteur correctif qui prend en compte le phénomène d'absorption, les *dsp* X relatives aux quatre disques (Fig. 3.26a) sont comparables dans la fenêtre fréquentielle variant entre  $0,011 \mu\text{m}^{-1}$  et  $2,54 \mu\text{m}^{-1}$ . On note une rupture de pente commune entre les quatre *dsp* à  $0,23 \mu\text{m}^{-1}$  (Fig. 3.26a). Ces *dsp* sont représentatives d'une même famille de défauts (rugosité  $\delta$  du même ordre de grandeur pour une même famille de fréquences spatiales). A partir de  $2,54 \mu\text{m}^{-1}$ , les trois *dsp* relatives aux disques A, C, D restent comparables, mais celle du disque B marque un changement de pente. Ceci met en évidence une structure très fine associée aux grandes fréquences spatiales sur le disque B différente de celles des autres disques.

Comparant maintenant les deux rayonnement X et optique, les *dsp* relatives aux disques A, C, D (Fig. 3.26b,d,e) sont trouvées comparables dans une fenêtre fréquentielle commune, exception faite de deux courbes des disques A et C en optique qui correspondent probablement à des défauts isolés. En revanche, les *dsp* du graphique 3.26c (relatives au disque B) révèlent une différence notable entre les deux rayonnements. On note également une forte inhomogénéité de la surface de ce disque au vu de la dispersion des résultats optiques. La pente comparable indique que les informations délivrées par la diffusion X et optique concernent les mêmes défauts de surface. La différence qui existe entre les deux rayonnements peut être expliquée par le fait que les X analysent la surface dans sa globalité et non par des sites ponctuels. Nous avons remarqué que les X permettent, grâce à leur petite longueur d'onde, d'aller recueillir des informations sur les aspérités les plus fines, non sondées dans le domaine de visible.

Sur la figure 3.26f, pour le disque D, nous présentons une étude multi-échelle qui s'étend de macroscopique au microscopique grâce aux deux techniques en champ lointain (rugosimètre optique et réflectomètre X) et une technique en champ proche (*ShFM*). Dans une gamme des

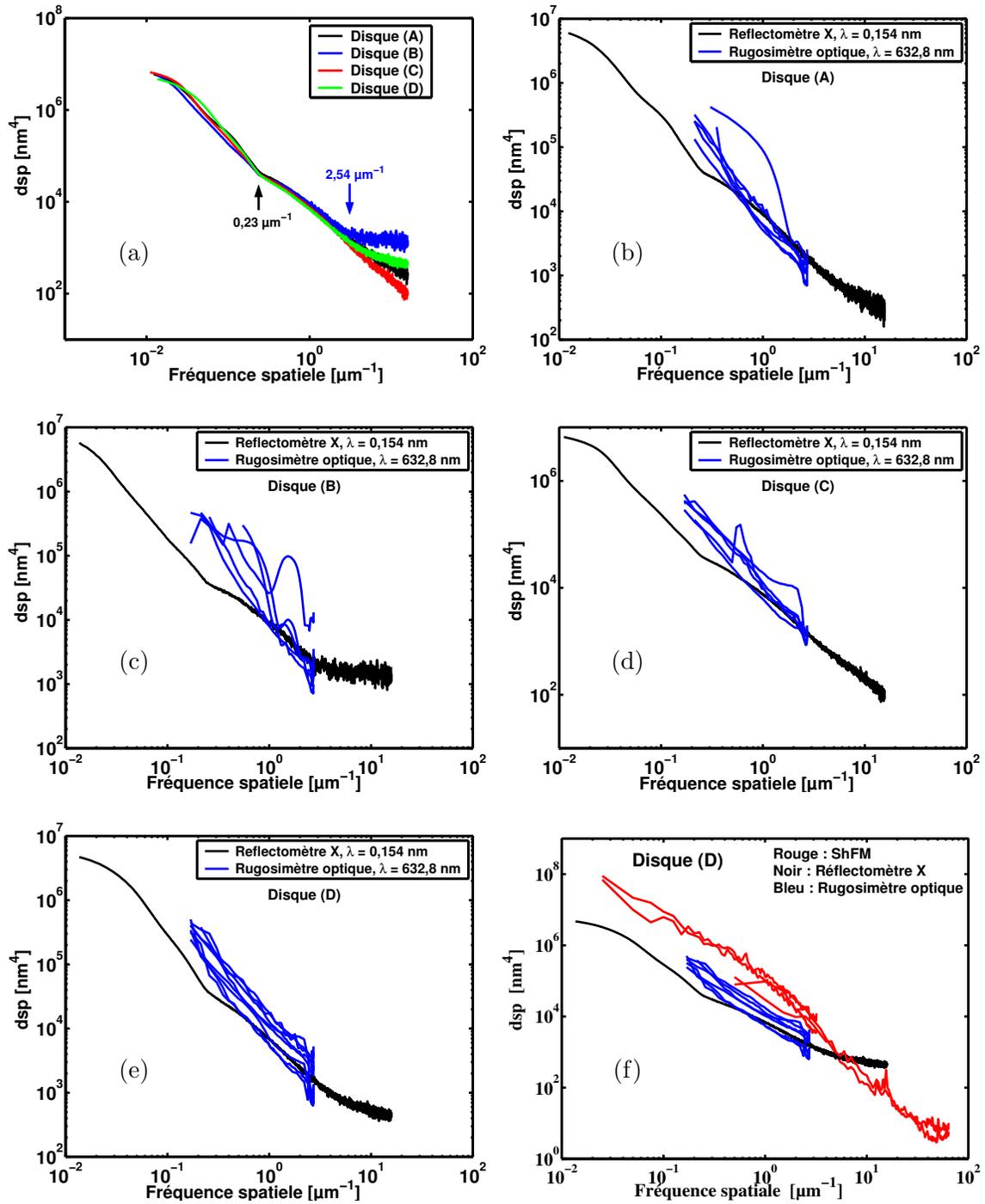


FIG. 3.26 – Comparaison des courbes de  $dsp$  X, optique et ShFM, relatives aux disques A, B, C et D. a)  $dsp$  obtenues en réflectomètre X. b,c,d,e)  $dsp$  obtenues en réflectomètre X et en rugosimètre optique. f) Analyse multi-échelle par les trois techniques.

fréquences spatiales commune, nous constatons que les trois techniques révèlent une seule famille des défauts qui est représentée par une seule pente sur toutes les courbes de *dsp*. En revanche, la différence se fait sentir entre le *ShFM* et le réflectomètre X pour une gamme des fréquences spatiales comprise entre  $2,8 \mu m^{-1}$  et  $16 \mu m^{-1}$  où les spectres de rugosité en *ShFM* possèdent une pente plus forte que celui du réflectomètre X. En très hautes fréquences spatiales ( $\nu > 16 \mu m^{-1}$ ) c'est à dire pour les détails les plus fins de la surface, il n'y a que le *ShFM* qui ait pu nous fournir les informations concernant la structure la plus fine de la surface.

### 3.2.4 Comparaison entre les trois techniques en termes de rugosité *rms* $\delta$

Rappelons tout d'abord les fenêtres fréquentielles spatiales accessibles à chacun des trois instruments utilisés :

- Rugosimètre optique :  $[\nu_{min}=0,3; \nu_{max}=2,72] \mu m^{-1}$
- Reflectomètre X :  $[\nu_{min}=0,01; \nu_{max}=15,7] \mu m^{-1}$
- ShFM :  $\nu_{min} = \frac{1}{L}$  et  $\nu_{max} = \frac{N}{2L}$  ; exemple : pour  $N = 256$  points et  $L = 2 \mu m$  ;  $[\nu_{min} = 0,5; \nu_{max} = 64] \mu m^{-1}$

Il s'agit des valeurs limites correspondant aux mesures présentées dans ce travail.

La détermination de la rugosité de surface par le ShFM et le rugosimètre optique est faite en 22 sites répartis régulièrement sur toute la surface de chaque disque. En réflectométrie X, la rugosité est déterminée par le biais de l'équation 2.23.

Concernant le *ShFM*, en chacun des sites on effectue une série d'images topographiques avec un petit décalage entre les images dont l'objectif est d'agrandir la taille du site exploré.

Dans un premier temps, nous avons mesuré avec le *ShFM* la rugosité pour des surfaces de  $2 \mu m \times 2 \mu m$ ,  $8 \mu m \times 8 \mu m$ ,  $40 \mu m \times 40 \mu m$  avec  $N = 256$  points. Les résultats relatifs aux quatre disques sont présentés sur la figure 3.27. Nous accédons aux hautes fréquences spatiales en diminuant la taille L pour un nombre de points d'échantillonnage constant ( $N = 256$  pixels). Nous aurions pu également effectuer la même étude en fixant L et en faisant varier le nombre de points d'échantillonnage N. Cela nous permet d'augmenter/diminuer l'étendue fréquentielle. Les résultats indiquent que la rugosité est une fonction décroissante du nombre de points d'échantillonnage. Nous en déduisons que la rugosité est une grandeur relative qui nécessite de préciser le domaine spectral associé aux mesures. La figure 3.27 montre une rugosité légèrement plus élevée de la surface de disque (D) par rapport à celle des autres disques. Bien que les disques (A, B, C) aient subi le même type de polissage et qu'ils aient montré des morphologies similaires, ils ne présentent pas la même rugosité associée dans les basses fréquences spatiales ( $[0,025 - 3,2] \mu m^{-1}$ ). On note également que cette différence de rugosité s'atténue beaucoup en hautes fréquences spatiales ( $[0,5 - 64] \mu m^{-1}$ ) où les trois disques présentent aux incertitudes près la même rugosité.

Une étude comparative en termes de rugosité *rms*  $\delta$  entre les trois techniques est présentée dans le tableau 3.4 avec l'écart type associé. Dans ce tableau, les colonnes 2 et 4 conduisent à la comparaison entre le *ShFM* et le réflectomètre X dans un domaine proche de fréquences spatiales pour les quatre disques. Les colonnes 3 et 5 montrent une comparaison entre le *ShFM* et le rugosimètre optique dans un domaine proche de fréquences spatiales comparables. Pour le *ShFM* et le réflectomètre X, la différence observée entre les valeurs de  $\delta$  caractéristiques des surfaces des disques trouve son origine dans la différence de fenêtre fréquentielle spatiale. C'est également le cas pour la comparaison entre le *ShFM* et rugosimètre optique.

L'augmentation de  $\delta$  en réflectomètre X, dans le cas du disque B ( $\delta = 7,1$  nm) par rapport aux autres disques, est observé également par la *dsp* (Fig. 3.26a). Cela est traduit par une

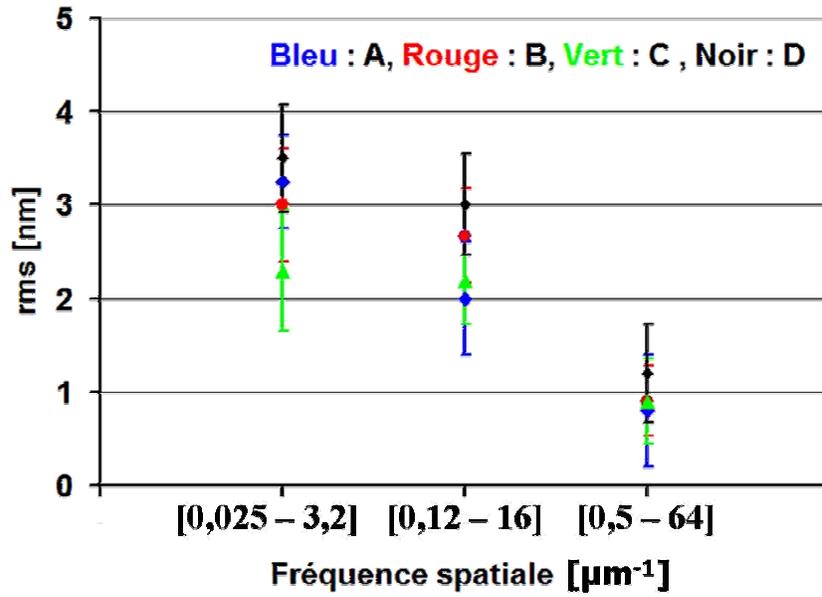


FIG. 3.27 – Effet de la fenêtre fréquentielle spatiale sur les valeurs de  $rms \delta$  obtenues à l'aide de *ShFM*.

| Disques | $rms \delta (S_\delta)$ [nm]                             |   |  |   |
|---------|--|---|--|---|
|         | <i>ShFM</i> <sub>1</sub><br>[0,12 - 16] μm <sup>-1</sup> | <i>ShFM</i> <sub>2</sub><br>[0,02 - 2,5] μm <sup>-1</sup> | Rayons X<br>[0,01 - 15,7] μm <sup>-1</sup> | Optique<br>[0,3 - 2,7] μm <sup>-1</sup> |
| A       | 2 (0,5)  | 3,5 (0,6)   | 4,5 (0,5)                                  | 2,9 (0,2)                               |
| B       | 2,7 (0,4)  | 3,3 (0,6)   | 7,1 (0,7)                                  | 3,1 (0,3)                               |
| C       | 2,2 (0,4)  | 2,6 (0,6)   | 3,5 (0,3)                                  | 3 (0,2)                                 |
| D       | 3 (0,5)  | 4,2 (0,6)   | 4,7 (0,4)                                  | 3,5 (0,3)                               |

TAB. 3.4 – Tableau récapitulant dans des fenêtres fréquentielles voisines les hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) obtenues avec les trois techniques et les écarts types associés  $S_\delta$ .

augmentation des valeurs de la *dsp* dans une fenêtre fréquentielle spatiale comprise entre 2,54 μm<sup>-1</sup> et 15,7 μm<sup>-1</sup>. Concernant le disque (D), la présence des stries unidimensionnelles à sa surface rend les mesures par diffusion très sensibles à la direction d'exploration (plan d'incidence parallèle ou perpendiculaire aux stries observées), ce qui n'est pas le cas pour le *ShFM*.

### 3.3 Nouvel alliage destiné à la fabrication d'étalon de référence pour l'expérience de la balance du watt

L'étalon de masse destiné à l'application de la balance du watt sera placé à quelques dizaines de centimètres d'un circuit magnétique délivrant une forte induction (de l'ordre de 1 T) [47]. Il sera donc soumis au champ résiduel du circuit magnétique ce qui provoquera des forces parasites. Afin de réduire ces dernières, le matériau constituant l'étalon de masse doit non seulement avoir une susceptibilité magnétique volumique la plus faible possible (de l'ordre de 10<sup>-5</sup>) mais

aussi toutes les propriétés indispensables aux alliages de la métrologie des masses citées dans le chapitre 1, paragraphe 1.3.

Le platine iridié pose un problème au regard de sa susceptibilité magnétique qui, reste trop élevée au regard du champ magnétique engendré par le circuit magnétique de la balance.

Dans un premier temps, l'or pur a semblé le meilleur candidat en raison de sa faible susceptibilité magnétique volumique ( $-3,4 \times 10^{-5}$ ) mais c'est un matériau de faible dureté, difficile à usiner, à polir et à manipuler.

L'alliage or platiné (Au 90% - Pt 10%) semble avoir les propriétés exigées en termes de susceptibilité magnétique volumique ( $-2,5 \times 10^{-5}$ ), de masse volumique ( $19000 \text{ kg.m}^{-3}$ ) et de dureté (180-220 Vickers) [48]. Le premier échantillon fabriqué en or platiné par la société Johnson Matthey n'a pas donné satisfaction en terme d'homogénéité et de dureté. Donc, il est difficile d'utiliser ce type d'alliage pour servir d'étalon de référence dans l'expérience de la balance du watt.

Au BNM-INM, le choix actuellement est orienté vers l'iridium pur et plusieurs échantillons sont encore en fabrication.

### 3.4 Conclusion

Pour l'étude des étalons de masse, nous avons comparé les résultats obtenus par le rugosimètre optique avec ceux obtenus en *ShFM* (mesures topographiques). Les résultats obtenus par les deux méthodes, pour des domaines de fréquence spatiale assez proche, sont en bon accord pour les surfaces de structure aléatoire. Nous avons noté que le critère de comparaison le plus pertinent était la densité spectrale de puissance. En outre, la topographie en champ proche permet d'avoir une signature sur la morphologie de la surface (stries, creux, bosses). La microscopie en champ proche est donc capable d'apporter des informations complémentaires par rapport à la rugosimétrie optique dans le domaine des hautes fréquences spatiales.

Le *ShFM* donne une signature très locale de la surface. En cela, il s'avère pour des surfaces aléatoires être un moyen de caractérisation complémentaire du *R.O.* qui lui fournit une réponse globale sur la surface. Si la surface n'est pas aléatoire, seules les mesures en *ShFM* permettent d'accéder aux propriétés topographiques de la surface, sans que la direction d'analyse n'ait un effet sur la mesure. En revanche, les mesures de diffusion seront très dépendantes de la direction des défauts périodiques par rapport au plan d'incidence.

Pour les étalons de masse, il est impératif d'évaluer l'évolution de la surface en fonction du temps et des manipulations. Les inhomogénéités de surface contribuent particulièrement au vieillissement des étalons. L'homogénéité est une propriété essentielle du matériau destiné à la fabrication d'étalon de masse pour réduire les phénomènes de dégazage et d'adsorption sur la surface.

Nous avons également caractérisé la rugosité de la surface de quatre disques en platine iridié en utilisant en plus des deux citées avant, un réflectomètre X (à  $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ ) dont le principe de base est similaire à celui de *R.O.* L'exploitation des résultats expérimentaux a été réalisée en deux étapes. Dans un premier temps, nous avons mené une étude qualitative et quantitative à l'aide du *ShFM*; où nous montrons que la caractérisation d'une surface par sa morphologie, sa distribution des hauteurs, sa fonction d'autocorrélation et son spectre de rugosité est préférable à l'usage d'une seule valeur de rugosité.

Dans un deuxième temps, impliquant les trois techniques, il s'agissait de comparer les *dsp* X et optique en utilisant une même théorie vectorielle de la diffusion et les *dsp* obtenus en *ShFM*.

L'utilisation d'incidence X très rasante (inférieure à l'angle critique) pour sonder les mêmes couches superficielles que l'optique, ainsi que la prise en compte des différents phénomènes physiques propres à l'interaction rayonnement X-matière a permis d'obtenir des *dsp* X et optique comparables. La comparaison entre les trois techniques a permis de mener une analyse multi-échelle de la rugosité qui s'étend du macroscopique au microscopique.

Dans le cadre des projets EUROMET MASS 551 et 734 nous avons montré que la rugosité d'une surface est parfois différente selon les instruments utilisés. Cette différence trouve son origine aussi bien dans la nature de la surface que dans la résolution latérale du dispositif de caractérisation. Il est donc important, lorsqu'on caractérise la rugosité uniquement par un paramètre statistique comme  $\delta$ , de préciser :

- le type d'instrument utilisé et la bande de fréquences spatiales qu'il permet d'atteindre ;
- la direction d'analyse pour des techniques basées sur la diffusion lumineuse dans le cas des surfaces non aléatoires.

Quant au choix de tel ou tel moyen de caractérisation, il n'est pas évident, car chaque instrument présente des avantages et des limitations. Ce choix dépendra essentiellement du type de surface et de l'application à laquelle elle est destinée. Le plus souvent, ces techniques se révèlent complémentaires et couvrent un domaine de fréquences spatiales important.

Le processus de nettoyage-lavage et, plus particulièrement, la finition des surfaces des étalons de masse en présentant les différentes phases de polissage et d'ajustage jouent un rôle primordial sur la qualité de l'état de surface des étalons. La (re)contamination des surface est un paramètre essentiel de la stabilité de la masse.

Dans le prochain chapitre, nous étudierons l'effet de polissage et de nettoyage-lavage sur deux alliages : le platine iridié et un superalliage monocristallin à base du nichel.



---

## Chapitre 4

# Effet du polissage et du nettoyage-lavage sur l'état de surface d'échantillon en Pt-Ir et à base du nickel

Ce chapitre relate dans un premier temps une étude comparative de la rugosité entre les deux faces planes d'un disque en platine iridié (90% de platine et 10% d'iridium) ayant des états de surface différents. Usinée au préalable au tour à l'aide d'un outil à pointe de diamant, l'une des faces du disque a subi un polissage supplémentaire manuel à la pâte diamantée. Ce disque nous a été fourni par le Bureau International de Poids et Mesures (BIPM) pour une étude à l'aide du *ShFM*, du rugosimètre optique et du reflectomètre X. Nous présenterons les deux méthodes de finition de surface, ensuite nous comparerons les résultats expérimentaux obtenus par les trois techniques de caractérisation pour les deux faces de disque [8].

Le Laboratoire National d'Essai (LNE) a choisi le superalliage monocristallin à base de nickel pour fabriquer des étalons de masse secondaires. Dans une collaboration entre le LNE et l'Ecole des Mines de Paris (ENSM), le centre des matériaux de cette dernière a fabriqué les premiers échantillons en superalliage monocristallin à base de nickel et elle nous a fourni plusieurs échantillons pour une caractérisation *physico-chimique* de leur surface en fonction du polissage et du nettoyage-lavage.

Dans un deuxième temps, nous allons tester l'effet des deux types d'abrasifs sur les échantillons de monocristal et évaluer l'évolution de l'état de surface en fonction du temps de la dernière étape de polissage pour les deux abrasifs. Les deux types d'abrasifs étudiés sont des suspensions d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et la silice colloïdale ( $SiO_2$ ).

### 4.1 Description des méthodes de polissage de l'échantillon

L'échantillon fourni par le BIPM est un disque en platine iridié (90% de platine et 10% d'iridium), 40 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur (Fig. 4.1a). Les deux faces de disque ont été usinées au préalable au tour à l'aide d'un outil à pointe de diamant [51, 58, 59]. L'une des faces a subi un polissage supplémentaire manuel à la pâte diamantée.

### 4.1.1 Usinage à l'outil diamant

L'usinage s'effectue sous lubrification à l'aide d'un tour classique avec un outil à pointe de diamant synthétique ayant un rayon de l'ordre du millimètre. La vitesse de coupe pour la passe de finition est aussi faible que possible afin d'obtenir un poli de type optique (Fig. 4.1b).

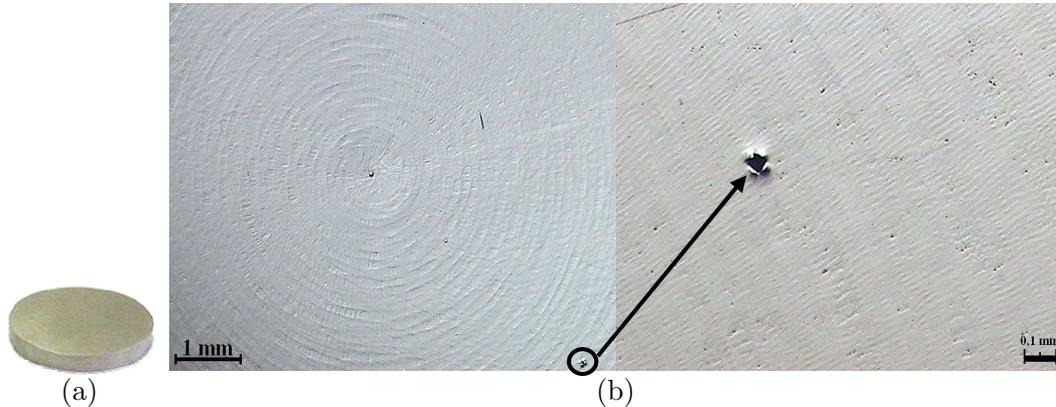


FIG. 4.1 – a) Photographie du disque. b) Images prises avec un microscope optique classique de la face de l'échantillon du BIPM en platine iridié usinée à l'aide d'un outil à pointe de diamant : à gauche, centre de l'échantillon, à droite, zoom de l'image à gauche, montrant un arrachement matière.

### 4.1.2 Polissage abrasif à la pâte diamantée

L'opération est faite manuellement en effectuant, sous faible pression, un mouvement de louvoiement sur un plateau rotatif d'une polisseuse (la pression appliquée est estimée à 10 kPa environ) [51, 59]. Le polissage se fait sur un drap imprégné d'un lubrifiant approprié et de pâte diamantée de granulométrie allant de  $9 \mu\text{m}$  à  $1 \mu\text{m}$ . Chaque pâte de granulométrie différente possède son propre support afin de s'affranchir de la contamination de l'échantillon par les grains de la phase de polissage précédente. Un nettoyage à l'eau puis à l'alcool entre les différentes pâtes diamantées utilisées, permet de garantir la propreté indispensable pour réaliser un polissage de haute qualité. Cette méthode de polissage manuel est très délicate car il faut surveiller en permanence l'état de surface en évitant l'apparition d'une surface dite en 'Peau d'orange'. Il a été observé sur du platine iridié qu'une dernière étape de polissage avec un grain de  $1/4 \mu\text{m}$  peut provoquer des trous microscopiques et des inclusions sur la surface (Fig. 4.2), c'est pour cette raison que l'on arrête l'opération de polissage avec un grain d'une taille de  $1 \mu\text{m}$ .

### 4.1.3 Nettoyage-lavage de l'échantillon

Un nettoyage de l'échantillon est nécessaire pour enlever toute trace de lubrifiant. L'échantillon est nettoyé et lavé comme recommandé par le CIPM (Comité International de Poids et Mesures) [3, 4, 53]. Ce nettoyage consiste à frotter fortement les surfaces à nettoyer avec une peau de chamois préalablement dégraissée et imbibée d'un mélange d'alcool éther (50% éthanol, 50% éther). Après avoir répété plusieurs fois ce traitement de nettoyage, un lavage sous un jet de vapeur d'eau bi-distillée est réalisé comme il est d'usage au BIPM [53, 114, 115].

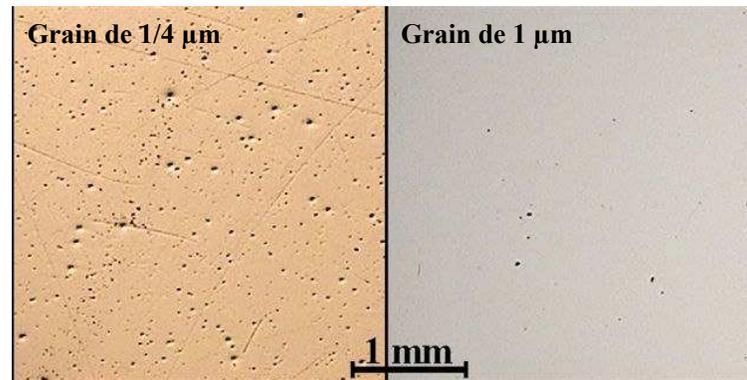


FIG. 4.2 – Images prises avec un microscope optique classique sur des échantillons polis au BNM-INM : à gauche l'échantillon a été poli jusqu'à un grain de  $1/4 \mu\text{m}$  (état de surface très dégradé), à droite, le poli s'arrêtait à un grain final de  $1 \mu\text{m}$ . Même échelle pour les deux images.

## 4.2 Étude de l'état de surface par le ShFM pour les deux méthodes de finition de surface

Pour caractériser la surface nous avons choisi 10 sites répartis sur toute l'aire de chaque face de l'échantillon. Nous présentons dans la figure 4.3, deux images topographiques typiques des deux faces de l'échantillon. A première vue, nous observons une différence importante en termes de morphologie entre ces deux surfaces. L'image topographique correspondant à la face usinée (Fig. 4.3a) présente principalement des rayures de tailles variables et majoritairement unidirectionnelles. La forme des rayures observées est particulière ; Celles-ci paraissent être réparties sur

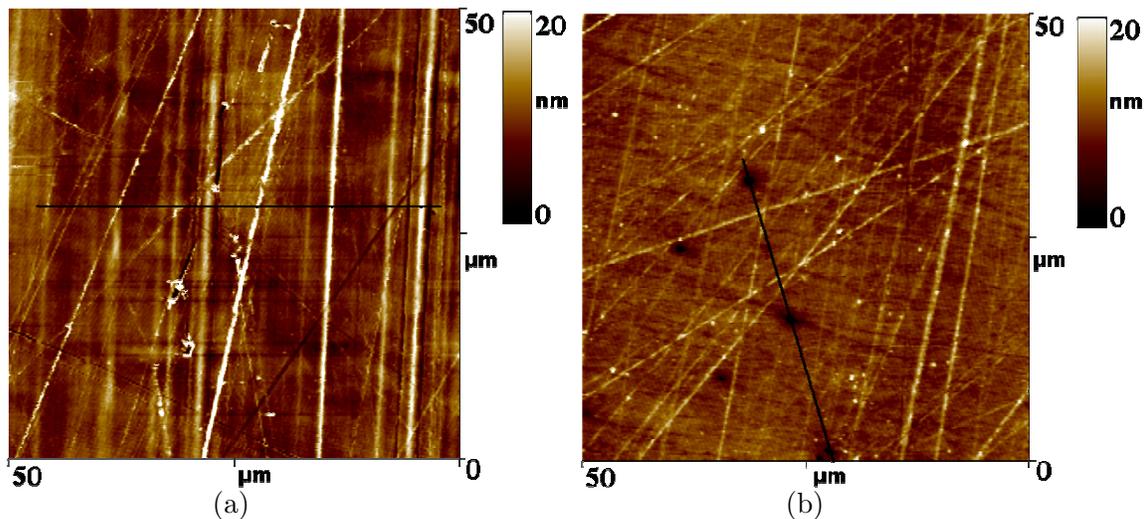


FIG. 4.3 – Images topographiques typiques ( $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ) : a) face usinée à l'outil diamant, b) face polie à l'aide de grains abrasifs (grain final de  $1 \mu\text{m}$ ).

plusieurs niveaux par rapport au plan moyen de la surface. L'image révèle également la présence

de défauts localisés et des inclusions à la surface, ainsi que quelques particules de poussière. En effectuant la coupe horizontale indiquée sur l'image topographique (Fig. 4.3a), nous obtenons le profil présenté sur la figure 4.4a. A partir de ce profil, on constate que l'outil à pointe de diamant provoque deux types de rayures : certaines sont symétriques par rapport à une droite indiquée par des traits en pointilles et d'autres sont antisymétriques (indiquées par des flèches) c'est comme si on enlevait de la matière pour la déposer à côté des rayures (comme fait le soc d'une charrue lorsqu'il creuse un sillon et verse la terre sur le côté). En première analyse, on peut observer des aspérités de hautes fréquences spatiales, auxquelles se superposent deux types de défauts : les premiers de grande amplitude (pics) présentant une "pseudo périodicité" de 7 à 8  $\mu m$ , et les seconds, moins abrupts, font apparaître un genre d'ondulation (de "pseudo périodicité" de 15 à 16  $\mu m$ ) mieux visible sur la partie droite du profil. Celle-ci est probablement due aux vibrations propres à l'outil diamant pendant l'usinage.

L'amplitude des rayures visibles sur l'image (Fig 4.3a) est mieux appréciée au niveau du profil réalisé (Fig. 4.4a) : certaines ont une hauteur de l'ordre de 15  $nm$  avec une largeur de 500  $nm$ . Alors que d'autres semblent plus larges ( $\sim 2 \mu m$ ) et d'amplitude inférieure à 10  $nm$ .

En revanche, la structure de la surface polie à la pâte diamantée avec une taille de grains

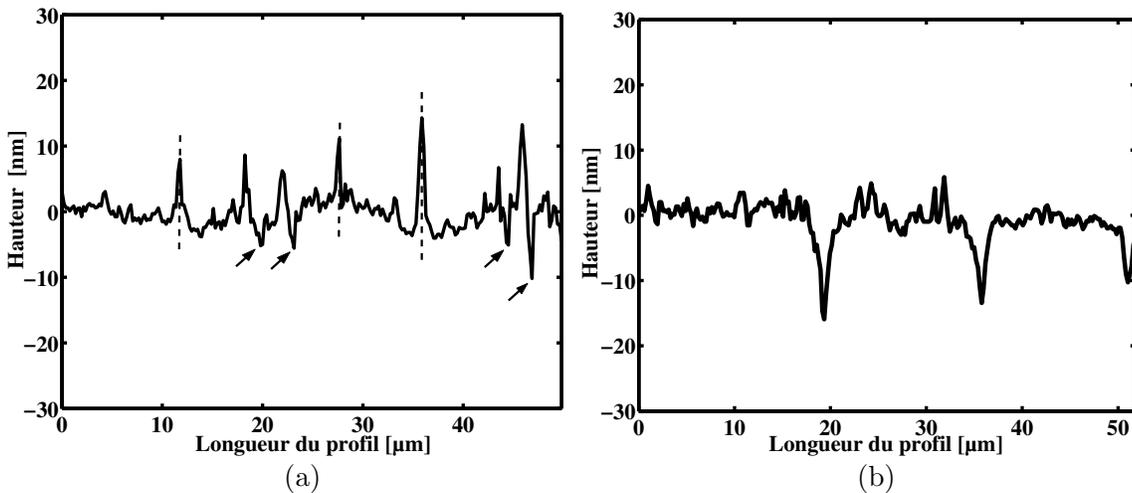


FIG. 4.4 – Profil de la surface obtenu par une coupe sur l'image topographique : a) face usinée à l'outil de diamant, b) face polie à l'aide de grains abrasifs.

inférieure ou égale à 1  $\mu m$  (Fig. 4.3b) révèle des rayures multidirectionnelles (rayures entrecroisées par suite du mouvement des particules abrasives entraînées par le polissage), ainsi que quelques particules de poussière. On note également des trous micrométriques qui sont répartis aléatoirement sur la surface. Ces trous sont créés lorsque la surface est polie avec une taille de grains de 1  $\mu m$ , le fait de continuer l'opération de polissage jusqu'à une taille de grains de 1/4  $\mu m$ , pourrait participer à la dégradation de la structure de la surface comme le montre la figure 4.2. Ceci pourrait s'expliquer par l'existence de trous nanométriques avant cette opération. On peut penser que les grains de 1/4  $\mu m$  peuvent s'incruster ou s'agglomérer au niveau des trous existants et contribuent ainsi à les creuser d'avantage au lieu de les estomper au cours des phases finales du polissage.

En effectuant une coupe sur l'image topographique (Fig. 4.3b), on réalise un profil monodimensionnel qui permet de caractériser les trous apparents au niveau de l'image. Sur ce profil (Fig.

4.4b) on observe une superposition d'aspérités de hautes fréquences (rugosité aléatoire) et de défauts "pseudo périodiques" (des trous de 10 à 18 nm de profondeur espacés de 12 à 17  $\mu\text{m}$ ). Parmi les différentes analyses qu'il est possible de faire à partir des images topographiques, on trouve la distribution des hauteurs. Les distributions relatives aux deux faces sont déterminées directement à partir des images topographiques de la figure 4.3. Elles sont comparées à un modèle Gaussien (équation 2.36 avec  $\Delta h = 1$  nm et avec la rugosité  $\delta$  déterminée à partir des mêmes images topographiques) et présentées sur la figure 4.5. Un premier constat, au vu des

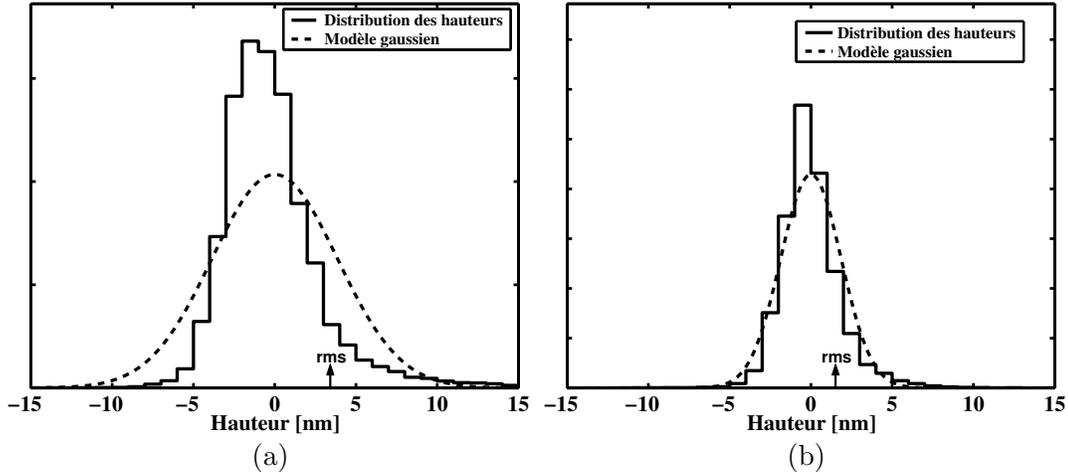


FIG. 4.5 – Comparaisons des distributions des hauteurs avec un modèle gaussien : a) face usinée à l'outil diamant et b) face polie avec grains de polissage.

résultats présentés sur la figure 4.5, concerne l'écart entre la distribution des hauteurs et un modèle Gaussien. Cet écart est beaucoup plus prononcé dans le cas de la face usinée à l'outil diamant. Résultat prévisible pour cette surface qui n'a pas montré un caractère aléatoire au niveau des images topographiques. En revanche, pour la surface polie aux grains, la distribution des hauteurs se rapproche d'avantage d'un modèle Gaussien. Là aussi, les stries multidirectionnelles observables sur l'image topographique (Fig.4.3b) ainsi que le profil présenté sur la figure 4.4b (exception faite des trous) renseignaient déjà sur le caractère aléatoire de la rugosité.

Les fonctions d'autocorrélations relatives aux deux faces sont déterminées par le biais de l'équation 2.27 à partir des images topographiques de la figure 4.3 et sont présentées sur la figure 4.6. Deux paramètres statistiques sont déterminés : la rugosité  $rms$   $\delta$  est définie par  $\sqrt{G(0)}$  et la longueur de corrélation  $\sigma$  est définie comme étant la distance pour laquelle  $G(\tau)$  passe de sa valeur maximale  $G(0)$  à la valeur  $G(0)/e$ . Dans le cas de la face polie,  $rms_p = 3$  nm et  $\sigma_{f.a.c.}^p = 800$  nm, et dans le cas de la face usinée,  $rms_u = 3,5$  nm et  $\sigma_{f.a.c.}^u = 333$  nm (u et p désignent respectivement face usinée et face polie).

La fonction d'autocorrélation (*f.a.c.*) peut mettre en exergue des périodes spatiales qui seraient moins visibles sur des images topographiques ou des profils. Les ondulations observés dans le cas de la surface usinée à l'outil diamant révèlent au moins trois types de défauts pseudo-périodiques qui se superposent à un fond aléatoire. Le défaut de plus importante amplitude (probablement les stries unidimensionnelles révélées par l'image topographique) correspond à une période spatiale de l'ordre de 7  $\mu\text{m}$ .

Pour la surface polie aux abrasifs, le caractère aléatoire est apparent au niveau de la *f.a.c.*

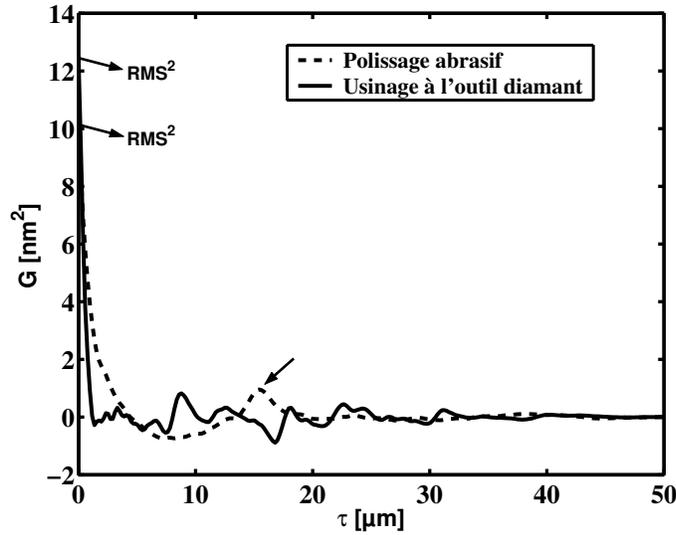


FIG. 4.6 – Fonctions d'autocorrélation relatives aux deux types de polissage.

qui présente moins d'ondulations en tendant vers zéro excepté un pic de corrélation positive autour de  $15 \mu m$ . Cette valeur correspond à l'espacement moyen entre les trous présents à la surface sur la figure 4.3b.

Un outil puissant de caractérisation de la rugosité superficielle est la densité spectrale de puissance ( $dsp$ ). En effet cette fonction montre de façon directe la contribution de chacune des fréquences spatiales (inverse des longueurs d'ondes spatiales) au spectre de rugosité. On peut ainsi relever la prédominance éventuelle d'un type particulier de défauts. Cette  $dsp$  est déterminée de même manière que dans le chapitre précédent. Une analyse multi-échelle de la rugosité en termes de  $dsp$  relatives aux deux types de polissage est présentée sur la figure 4.7a. La différence entre les images topographiques de la figure 4.3 se traduit par une différence entre les  $dsp$  relatives aux deux surfaces. Cette différence paraît moins visible à cause de l'échelle imposée par les relevés qui s'étendent sur 10 décades et à cause de l'étude multi-échelle. Pour une analyse plus claire, nous avons rapporté sur la figure 4.7b trois courbes pour chaque type de polissage. Nous pouvons noter :

∞ les pentes des deux courbes sont différentes, cela correspond à une différence de nature de la structure des surfaces,

∞ un point assez important est l'intersection entre les  $dsp$  caractérisant les deux surfaces, qui se produit autour de la fréquence  $0,7 \mu m^{-1}$ . Cette fréquence semble délimiter deux domaines :

-  $\nu < 0,7 \mu m^{-1}$  où l'amplitude des aspérités associées aux différentes périodes spatiales est plus importante dans le cas de la surface usinée par rapport à celle polie aux abrasifs,

-  $\nu > 0,7 \mu m^{-1}$  où la situation s'inverse, les défauts sont plus importants (en amplitude) dans le cas de la surface polie.

Tout se passe comme si les derniers grains abrasifs utilisés lors du polissage ont efficace-

ment estompé les défauts produits par les opérations antérieures (défauts associés aux faibles fréquences spatiales). Ceci a néanmoins favorisé par la même occasion des défauts de plus grandes fréquences spatiales. Donc d'un point de vue global, les deux surfaces présentent des rugosités du même ordre de grandeur mais les défauts qui y contribuent de manière prépondérante ne sont pas situés dans le même domaine spatial selon la surface considérée.

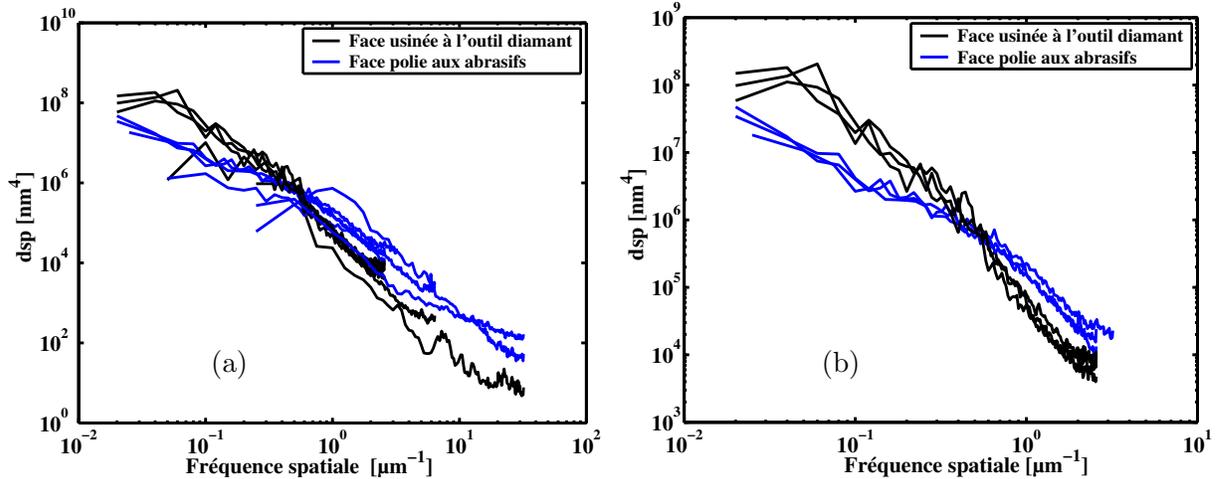


FIG. 4.7 – a)  $dsp$  relatives aux deux types de polissage, représentées dans différents domaines de fréquences spatiales. b) trois courbes de  $dsp$  relatives à chaque type de polissage, indiquant la valeur d'intersection (autour de  $0,7 \mu m^{-1}$ ).

### 4.3 Caractérisation des deux techniques de polissage par rugosimètre optique, réflectomètre X et ShFM

La différence principale entre les deux premières techniques, à part la longueur d'onde du faisceau incident  $\lambda$ , est l'aire de la surface explorée. En effet, l'utilisation du rayonnement X en incidence rasante permet d'étudier des zones relativement larges (par exemple : pour un angle d'incidence de  $0,5^\circ$ , l'aire de surface explorée est de  $130 mm^2$ ). Le rugosimètre optique délivre par contre des informations qui concernent des sites moins étendus (aire voisine de  $1,5 mm^2$ ). Pour tenir compte de cette différence, 11 sites sont analysés sur chacune des faces du disque en platine iridié au moyen du rugosimètre optique, leurs positions sont régulièrement distribuées sur toute la surface. La figure 4.8 représente les relevés de six  $dsp$  optiques en fonction de la fréquence spatiale; quatre  $dsp$  notées (A, B, C et D) sont relatives à la face usinée à l'outil diamant et deux  $dsp$  notées (A1 et B1) relatives à la face polie aux grains abrasifs. Ces  $dsp$  présentées sur la figure 4.8 pour les faces usinée et polie encadrent respectivement la totalité des  $dsp$  obtenues pour les deux faces. Comparons les  $dsp$  présentées dans la figure 4.8, nous constatons que : la  $dsp$  B1 de la face polie intercepte les  $dsp$  représentant la face usinée autour de  $0,6 \mu m^{-1}$ , tandis que l'intersection de la  $dsp$  A1 relative à la face polie avec celles de la face usinée se produit plutôt autour de  $1,2 \mu m^{-1}$  et A1 intercepte B autour de  $2,2 \mu m^{-1}$ . Cependant, en comparant les  $dsp$  A1 et A, nous constatons que l'intersection ne se produit pas autour d'une fréquence donnée, mais plutôt sur un large domaine de fréquences spatiales parce que les  $dsp$

se superposent entre  $1,1 \mu\text{m}^{-1}$  et  $1,8 \mu\text{m}^{-1}$ . La dispersion des résultats optiques montre que la surface polie aux abrasifs aussi bien que celle usinée à l'outil diamant ne sont pas homogènes.

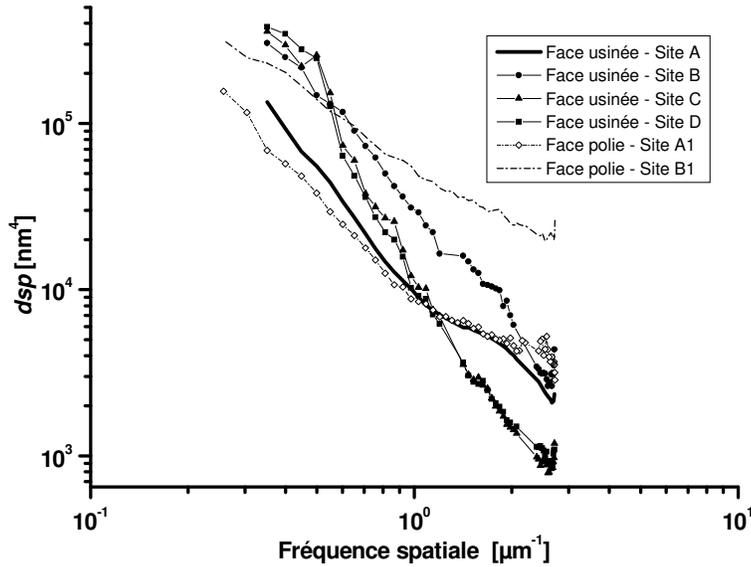


FIG. 4.8 – Courbes représentatives des  $dsp$  relatives aux deux types de polissage obtenues avec le rugosimètre optique. Les  $dsp$  A1 et B1 présentées pour la face polie enveloppent toutes celles que nous avons obtenues.

Une étude en réflectométrie X est menée sur le même disque. Deux modes d'exploration ont été employés pour cette étude : le mode *spéculaire* où les angles d'incidence et de détection restent égaux tout au long de l'exploration ainsi que le mode *détecteur scan* où l'angle d'incidence est maintenu fixe à  $0,5^\circ$  (valeur inférieure à l'angle critique du platine iridié qui est de l'ordre de  $0,56^\circ$ ) tandis que l'angle d'observation varie.

Concernant le mode *spéculaire*, la figure 4.9 représente deux relevés de la réflexion spéculaire en fonction de l'angle de détection, relatives aux deux types de polissage des deux faces du disque en platine iridié. Pour la partie initiale des courbes (les angles inférieurs à  $0,02^\circ$ ), qui correspond à une augmentation de signal détecté, ce signal ne contient pas seulement le faisceau réfléchi spéculairement mais également une partie du faisceau incident. Pour des incidences de  $0,02^\circ$  à  $0,11^\circ$ , l'intensité spéculaire diminue au lieu d'être constante, en raison de l'extension de la zone irradiée bien au delà des surfaces explorées. Pour des incidences entre  $0,11^\circ$  et  $0,56^\circ$ , angle critique du platine iridié, l'intensité spéculaire est maximale et constante. Cela traduit un minimum d'absorption dans cette partie des courbes. En revanche, pour des incidences supérieures à l'angle critique, nous observons une décroissance exponentielle due aux phénomènes d'absorption.

Ce mode d'exploration a l'avantage également de fournir directement un ordre de grandeur de la rugosité  $rms$   $\delta$  en appliquant l'équation (2.21). La rugosité  $\delta$  déterminée par le biais de l'équation (2.21) est de 2,7 nm pour la surface polie aux abrasifs et de 2,6 nm pour la surface usinée à l'outil de diamant avec un écart type de 0,2 nm. Malgré une rugosité comparable, les courbes de la réflexion spéculaire montrent une différence légère entre les deux types de polissage. Les mesures en diffusion de rayonnement X (mode *détecteur scan*) fournirait plus d'information pour mener une comparaison entre les deux types de polissage et pour les comparer avec les autres techniques.

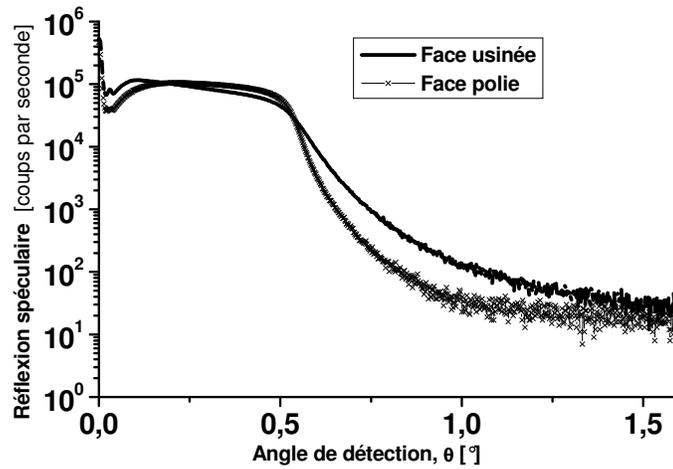


FIG. 4.9 – Relevés de réflexion spéculaire du rayonnement X relatives à la surface des deux faces de disque en platine iridié.

Nous avons caractérisé les deux faces du disque par diffusion X (mode *détecteur scan*). Les résultats sont représentés sous forme de *dsp* en fonction de la fréquence spatiale. Une étude comparative entre les trois techniques en termes de *dsp* relatives aux deux faces du disque est présentée sur la figure 4.10. Cette étude est menée dans une fenêtre fréquentielle assez comparable, surtout dans les cas du réflectomètre X et du *ShFM*. Dans le cas du rugosimètre optique, nous avons présenté une *dsp* optique moyenne des 11 sites analysés pour chaque type de polissage. Pour ce qui concerne les courbes optiques, on note leur intersection pour une fréquence

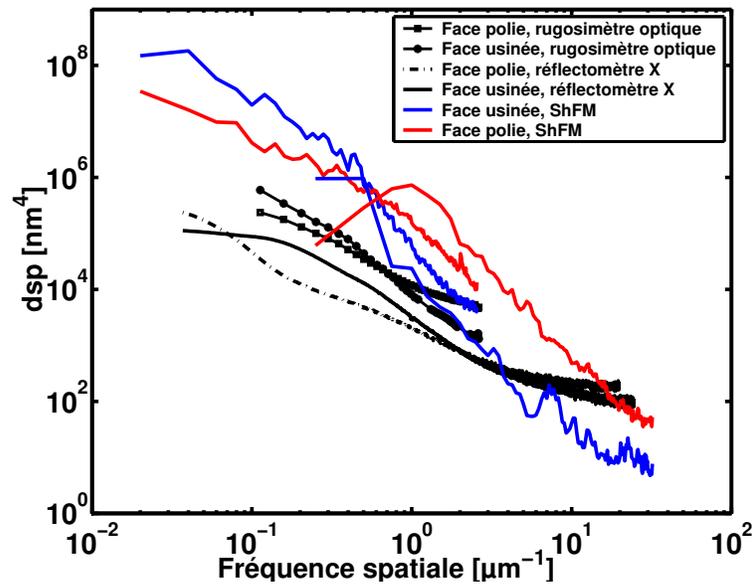


FIG. 4.10 – Comparaison entre les trois techniques en termes de *dsp* dans une fenêtre de fréquences spatiales comparable.

voisine de  $0,8 \mu m^{-1}$ . Au-dessous de cette fréquence, l'amplitude des aspérités est plus importante

dans le cas de la surface usinée à l'outil de diamant que pour celle polie aux abrasifs. Pour des fréquences au-dessus de  $0,8 \mu m^{-1}$ , la situation est inversée.

En réflectométrie X, nous avons observé cette caractéristique où l'intersection des courbes  $dsp$  se produit à environ  $1,9 \mu m^{-1}$ , on note également une intersection autour de  $0,07 \mu m^{-1}$ . Pour les fréquences au-dessus de  $0,07 \mu m^{-1}$ , nous avons le même cas qu'en rugosimétrie optique et *ShFM*. En termes de comparaison entre les trois techniques, nous rappelons qu'en *ShFM* le point d'intersection se produit autour de  $0,7 \mu m^{-1}$ . Dans une fenêtre commune de fréquence spatiale entre les trois techniques, les spectres de rugosité présentent une pente sensiblement identique avec différentes valeurs de rugosité. On note que les  $dsp$  optiques sont plus hautes que celles qui correspondent au réflectomètre X. Pour ce dernier, il est d'importance primordiale que la surface soit éclairée avec une incidence rasante au-dessous de  $0,56^\circ$  angle critique du platine iridié pour diminuer la profondeur de pénétration des rayons X dans le métal. Dans le meilleur des cas ce sera une incidence de  $0,2^\circ$  qui amène à explorer une surface de  $350 mm^2$ . Dans ce travail, les mesures ont été effectuées pour une incidence de  $0,5^\circ$  pour réduire autant que possible l'aire de la surface analysée (qui demeure néanmoins grande, environ  $130 mm^2$ ). Avec ce choix de l'angle d'incidence nous diminuons le nombre de défauts macroscopiques observés tout en évitant les effets des bords de l'échantillon. Notons toute fois que ce choix réduit la  $dsp$  d'un facteur 10 en basses fréquences spatiales [9].

La différence se fait sentir en hautes fréquences spatiales (pour le *ShFM* et le réflectomètre X) où les spectres de rugosité en *ShFM* possèdent une pente plus forte que ceux du réflectomètre X. La rugosité de la surface diminue pour les fréquences spatiales les plus grandes c'est à dire pour les détails les plus fins de la surface. Pour expliquer cette différence, nous rappelons que l'aire des sites explorés par *ShFM*, rugosimètre optique et réflectomètre X sont respectivement :  $(50 \times 50) \mu m^2$ ,  $1,5 mm^2$  et  $130 mm^2$ . Dans les deux premières techniques, nous choisissons habituellement des zones exemptes de poussière ou des gros défauts, la rugosité obtenue est alors plus représentative de l'état du polissage. Ce choix n'est pas possible dans le cas des mesures en diffusion X où la quasi totalité de la surface de l'échantillon est irradiée. Donc, la surface explorée en rayons X contient probablement quelques défauts accidentels qui ne sont pas observés par les deux autres techniques.

#### 4.4 Comparaison en termes de rugosité $rms$ $\delta$ entre les deux méthodes de polissage

Le même paramètre statistique est déterminé par les trois techniques pour caractériser les deux faces du disque en platine iridié : la hauteur quadratique moyenne Root-Mean-Square  $\delta$  (RMS  $\delta$ ).

Pour les mesures en *ShFM*, 10 sites ont été explorés. En chacun de ces sites, nous avons effectué une série d'images topographiques avec un petit décalage latéral des zones balayées afin d'agrandir la zone observée. La rugosité donnée pour un site est une valeur moyenne déterminée directement par le biais de l'équation (2.35) à partir de l'ensemble des images topographiques effectuées sur chaque site. Dans le tableau 4.1, nous avons reporté la valeur moyenne de la rugosité  $rms$  pour trois fenêtres fréquentielles spatiales.

Avec le rugosimètre optique, 11 sites ont été explorés, la rugosité est déterminée en considérant un modèle analytique approprié pour chaque  $dsp$  (méthode décrite dans le chapitre 2, paragraphe 2.2.1.1). Les résultats sont présentés dans les tableaux 4.2 et 4.3.

Dans le cas du réflectomètre X, la rugosité est déterminée par le biais de l'équation (2.23) en

mode *détecteur scan*. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.2.

Le tableau 4.1 montre une rugosité légèrement plus élevée dans le cas de la surface usinée avec l'outil à pointe de diamant par rapport à celle polie avec des grains de polissage, dans un domaine de fréquences spatiales compris entre  $0,025 \mu m^{-1}$  et  $3,2 \mu m^{-1}$ . La situation est inversée pour des fréquences spatiales comprises entre  $0,05 \mu m^{-1}$  et  $32 \mu m^{-1}$ . Mais ceci reste à considérer avec précaution au vu des incertitudes associées.

Les résultats présentés dans les tableaux 4.1 et 4.2, indiquent que les valeurs de rugosité déterminées par les trois techniques sont du même ordre de grandeur aux incertitudes près, bien que les techniques soient différentes dans beaucoup de domaines :

- l'intervalle de fréquences spatiales,
- l'aire de zone explorée,
- la résolution latérale,
- la sensibilité aux défauts locaux.

| $rms \delta (S_\delta)$ [nm]   |                                    |                                   |                                  |
|--------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|
| Méthodes de polissage          | ShFM<br>[0,025 – 3,2] $\mu m^{-1}$ | ShFM<br>[0,05 – 6,4] $\mu m^{-1}$ | ShFM<br>[0,25 – 32] $\mu m^{-1}$ |
| Polissage avec grains abrasifs | 3 (0,2)                            | 2,5 (0,2)                         | 1,7 (0,2)                        |
| Usinage à l'outil diamant      | 3,4 (0,3)                          | 2,3 (0,2)                         | 1,5 (0,1)                        |

TAB. 4.1 – *Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height: Root-Mean-Square height) déterminées dans trois fenêtres fréquentielles avec le ShFM et écarts types associés  $S_\delta$ , pour les deux méthodes de polissage.*

| $rms \delta (S_\delta)$ [nm]   |                                      |                                     |
|--------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|
| Méthodes de polissage          | Rayon X<br>[0,036 – 20] $\mu m^{-1}$ | Optique<br>[0,3 – 2,7] $\mu m^{-1}$ |
| Polissage avec grains abrasifs | 3,4 (0,5)                            | 4,2 (0,3)                           |
| Usinage à l'outil diamant      | 3 (0,4)                              | 3,6 (0,5)                           |

TAB. 4.2 – *Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height: Root-Mean-Square height) et écarts types associés  $S_\delta$ , déterminés avec le réflectomètre X et le rugosimètre optique pour les deux méthodes de polissage*

Pour montrer clairement avec le rugosimètre optique l'effet de polissage supplémentaire par rapport à l'usinage en fonction des fréquences spatiales, nous avons déterminé la rugosité  $rms \delta$  dans trois bandes de fréquence spatiale : la première comprend toute la largeur de bande optique, les deux autres sont délimitées par la fréquence d'intersection ( $0,8 \mu m^{-1}$ ) observée à travers les *dsp*. les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 4.3.

Nous concluons que le polissage supplémentaire contribue non seulement à atténuer quelques défauts et aspérités dont les fréquences spatiales sont au-dessous de  $0,8 \mu m^{-1}$ , mais qu'il en crée malheureusement d'autres dans le domaine des fréquences spatiales élevées.

| $rms \delta (S_\delta)$ [nm]   |                                      |                                      |                                     |
|--------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|
| Méthodes de polissage          | Optique<br>[0,21 – 2,7] $\mu m^{-1}$ | Optique<br>[0,21 – 0,8] $\mu m^{-1}$ | Optique<br>[0,8 – 2,7] $\mu m^{-1}$ |
| Polissage avec grains abrasifs | 3 (0,2)                              | 2,5 (0,2)                            | 1,7 (0,1)                           |
| Usinage à l'outil diamant      | 3,2 (0,2)                            | 2 (0,1)                              | 2,4 (0,2)                           |
| Remarques                      | Augmentation légère                  | Diminution de 20%                    | Augmentation de 41%                 |

TAB. 4.3 – *Hauteurs quadratiques moyennes (RMS height : Root-Mean-Square height) et écarts types associés  $S_\delta$ , déterminés dans trois fenêtres fréquentielles avec le rugosimètre optique. Effet de polissage supplémentaire aux abrasifs comparé à l'usinage à l'outil diamant.*

Des mesures ellipsométriques de désorption de vapeur d'eau entre l'air (humidité relative  $h = 50\%$ ) et le vide (pression  $p = 0,4$  Pa) [116] ont été effectuées au BIPM sur le même disque en platine iridié. Elles ont montré une variation d'épaisseur de la couche d'eau entre l'air et le vide de 0,3 nm pour la face usinée à l'outil diamant et de 0,2 nm pour celle polie à la pâte diamantée. Ces mesures ont montré également que les effets de sorption sont environ deux fois plus petits pour la surface polie à la pâte de diamant que pour celle usinée à l'outil au diamant. Ceci est en accord avec notre analyse sur le fait que les deux surfaces traitées différemment restent comparables en termes de rugosité  $rms \delta$ .

Pour évaluer l'influence de la taille de grain de polissage ainsi que le type d'abrasif sur l'état de la surface en Pt-Ir, il est important de polir plusieurs échantillons dans les mêmes conditions tout en changeant d'une part la taille de grain et d'autre part la nature de l'abrasif (par exemple : on peut utiliser l'alumine à la place du diamant).

## 4.5 Étude de l'état des surfaces en Pt-Ir polies manuellement à l'alumine ( $Al_2O_3$ ) et à la pâte diamantée.

Pour cette étude, trois échantillons en platine iridié ont été polis différemment. Deux ont subi un polissage sur un drap imprégné d'un lubrifiant approprié et de pâte diamantée de granulométrie allant de 9  $\mu m$  à 1  $\mu m$  pour le premier et de 9  $\mu m$  à 1/4  $\mu m$  pour le deuxième. L'étape finale de polissage a duré 10 minutes environ avec une pression appliquée sur le drap de polissage estimée de l'ordre de 10 kPa. Tous les détails sur ce polissage sont décrits dans le paragraphe (1.1.2). Concernant le troisième échantillon, il a été poli de la même façon que les deux premiers en remplaçant le diamant par l'alumine.

Les images topographiques obtenues en *ShFM*, relatives aux deux tailles de grain final de polissage sont présentées sur la figure 4.11a,b. Nous constatons à travers ces images que le polissage avec un grain final de 1/4  $\mu m$  a plutôt dégradé l'état de la surface au lieu de l'améliorer. Ce polissage final au 1/4  $\mu m$  a créé des inclusions et une structure vallonnée qui a rendu la surface moins homogène que celle polie avec un grain final de 1  $\mu m$ . Malgré tout, nous observons également que le 1/4  $\mu m$  a tendance à réduire les rayures sur la surface.

Les images topographiques obtenues en *ShFM*, relatives à la surface polie à l'alumine sont présentées sur la figure 4.11c,d. Nous observons que l'action mécanique de l'alumine sur le platine iridié est bien différente que celle du diamant. Nous avons constaté également que l'alumine a

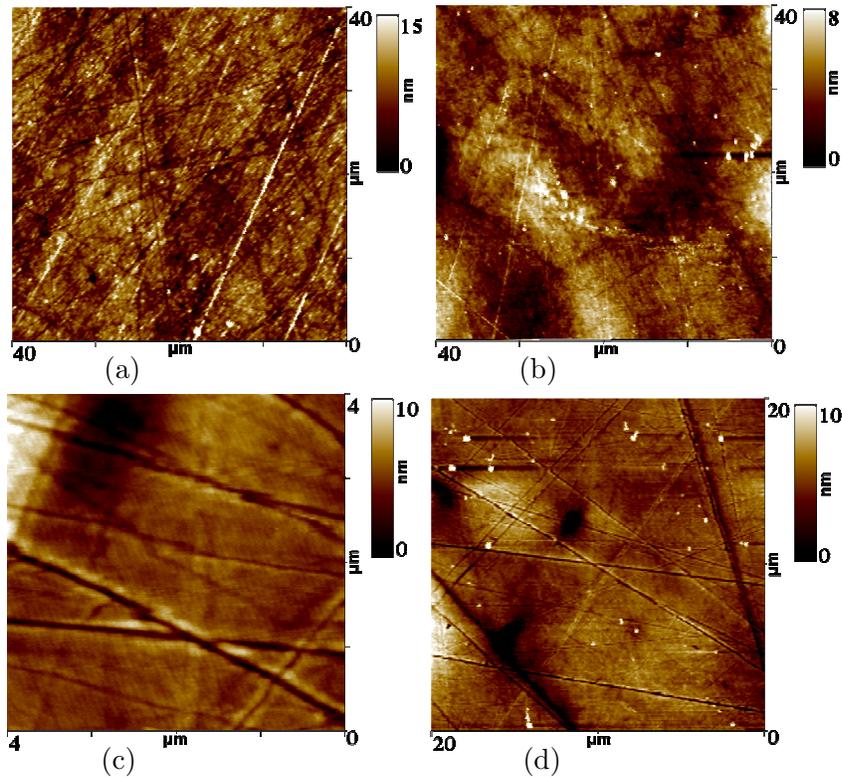


FIG. 4.11 – Images topographiques d’une surface en Pt-Ir : a) polissage avec des grains diamantés finals de  $1 \mu\text{m}$ , b) polissage avec des grains diamantés finals de  $1/4 \mu\text{m}$ , c,d) polissage à l’alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

une influence brutale sur la morphologie de la surface en fonction des paramètres de polissage. En plus, il est plus difficile d’assurer une reproductibilité d’un état de surface avec l’alumine. Donc, afin d’obtenir des surfaces non rayées et sans trous, il serait intéressant de polir la surface à la pâte diamantée avec des grains finals de  $1 \mu\text{m}$  en réglant la pression exercée sur la surface durant le polissage.

## 4.6 Superaliage monocristallin à base de nickel

Les superalliages monocristallins à base de nickel sont fabriqués en fonderie par croissance d’un seul grain. En général, ils sont utilisés pour la fabrication des aubes dans les parties les plus chaudes des turbines à gaz aéronautiques et terrestres. Ils ont des propriétés mécaniques remarquables à haute température, et une très bonne résistance à l’oxydation et à la corrosion [117, 118, 119, 120].

Les remarquables performances des superalliages s’expliquent par la présence de précipités de phase durcissante  $\gamma'$  ordonnés et cohérents de forme cuboïdale dans la matrice  $\gamma$  désordonnée [119, 121]. La figure 4.12 montre les précipités  $\gamma'$  et la matrice  $\gamma$  d’un échantillon de superalliage monocristallin à base de nickel observé par microscopie électronique en transmission.

La matrice  $\gamma$  est une solution solide principalement de nickel (mais contient en tout huit éléments chimiques) dont la structure est cubique à face centrée (cfc), à l’intérieur de laquelle

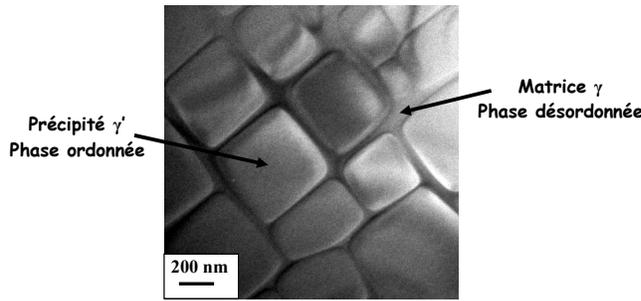
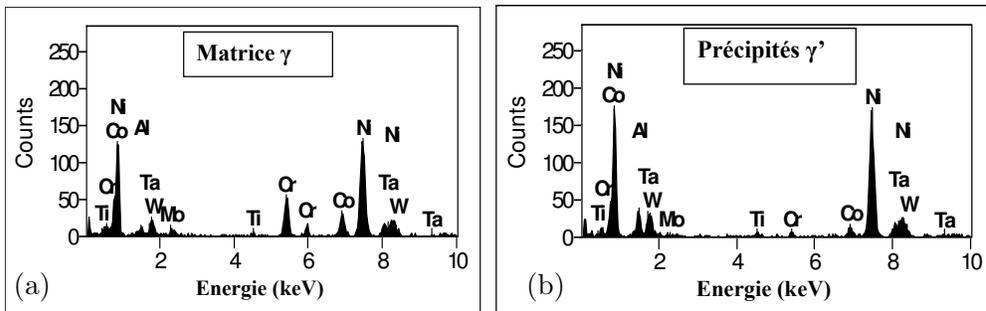


FIG. 4.12 – Image d'un échantillon de superalliage monocristallin à base de nickel observé par microscopie électronique en transmission (ENSMP)

précipite une phase ordonnée  $\gamma'$  (Fig. 4.12). La présence de ces précipités contribue d'une manière remarquable au durcissement de cet alliage, car c'est la microstructure  $\gamma/\gamma'$  qui est principalement responsable de leur résistance mécanique [121, 122]. En effet, le mouvement des dislocations se propageant dans le monocristal est bloqué par les précipités  $\gamma'$  et les processus à l'interface  $\gamma/\gamma'$  jouent un rôle clé pour la compréhension de ce phénomène.

Les spectres de raies des différents éléments ainsi que la composition chimique des précipités  $\gamma'$  et de la matrice  $\gamma$  sont présentés sur la figure 4.13.



| Eléments   | Ni     | Cr     | Co    | W     | Ta     | Mo    | Al    | Ti    |
|--|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|
| <b>Poids %<br/>Précipités <math>\gamma'</math></b> | 76,917 | 1,465  | 3,306 | 1,38  | 10,413 | 0,736 | 4,728 | 1,051 |
| <b>Poids %<br/>Matrice <math>\gamma</math></b>     | 59,771 | 16,777 | 9,265 | 6,263 | 3,898  | 2,945 | 0,853 | 0,223 |

(d)

FIG. 4.13 – a et b) Spectres de raies des différents éléments de l'alliage dans la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$ , d) composition chimique de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$  (ENSMP).

La sélection des étalons de masse secondaires (transfert) est basée sur quatre points principaux :

- 1- Homogénéité (élaboration et traitements thermiques contrôlés),
- 2- Faible susceptibilité magnétique (Absence ou faible présence de fer dans la composition de l'alliage),
- 3- Dureté la plus élevée possible,
- 4- Masse volumique proche de  $8000 \text{ kg.m}^{-3}$ .

Une comparaison entre un superalliage monocristallin à base de nickel et un superalliage hyper-

trempe à base de cobalt (alacrite XSH : alliage de fabrication des étalon de masse secondaire au BNM-INM) est présentée dans le tableau 4.4.

|                                    | Susceptibilité magnétique volumique ( $10^{-4}$ ) | masse volumique ( $kg.m^{-3}$ ) | Dureté (Vickers) | Présence de fer |
|------------------------------------|---|---------------------------------|------------------|-----------------|
| MonoX base de Nickel (Ni)          | 2,8   | $\sim 8640$                     | 440              | $<0,2\%$        |
| Alacrite XSH à base de cobalt (Co) | 13,4  | $\sim 9150$                     | 230              | $< 3\%$         |

TAB. 4.4 – Comparaison des propriétés d’un superalliage monocristallin à base de nickel et d’un superalliage hypertrempe à base de cobalt (Alacrite SXH).

Les principales propriétés de l’alliage retenues pour la fabrication des étalons de masse secondaires sont comparées au tableau 4.4. De ce fait, le choix au Laboratoire National d’Essai (LNE) a été orienté vers une possibilité d’étudier un superalliage monocristallin à base de nickel pour fabriquer d’étalons de masse secondaires.

Les premiers échantillons à base de nickel sont réalisés au Centre des Matériaux de l’Ecole des Mines de Paris, en collaboration avec le LNE. Les prochaines étapes dans la sélection de l’alliage sont:

- Procédure de polissage,
- Méthode de nettoyage-lavage,
- Etude de surface,
- Conditions de conservation ,
- Evolution de la masse lors du transfert air-vide.

Dans le cadre d’une collaboration avec l’Ecole des Mines de Paris, plusieurs échantillons monocristallin à base de nickel ont été fournis pour une caractérisation physico-chimique de leurs surfaces en fonction du polissage et du nettoyage-lavage.

## 4.7 Effet du polissage et du nettoyage-lavage sur un superalliage monocristallin à base de nickel

Les surfaces de deux échantillons du monocristal ont tout d’abord été polies à l’aide de papier SiC de grade 1200, 2400 puis 4000. Ces chiffres donnent le nombre de grains de SiC par  $m^2$ . Ensuite, le polissage manuel s’est poursuivi sur draps tissés chargés de pâte diamantée de granulométrie  $1 \mu m$  puis  $1/4 \mu m$ . Chaque étape du polissage est suivie d’un nettoyage de l’échantillon dans un bain d’alcool placé dans un bac à ultrasons. Un des échantillons a alors été poli manuellement avec une suspension d’alumine acide ( $Al_2O_3$ , pH 6)) imprégnant un drap en néoprène poreux pendant un temps relativement long ( $> 40$  min). Cette étape supplémentaire a été effectuée afin de voir si son action apportait une amélioration au niveau de l’état de surface de l’échantillon.

Les images topographiques obtenues en *ShFM* sont présentées sur la figure 4.14. L’échantillon poli au  $1/4 \mu m$  (Fig. 4.14a,b) présente des rayures majoritairement unidirectionnelles. Ces rayures sont dues à l’utilisation de la pâte diamantée sur un drap tissé. Ce type de drap, plus dur qu’un drap floqué, permet de garder une meilleure planéité de la surface de l’objet. De plus,

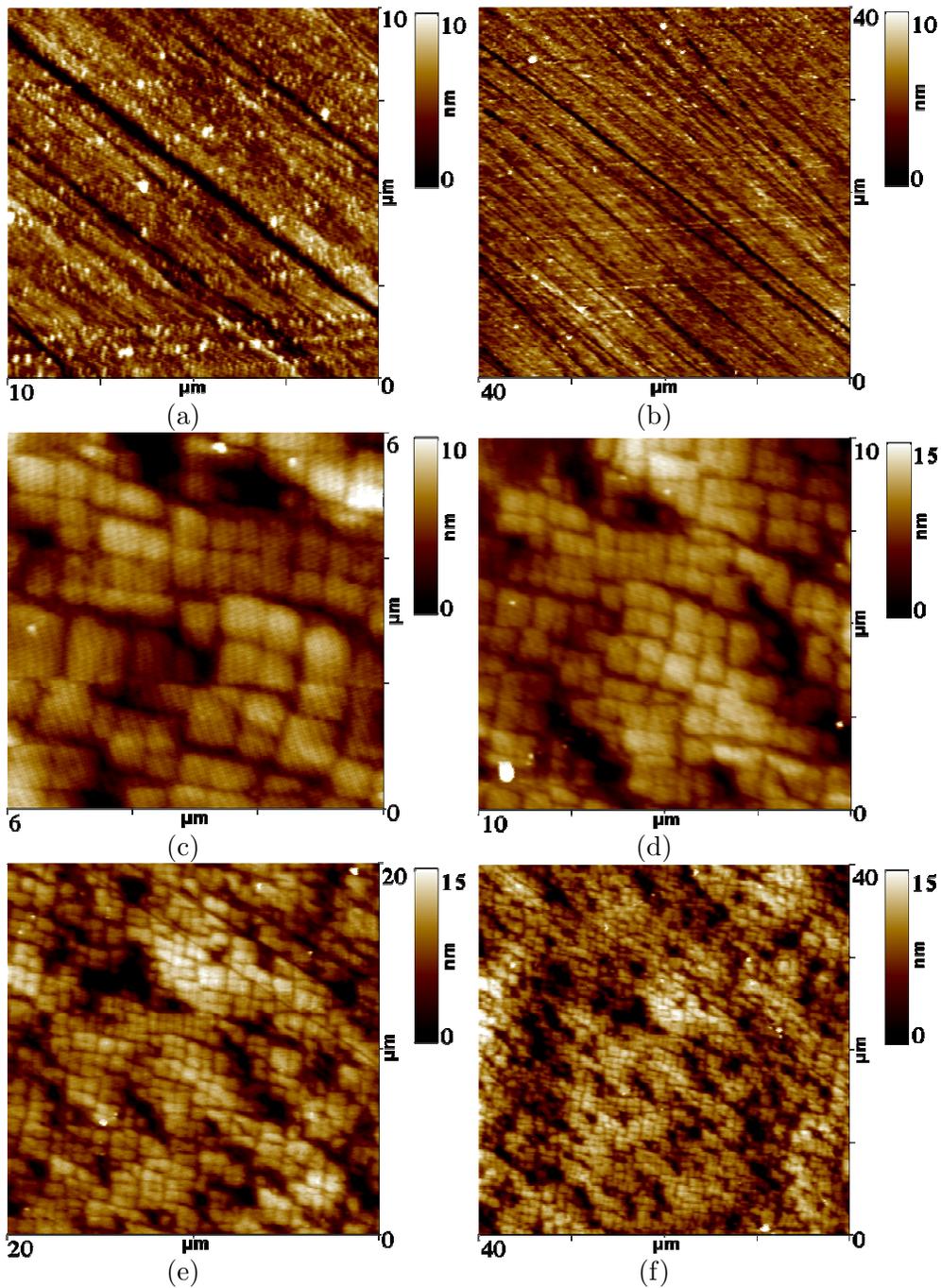


FIG. 4.14 – Images topographiques des surfaces suivant le type de polissage : a et b pâte diamantée de grain final de  $1/4 \mu\text{m}$  ; c-f  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

les rayures sont unidirectionnelles car l'échantillon n'a pas subi de rotation lors du polissage. La figure 4.14c-f, met en évidence l'action de l'alumine sur l'état de surface. La structure du matériau est révélée avec en relief les précipités cuboïdaux  $\gamma'$  et en creux la matrice  $\gamma$ . Cette mise en évidence de la microstructure peut être expliquée par la dureté et la taille ( $0,05 \mu\text{m}$ ) des

particules d'alumine. Elles ont agi préférentiellement sur la matrice  $\gamma$ , phase beaucoup moins dure que les précipités  $\gamma'$ .

En parallèle un autre échantillon a été poli par une entreprise spécialisée dans le polissage de précision de systèmes optiques, SESO. Cette société proposait la réalisation d'un test sur un matériau métallique pour l'obtention d'une rugosité  $rms$   $\delta$  compris entre 0,5 et 1 nm. Le polissage s'est fait classiquement à l'aide de pâte diamantée, mais le fournisseur n'a pas voulu divulguer les types d'abrasifs utilisés pour les étapes finales. Pour illustrer l'efficacité de nettoyage-lavage sur cet échantillon, nous avons effectué des mesures topographiques avant et après nettoyage de l'échantillon, les résultats sont présentés dans la figure 4.15. Cette étude permet de comprendre

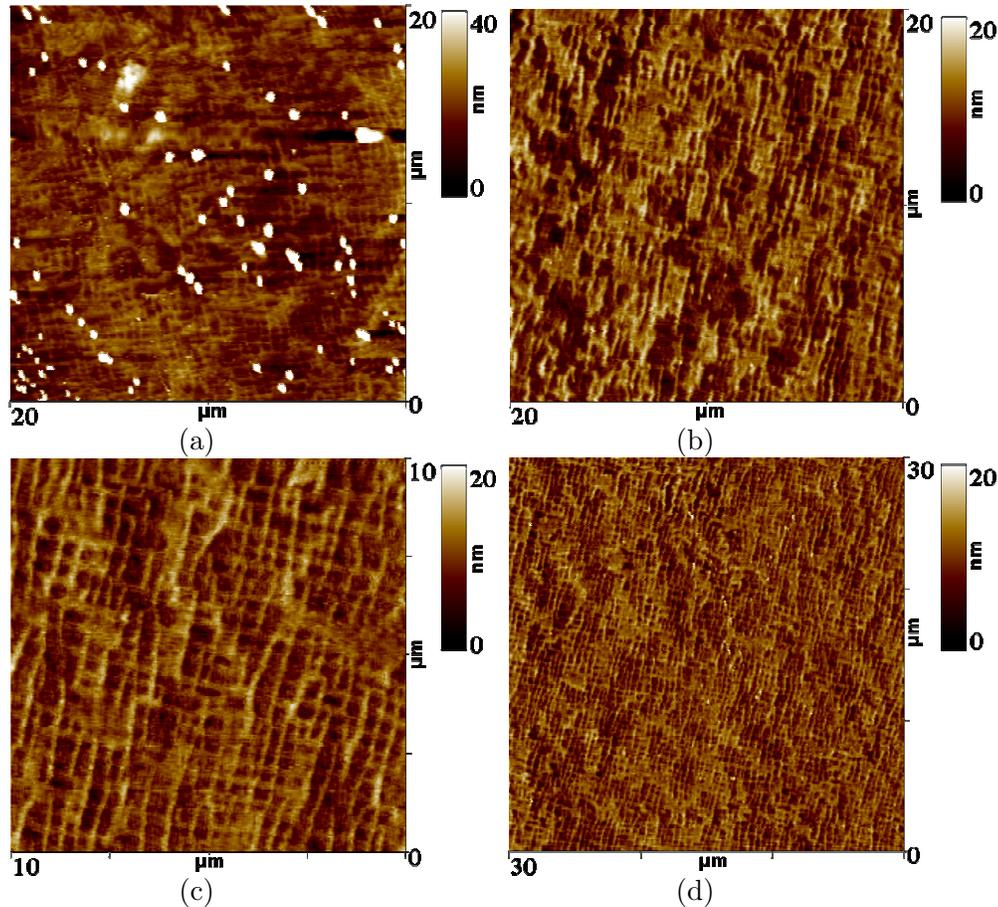


FIG. 4.15 – Images topographiques des surfaces de l'échantillon poli par SESO : a) avant nettoyage; b-d) après nettoyage.

la diminution de masse qui est souvent observée à la suite de l'application de nettoyage-lavage sur l'échantillon. Nous avons procédé dans un premier temps à un nettoyage par frottement avec une peau de chamois traitée et imprégnée d'éthanol. Malheureusement ce type de nettoyage n'a pas abouti à un bon résultat. Au lieu d'enlever tous les contaminants, le nettoyage avec une peau de chamois a donné une recontamination de la surface. Ensuite le nettoyage par frottement est suivi d'un lavage aux ultrasons dans l'éthanol. Avec ce type de lavage nous avons pu enlever tous les contaminants de la surface et révéler la structure du nickel (Fig. 4.15b-d). Nous

constatons que le nettoyage ultrasonique avec l'éthanol est plus efficace pour enlever les contaminants que les autres méthodes. Les images topographiques effectuées sur cet échantillon après nettoyage-lavage sont présentées dans la figure 4.15b-d. Nous observons une structure inverse à l'échantillon poli à l'alumine. Cette structure ressemble à une structure en nid d'abeille où les précipités  $\gamma'$  ont été plus sensibles que la matrice  $\gamma$  au polissage. Ce type de profil est en général obtenu par polissage chimique ou électrochimique de la surface [118].

Les valeurs de rugosité  $\delta$  relatives aux trois échantillons sont regroupées dans le tableau 4.5. Les valeurs de rugosité *rms*  $\delta$  déterminées de même manière que précédemment sont similaires pour les trois échantillons.

|   | $\nu \in [0,25-32] \mu m^{-1}$                             | $\nu \in [0,05-6,2] \mu m^{-1}$                          |
|---|--|--|
| SESO : Avant nettoyage-lavage           | $\delta = 3,7 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,3 \text{ nm}$   | $\delta = 8,8 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 1 \text{ nm}$   |
| SESO : Après nettoyage-lavage           | $\delta = 2 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,3 \text{ nm}$     | $\delta = 2,7 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,5 \text{ nm}$ |
| Polissage $Al_2O_3$<br>Durée : > 40 min | $\delta = 2,24 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,22 \text{ nm}$ | $\delta = 3,2 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,5 \text{ nm}$ |
| Polissage<br>1/4 $\mu m$                | $\delta = 1,9 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,4 \text{ nm}$   | $\delta = 2,5 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,4 \text{ nm}$ |

TAB. 4.5 – Valeurs moyennes de rugosité *rms*  $\delta$  et l'écart type  $S_\delta$  relatives aux trois échantillons.

Nous observons une diminution de la rugosité  $\delta$  à la suite de nettoyage-lavage. Nous constatons que l'application de ce type de nettoyage-lavage sur l'échantillon a conduit à ôter la majeure partie des contaminants de surface.

L'addition d'une étape de polissage en utilisant l'alumine ou un autre abrasif a donc une action efficace sur le superalliage. De plus, la surface semble beaucoup plus homogène et plane pour ces deux échantillons.

Au vu de ces résultats, six autres échantillons du monocristal ont été polis jusqu'à 1/4  $\mu m$ . Les paramètres de la dernière étape ont ensuite différencié pour chaque échantillon, d'une part, afin de tester deux types d'abrasifs et d'autre part pour évaluer l'évolution de la morphologie et de la rugosité en fonction du temps. Les deux abrasifs étudiés sont des suspensions d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et de silice colloïdale ( $SiO_2$ ). La silice colloïdale est connue pour ajouter une activité chimique à l'abrasion mécanique, grâce au pH basique de la suspension utilisée (entre 9 et 10). L'objectif de cet essai est de retrouver la topographie obtenue par le polissage SESO. Le tableau ci-dessous récapitule les temps de la dernière étape de polissage de six échantillons avec les deux abrasifs. Les observations de ces surfaces ont permis de mettre en évidence les différences obtenues en fonction de l'abrasif utilisé et du temps de polissage appliqué.

La figure 4.16 montre l'évolution de l'état de surface du monocristal avec la durée de polissage à l'alumine à travers les images topographiques obtenues en *ShFM*. Après 5 minutes de polissage à l'alumine (Fig. 4.16a,b), la surface est inhomogène avec une structure du matériau déformée. On observe aussi un nombre important de cavités. Ces cavités sont probablement dues aux grains de diamant utilisés pour les étapes précédentes. Ces grains se sont incrustés à la surface lors du polissage et ont été extraits par cavitation lors du nettoyage aux ultrasons. De plus, les rayures

| Abratif     | Alumine ( $Al_2O_3$ ) |    |    | Silice colloïdale ( $SiO_2$ ) |    |    |
|-------------|-----------------------|----|----|-------------------------------|----|----|
|             | 5                     | 10 | 20 | 5                             | 10 | 20 |
| Durée (min) | 5                     | 10 | 20 | 5                             | 10 | 20 |

TAB. 4.6 – Temps de la dernière étape de polissage manuel avec les deux abrasifs des six échantillons du monocristal à base de nickel.

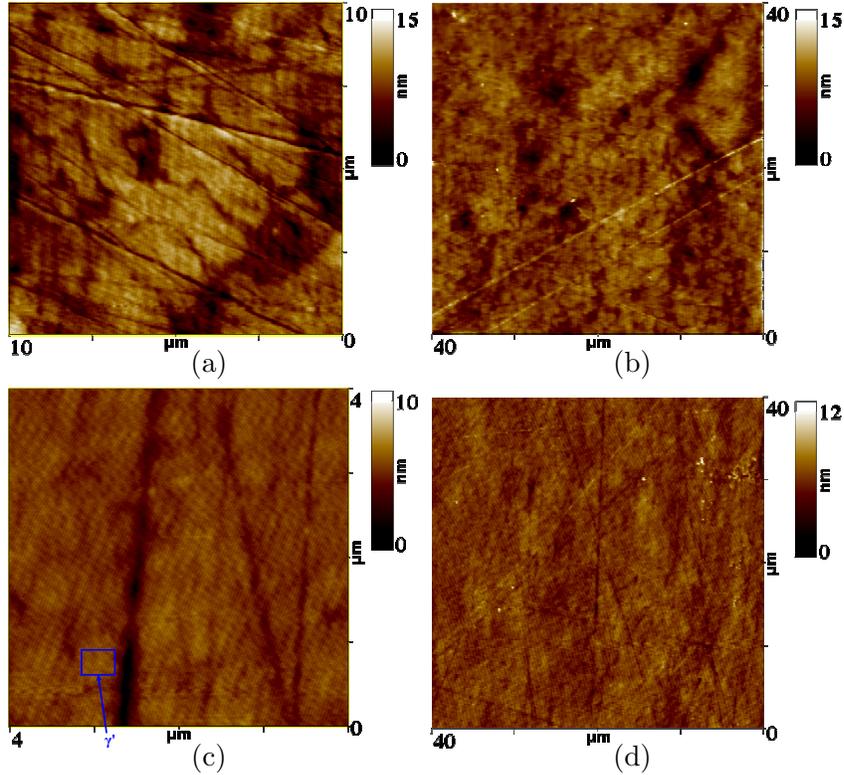


FIG. 4.16 – Images topographiques des surfaces de monocristal polies à l'alumine ( $Al_2O_3$ ): a,b) 5 min ; c,d) 20 min.

observées à la surface apparaissent très nettes. Ce sont les rayures résiduelles du polissage au  $1/4 \mu m$  qui n'ont pas été supprimées.

Après 10 minutes, on observe toujours cette structure déformée, comme avec l'échantillon poli 5 minutes, mais de façon plus homogène. En revanche, après 20 minutes (Fig. 4.16c,d), la morphologie de la surface devient satisfaisante. On peut discerner la structure du matériau avec les précipités  $\gamma'$  en relief. De plus, les rayures ont tendance à s'estomper progressivement. Comparativement à la figure 4.14c-f où la structure du matériau est fortement mise en évidence, il apparaît clairement que le temps de polissage à l'alumine a une influence sur l'état de surface final du monocristal, surface où les rayures sont presque totalement estompées, mais où les précipités  $\gamma'$  apparaissent beaucoup plus en relief. Il faut donc noter que si l'emploi de l'alumine améliore la morphologie de la surface, son action peut être néfaste pour la rugosité si le polissage est fortement prolongé. Les valeurs de rugosité  $rms \delta$  présentées dans le tableau 4.7 indiquent que le polissage de 20 minutes donne des valeurs plus faibles que les polissages de 5, 10, 40 minutes.

|                                       | $\nu \in [0,25-32] \mu m^{-1}$                           | $\nu \in [0,025-3,2] \mu m^{-1}$                         |
|---------------------------------------|--|--|
| Polissage $Al_2O_3$<br>Durée : 5 min  | $\delta = 1 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,2 \text{ nm}$   | $\delta = 2,5 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,5 \text{ nm}$ |
| Polissage $Al_2O_3$<br>Durée : 10 min | $\delta = 0,9 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,2 \text{ nm}$ | $\delta = 2,2 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,5 \text{ nm}$ |
| Polissage $Al_2O_3$<br>Durée : 20 min | $\delta = 0,7 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,1 \text{ nm}$ | $\delta = 1 \text{ nm}$<br>$S_\delta = 0,2 \text{ nm}$   |

TAB. 4.7 – Valeurs moyennes de rugosité rms  $\delta$  et l'écart type  $S_\delta$  pour les trois durées de polissage à l'alumine.

Concernant le polissage avec la silice colloïdale ( $SiO_2$ ), deux images topographiques par durée de polissage sont présentées dans la figure 4.17.

La silice colloïdale a révélé elle aussi la structure du matériau. Cependant, à l'inverse du polissage à l'alumine, on retrouve la structure en nid d'abeille où la matrice  $\gamma$  est en relief, observée sur l'échantillon SESO (Fig. 4.15). Cet "effet de vallée" est moins homogène qu'avec le polissage SESO, mais il met en évidence la combinaison de l'action chimique à l'abrasion mécanique de la silice colloïdale. Les précipités  $\gamma'$ , phase intermétallique dont les liaisons sont plutôt de type iono-covalentes [123], sont donc attaqués préférentiellement à la matrice  $\gamma$ , solution solide dans laquelle les liaisons sont métalliques (plus forte énergie de liaison).

D'autre part, la durée de polissage à la silice colloïdale joue un rôle sur la morphologie de la surface. Comme pour l'alumine, un polissage prolongé à la silice colloïdale a tendance à dégrader l'état de surface. La figure 4.17 dévoile ces résultats. Après 5 minutes de polissage (Fig. 4.17a,b), la structure en nid d'abeille est déjà visible. La majorité des précipités  $\gamma'$  sont creusés, mais des amas restent en relief. De plus, des creux sont présents à la surface de l'échantillon. Ceci pourrait être dû à une inhomogénéité de la répartition de la suspension sur le drap de polissage. En prolongeant encore le polissage (Fig. 4.17c-f), la surface devient de plus en plus inhomogène. Les cavités sont plus nombreuses et la morphologie de la surface est détériorée. Après 10 minutes de polissage (Fig. 4.17c,d), la structure du matériau est encore visible. Mais après 20 minutes de polissage (Fig. 4.17e,f), il devient plus difficile de la distinguer. Des précipités  $\gamma'$  ont même tendance à être en relief. C'est tout le matériau qui est attaqué mécaniquement et chimiquement. Le polissage avec une suspension de silice colloïdale doit être relativement court ( $< 5$  minutes) afin de garantir une certaine planéité de surface.

Dans le tableau 4.8, nous avons reporté les valeurs moyennes de rugosité rms  $\delta$  déterminées par le biais de l'équation (2.35) à partir d'une série d'images topographiques obtenues sur 20 sites pour chaque durée de polissage. Les valeurs de rugosité présentées dans le tableau 4.8 montrent qu'un polissage prolongé à la silice colloïdale a tendance à augmenter la rugosité de la surface.

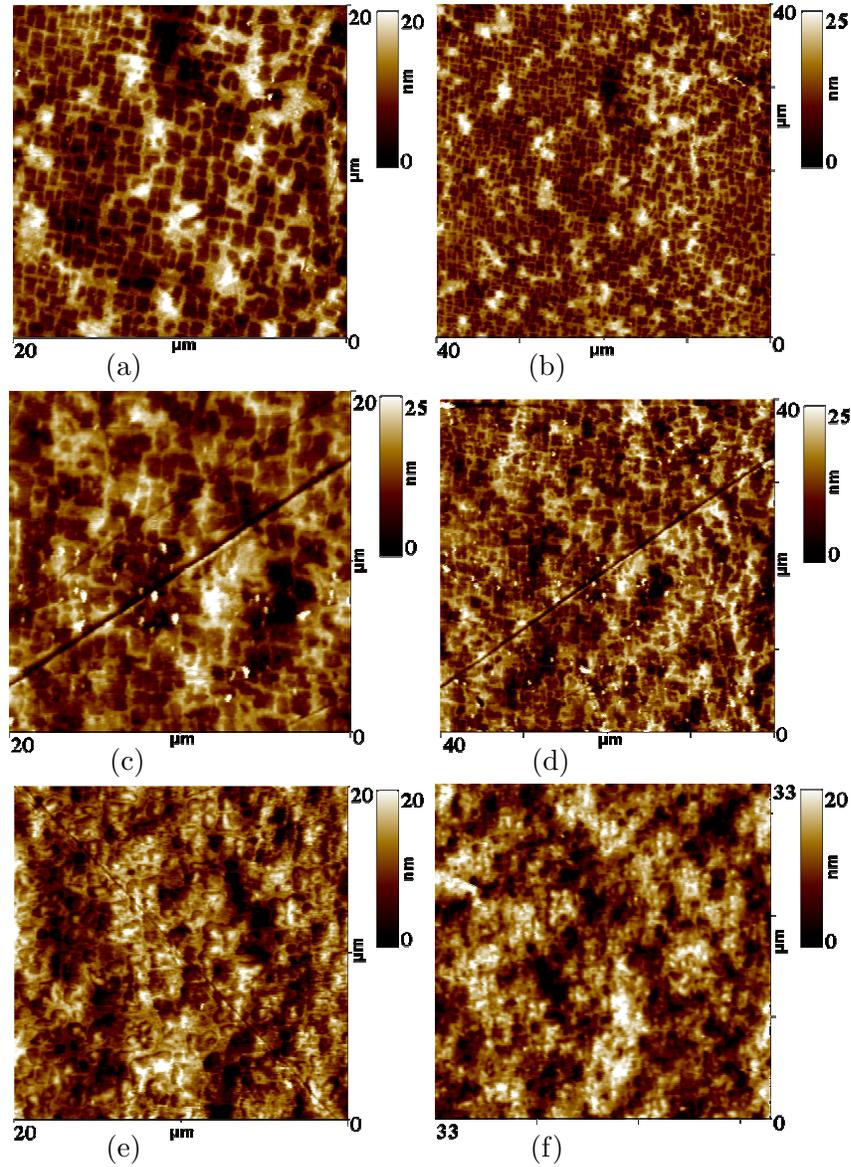


FIG. 4.17 – Images topographiques des surfaces de monocristal polies à la silice colloïdale ( $SiO_2$ ) : a,b) 5 min ; c,d) 10 min ; e,f) 20 min.

|                   | $\nu \in [0,25-32] \mu m^{-1}$ | $\nu \in [0,025-3,2] \mu m^{-1}$ |
|-------------------|--------------------------------|----------------------------------|
| Polissage $SiO_2$ | $\delta = 3,27 \text{ nm}$     | $\delta = 4,2 \text{ nm}$        |
| Durée : 5 min     | $S_\delta = 0,8 \text{ nm}$    | $S_\delta = 0,9 \text{ nm}$      |
| Polissage $SiO_2$ | $\delta = 3,8 \text{ nm}$      | $\delta = 5 \text{ nm}$          |
| Durée : 10 min    | $S_\delta = 0,9 \text{ nm}$    | $S_\delta = 1 \text{ nm}$        |
| Polissage $SiO_2$ | $\delta = 3,8 \text{ nm}$      | $\delta = 5,5 \text{ nm}$        |
| Durée : 20 min    | $S_\delta = 0,9 \text{ nm}$    | $S_\delta = 1,2 \text{ nm}$      |

TAB. 4.8 – Valeurs moyennes de rugosité rms  $\delta$  et l'écart type  $S_\delta$  pour les trois durées de polissage à la silice colloïdale ( $SiO_2$ ).

## 4.8 Calcul de la surface développée et son intérêt pour la métrologie des surfaces

Dans la métrologie de masse, les phénomènes d'adsorption d'eau sur la surface d'un étalon tiennent une place particulière compte tenu de son influence sur les variations de sa masse qui sont corrélées aux fluctuations de l'humidité relative de l'air ambiant. La masse surfacique d'eau adsorbée sur la surface dépend de l'humidité de l'air mais aussi de l'état de surface et de ses propriétés statistiques comme la rugosité  $rms \delta$  et la longueur de corrélation  $\sigma$ . Par exemple, la concentration des particules d'eau adsorbées sur une bosse est bien différente que dans un creux. Donc, quand il s'agit de déterminer l'épaisseur de couche d'eau adsorbée, la surface engendrée par les aspérités de cette dernière et ce qu'on appellera par la suite "surface développée" est importante à déterminer.

En 1988, Kuzmin et ses collègues [124] se sont intéressés à la détermination de la correction correspondant à l'adsorption de vapeur d'eau qu'il faut appliquer lors d'une comparaison de masses. Pour cela, ils proposent une expression donnant la masse corrigée  $m$  d'un étalon (mesure dans le vide).

$$m = m_0 + S_0 \cdot \mu(h, t) \quad (4.1)$$

$m_0$  est la masse de l'étalon sans vapeur d'eau adsorbée,

$S_0$  est la surface de l'étalon,

$\mu(h, t)$  est la masse surfacique de la couche d'eau adsorbée en fonction de l'humidité relative et de la température  $t$ .

Le deuxième terme de l'expression 4.1 représente la masse due à la vapeur d'eau adsorbée  $m_{eau}$ . Donc :

$$\frac{m_{eau}}{\rho_{eau}} = V_{eau} = S_0 \cdot e_{eau} \quad (4.2)$$

avec:  $\rho_{eau}$  est la masse volumique de l'eau,

$V_{eau}$  est le volume de la couche d'eau adsorbée,

$e_{eau}$  est l'épaisseur du couche d'eau adsorbée sur la surface.

Dans le cas de la comparaison de deux masses d'alliage différent, un étalon en acier inoxydable de masse  $m_k$  et un prototype en Pt-Ir de masse  $m_s$  (mesure dans l'air) [124, 125] :

$$\Delta m = m_{0_s} - m_{0_k} + (S_{0_s} \cdot \mu_s(h, t) - S_{0_k} \cdot \mu_k(h, t)) + \rho_a \cdot (V_s - V_k) \quad (4.3)$$

$m_{0_s} - m_{0_k}$  est la différence de masse mesurée sans vapeur d'eau adsorbée,

$V_s$  et  $V_k$  sont respectivement les volumes du prototype et de l'étalon secondaire,

$S_{0_s}$  et  $S_{0_k}$  sont respectivement la surface du prototype et de l'étalon secondaire,

$\mu_s(h, t)$  et  $\mu_k(h, t)$  sont respectivement la masse surfacique d'eau adsorbée par le prototype et l'étalon secondaire.

Le deuxième terme de l'expression 4.3 est la différence de masse due à la vapeur d'eau adsorbée sur la surface des deux étalons. Le troisième terme prend en compte la poussée de l'air.

Kochsiek [126] a étudié les variations de la masse surfacique d'eau adsorbée sur divers matériaux en fonction du taux d'humidité de l'air (Fig. 4.18). Concernant la surface  $S_0$  de l'étalon, nous proposons de la remplacer par sa surface développée  $S_D$  qui permet de prendre en considération la rugosité  $rms \delta$  ainsi que la longueur de corrélation  $\sigma$  de la surface de l'étalon.

Nous avons utilisé la discrétisation expérimentale fixée par la surface balayée  $L^2$  et le nombre

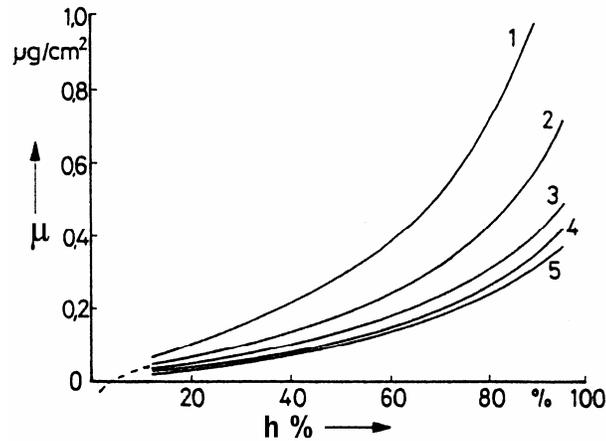


FIG. 4.18 – Masse surfacique d'eau adsorbée sur divers matériaux en fonction du taux d'humidité de l'air. (1) aluminium 99, (2) laiton 63, (3) nickel cuivre, (4) platine iridié 90/10, (5) acier X 5 CrNi 189. (d'après la référence [126])

de points  $N^2$  pour calculer la surface décrite par la sonde (surface développée). Ceci est effectué directement à partir des images topographiques réalisées avec plusieurs domaines de balayage sur des zones distribuées régulièrement sur toute la surface des deux faces du disque en Pt-Ir du BIPM. Signalons que la détermination de la surface développée n'est qu'une estimation à partir des mesures topographiques. Les résultats sont représentés dans un premier temps sous forme de graphiques illustrant l'écart entre la surface calculée "développée" et celle mesurée, en fonction de la rugosité  $rms \delta$  et la longueurs de corrélation  $\sigma$  pour les deux faces du disque (Fig. 4.19).

Nous constatons à partir de la figure 4.19 que l'écart entre la surface développée et celle mesurée ( $S_D - S_{mes}$ ) augmente en moyenne avec la rugosité  $rms \delta$  et il diminue avec la longueur de corrélation  $\sigma$ . Les paramètres  $rms \delta$  et  $\sigma$  caractérisent la rugosité suivant une direction perpendiculaire à la surface pour le premier et une direction parallèle pour le second, leur rapport  $\delta/\sigma$  renseigne d'une certaine manière sur la pente moyenne des aspérités [6]. Aux vues des résultats présentés dans la figure 4.19, nous voyons l'intérêt de représenter l'écart relatif entre  $S_D$  et  $S_{mes}$  en fonction de  $\delta$  et  $\sigma$  ainsi que du rapport  $\delta/\sigma$  (Fig. 4.20). Sur la figure 4.20, le point de calcul qui présente un écart relatif de 0,22% (point écarté des autres) correspond à une image de  $L^2 = (4 \times 4) \mu\text{m}^2$  avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points ainsi que les points qui présentent une dispersion d'écart relatif correspondent à des images de  $L^2 = (10 \times 10) \mu\text{m}^2$  avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points. En revanche, les petits écarts relatifs obtenus correspondent à des images de  $L^2 = (40 \times 40) \mu\text{m}^2$  et  $L^2 = (50 \times 50) \mu\text{m}^2$  avec le même nombre de points. Donc, nous constatons que les petits détails de la surface (hautes fréquences spatiales) augmentent l'écart relatif plus que les grands détails (basses fréquences spatiales).

Comparons maintenant les deux faces de disque, nous remarquons que l'écart relatif associé à la face polie est plus dispersé que celui associé à la face usinée. En revanche, en moyenne les deux faces présentent un écart relatif de même ordre de grandeur.

Malgré le petit écart relatif observé, nous pensons qu'il est significatif et cette étude mérite d'être approfondie en calculant la surface développée pour d'autres types de surface et en fonction des fréquentielles spatiales.

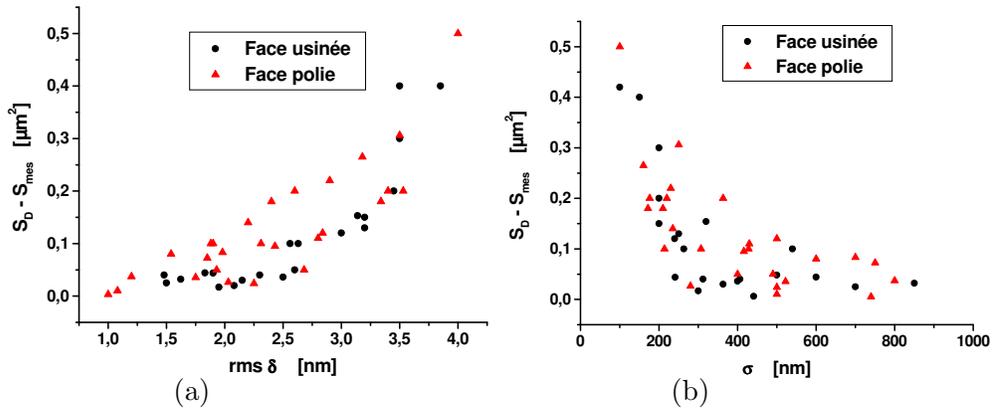


FIG. 4.19 – a) Écart entre la surface développée et la surface mesurée en fonction de la rugosité  $rms \delta$ . b) Écart entre la surface développée et la surface mesurée en fonction de la longueur de corrélation  $\sigma$ . Le calcul est effectué à partir des images topographiques ayant des domaines de balayages  $L^2$  de  $(4 \times 4) \mu m^2$ ,  $(10 \times 10) \mu m^2$ ,  $(40 \times 40) \mu m^2$  et de  $(50 \times 50) \mu m^2$  avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points.

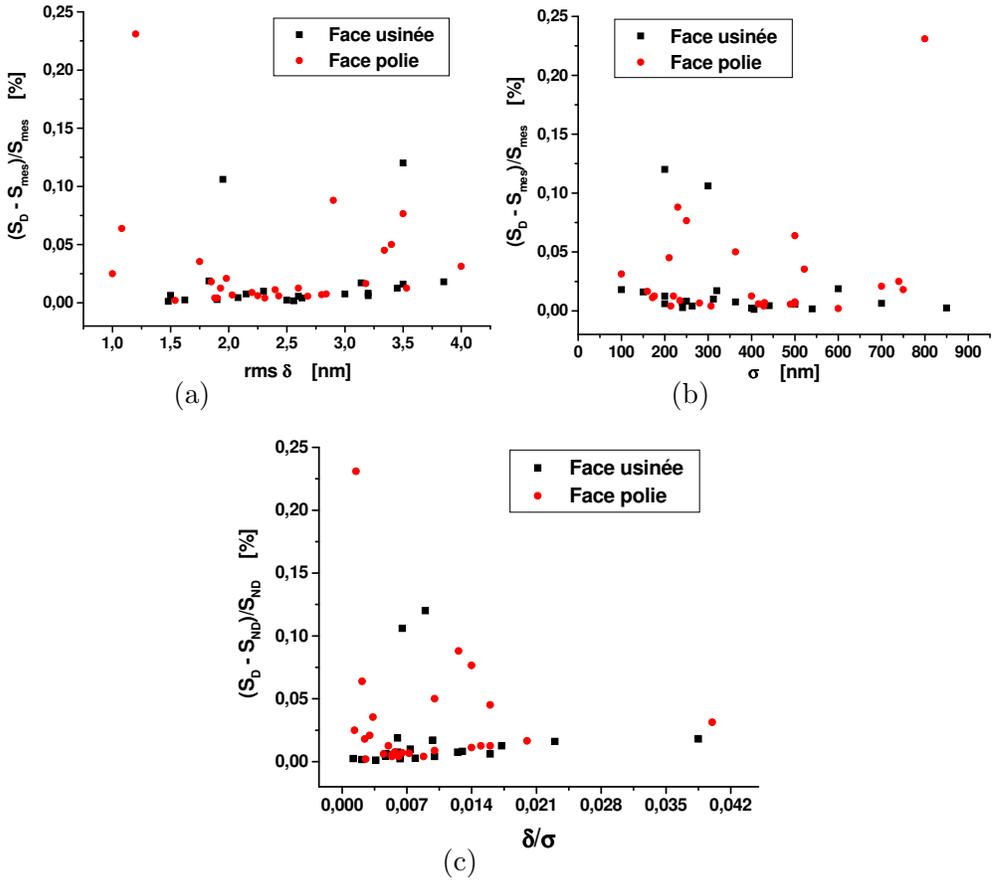


FIG. 4.20 – a, b et c) Écart relatif en fonction de  $rms \delta$ ,  $\sigma$  et du leur rapport  $\delta/\sigma$ .

## 4.9 Conclusion

Nous avons consacré cette étude expérimentale à la caractérisation des deux faces d'un disque en platine iridié (90% de platine et 10% d'iridium), fourni par le BIPM. Les deux faces ont été polies selon deux techniques différentes. Usinées au préalable au tour à l'aide d'un outil à pointe de diamant, l'une seulement a subi ensuite un polissage supplémentaire manuel à la pâte diamantée. Trois techniques ont été choisies pour caractériser ces deux surfaces : le *ShFM*, le rugosimètre optique, le réflectomètre X.

La plupart des paramètres statistiques et physiques caractérisant la qualité de surface (les images topographiques, la fonction d'autocorrélation, la distribution des hauteurs, la rugosité  $rms\ \delta$  et la densité spectrale de puissance) sont déterminés au moyen de *ShFM*. Pour les mesures optiques et en réflectométrie X, seule la  $dsp$  et la rugosité  $rms\ \delta$  sont déterminées.

Comparons les deux méthodes de polissage à partir des images topographiques et des distributions des hauteurs : nous pouvons clairement observer la différence entre les deux surfaces du disque. Nous avons montré, à partir des distributions des hauteurs, que le modèle gaussien représente mieux une surface polie avec de la pâte diamantée qu'une surface usinée à l'outil diamant. Cependant, en comparant la rugosité  $\delta$  des deux surfaces, nous constatons que celles-ci semblent avoir des états de surface voisins malgré des polissages différents : tous les résultats ont donné des valeurs comparables de rugosité  $\delta$  (aux incertitudes près). Ceci signifie que la rugosité est une valeur qui dépend principalement de la bande de fréquence spatiale correspondant aux mesures. Cela paraît évident à travers les mesures de *ShFM*, où la rugosité déterminée dans trois fenêtres de fréquence spatiale était trouvée différente. D'ailleurs  $rms\ \delta$  est légèrement plus grand dans le cas de la surface usinée pour des basses fréquences spatiales.

En ce qui concerne la fonction d'autocorrélation, les ondulations observées pour la surface usinée indiquent au moins trois types de défauts pseudo-périodiques, avec une période spatiale autour de  $7\ \mu m$ . Pour la surface manuellement polie, les étapes successives de polissage ont estompé certaines des ondulations observées, comme cela apparaît sur la fonction d'autocorrélation qui présente seulement un pic de corrélation positive autour de  $15\ \mu m$ . Ceci pourrait être corrélé avec l'espacement moyen entre les trous observés sur l'image topographique.

Une caractérisation complète de la surface est effectuée en comparant les densités spectrales de puissance ( $dsp$ ). En effet, en comparant leurs  $dsp$ , on note que les surfaces ont une rugosité du même ordre de grandeur (sur une gamme étendue de fréquences spatiales) ; cependant les défauts qui contribuent d'une façon prépondérante aux spectres de rugosité n'appartiennent pas à la même fenêtre fréquentielle, selon le processus de polissage. On observe ces différences sur toutes les  $dsp$  des trois techniques de caractérisation, dont les mesures avaient montré un bon accord malgré leurs différences : résolutions latérale et verticale, intervalle de fréquences spatiales accessibles à chaque technique, aire du site exploré, ...).

Toutes les mesures montrent que les étapes de polissage supplémentaire ne réduisent pas autant que prévu la rugosité de la surface initialement usinée à l'outil de diamant. Pour la surface usinée aussi bien que la surface polie, la rugosité  $rms\ \delta$  est environ de  $3\ nm$ . Cependant, le procédé de polissage induit quelques variations sur le spectre de rugosité selon le domaine de fréquence spatiale (plus bas ou plus haut que  $0,7\ \mu m^{-1}$ ). Donc, le polissage réduit l'amplitude des aspérités d'environ 20% pour des fréquences spatiales en-dessous de  $0,7\ \mu m^{-1}$ , mais en même temps, il contribue à l'augmentation de la rugosité jusqu'à 41% pour des fréquences spatiales plus élevées que  $0,7\ \mu m^{-1}$ .

Les inhomogénéités de surface contribuent particulièrement au vieillissement des étalons de masse qui augmentent les phénomènes de dégazage et d'absorption sur la surface. Les variations de

masse dépendent des conditions de conservation et principalement de l'état de surface, donc il est important de contrôler la qualité de surface. **Afin d'obtenir des surfaces en platine iridié non rayées et sans trous, il est souhaitable de procéder à un polissage à la pâte diamantée avec des grains finals de 1  $\mu m$  en réglant la pression exercée sur la surface durant le polissage.**

Dans ce chapitre, nous avons effectué également une étude sur les états de surface du super-alliage monocristallin à base de nickel en fonction du polissage. Pour cette étude, nous avons utilisé deux types d'abrasifs différents :

- une suspension d'alumine acide ( $Al_2O_3$ ),
- une silice colloïdale basique ( $SiO_2$ ).

Nous avons constaté que l'emploi de l'alumine avec augmentation de la durée de polissage a amélioré la morphologie de la surface et a diminué sa rugosité. Mais son action mécanique peut être néfaste pour la rugosité et peut conduire à une dégradation de la morphologie de la surface si le polissage est fortement prolongé au-delà de 25 minutes.

En revanche, la silice colloïdale a ajouté une activité chimique à l'abrasion mécanique, grâce au pH basique de la suspension utilisée (entre 9 et 10). Si l'emploi de la silice colloïdale conduit à des paramètres de surface moins homogènes que le polissage à l'alumine, son action apparaît plus efficace sur la suppression des rayures. Nous constatons également que les deux abrasifs conduisent à des états de surface dégradés lors d'un polissage prolongé : l'homogénéité diminue et la rugosité augmente. **Afin de supprimer les rayures et d'obtenir une surface homogène à faibles rugosité, il serait intéressant d'enchaîner un polissage à la silice colloïdale très court puis un polissage à l'alumine.**

Concernant la méthode de nettoyage-lavage, nous constatons que le nettoyage-lavage ultrasonique dans l'éthanol est le mieux adapté au superalliage monocristallin à base de nickel pour enlever les contaminants répartis à la surface de l'échantillon.

En ce qui concerne le calcul de la surface développée, pour le disque en platine iridié du BIPM, nous avons observé un faible écart relatif entre la surface développée et celle mesurée. Malgré ce petit écart relatif, nous pensons que cette étude mérite d'être approfondie en calculant la surface développée pour d'autres types de surface et la discuter par rapport aux mesures d'adsorption.

Dans le prochain chapitre, nous menons une étude expérimentale de la formation des images optiques du champ proche au voisinage de surface éclairées en réflexion externe.

---

## Chapitre 5

# Étude du champ proche optique au voisinage de surfaces éclairées en réflexion externe

Les résultats obtenus en microscopie optique en champ proche reflètent l'interaction d'un champ électromagnétique avec la surface étudiée. Cette interaction se traduit non seulement par les champs réfléchis et diffusés loin de l'objet éclairé, mais aussi par le champ évanescent. Les mesures effectuées consistent à détecter le champ proche à l'aide d'une fibre optique taillée en pointe. La technique utilisée est la microscopie en champ proche optique avec asservissement de type *shear-force*, présentée dans le deuxième chapitre. Nous rappelons que cette technique fournit simultanément deux images de la surface : topographique pour l'une et optique en champ proche pour l'autre. Nous obtenons ainsi des images du champ diffusé par la surface, qui contiennent des informations à la fois sur la topographie et sur les variations des propriétés optiques de cette surface. Signalons toutefois que l'intensité du champ électromagnétique capté par la sonde au voisinage de la surface est sensible à divers paramètres, optiques comme la longueur d'onde  $\lambda$ , la polarisation (polarisation transversale électrique : TE, polarisation transversale magnétique : TM) du faisceau lumineux incident, l'angle d'incidence, et géométriques liés à la sonde comme sa taille et sa forme, son caractère monomode ou multimode, métallisée ou non-métallisée, ainsi que la distance qui la sépare de la surface.

Au cours de ce chapitre nous discuterons dans un premier temps l'effet de l'angle d'incidence sur le signal capté par la sonde en champ proche. Nous nous intéressons particulièrement à l'inversion de contraste observée sur les images optiques en champ proche en fonction de la distance pointe-surface. Dans l'interprétation des images optiques nous allons prendre en considération le phénomène de la diffraction de la lumière au voisinage de la surface ainsi que les interférences qui peuvent se manifester entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi. Nous allons également tenir compte de la figure de *speckle* qui traduit la diffusion du champ par chaque aspérité de la surface qui va interférer avec le champ diffusé par les aspérités voisines.

Nous allons ensuite étudier la répartition d'intensité en champ proche optique mesurée avec trois types de sonde, au-dessus d'un objet simple constitué d'une tranchée rectangulaire gravée sur un substrat de silicium éclairé en réflexion externe en polarisation TE ou TM. L'échantillon est réalisé au laboratoire SiNaPS du Grenoble. Puis nous présentons une étude numérique effectuée à l'aide d'une méthode intégrale volumique 2D développée par *Anne Sentenac* [127]. Le calcul numérique sera effectué avec les deux types de polarisation à plusieurs distances d'observation

au-dessus d'un objet 2D rectangulaire éclairé en réflexion externe.

## 5.1 Inversion de contraste et structure des franges d'interférence observées

L'échantillon est un wafer en silicium dont le diamètre est de 52 mm et de 300  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, il présente une rugosité moyenne  $rms \delta = 1 \text{ nm}$ . L'état de la surface sur laquelle les mesures sont effectuées est représenté par une image topographique obtenue en *ShFM* (Fig. 5.1a). Son indice de réfraction est  $n = 3,882$  pour une longueur d'onde  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ . L'échantillon est éclairé en réflexion externe avec une source laser de longueur d'onde  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$  et de puissance de 15 mW, la configuration d'éclairage est représentée schématiquement par la figure 5.1b. La géométrie que nous utilisons (Fig. 5.1b) est peu utilisée pourtant elle possède de nombreux avantages. Elle permet par exemple l'étude d'échantillons non transparents. Elle permet également des observations aussi bien dans le proche voisinage d'une surface que loin de cette dernière. En

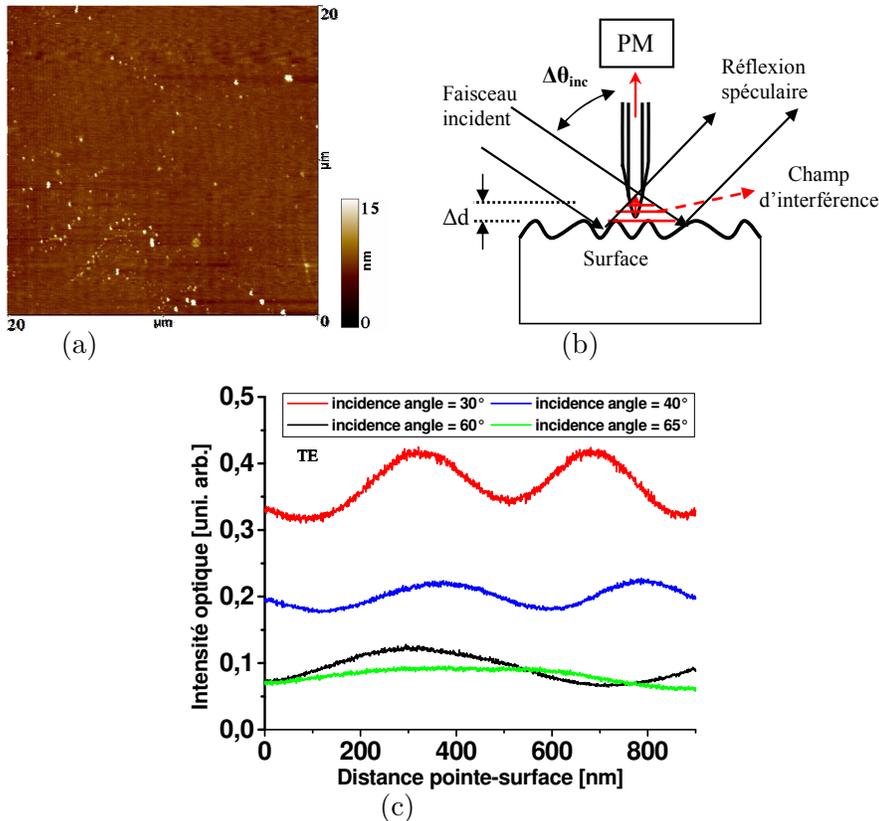


FIG. 5.1 – Échantillon en silicium: a) image topographique relative au site sur lequel les mesures ont été effectuées, b) représentation schématique de la détection de champ proche optique par la sonde avec  $\Delta d$  la variation de la distance pointe-surface et  $\Delta\theta_{inc}$  la variation de l'angle d'incidence, c) variation de l'intensité optique en TE captée par une sonde monomode non métallisée en fonction de la distance pointe-surface pour quatre angles d'incidence.

éclairant la surface par un faisceau lumineux monochromatique chaque aspérité de la surface va générer en son voisinage un champ électromagnétique sous forme propagative et évanescente. La

figure 5.1c présente dans le cas de polarisation TE, une variation de l'intensité optique captée par une sonde monomode non-métallisée en fonction de la distance pointe-surface ( $d$ ) pour plusieurs angles d'incidence ( $\theta_{inc}$ ). Ces courbes montrent la dépendance du signal optique capté par la sonde en fonction d'une part de la position de la sonde au-dessus de la surface et d'autre part de l'angle d'incidence. L'intensité détectée par la sonde oscille périodiquement autour d'une valeur moyenne en fonction de la distance qui sépare la sonde de la surface. La période des oscillations dépend de l'angle d'incidence comme le montre la figure 5.1c. Les franges observées résultent de l'interférence du champ incidence  $\mathbf{E}_i$  et du champ réfléchi  $\mathbf{E}_r$ . Selon l'approximation du dipole passif, la réponse de la sonde  $S(\mathbf{r})$  est proportionnelle à la moyenne temporelle du carré du champ électrique au bout de la sonde et il peut être exprimée sous la forme [100] :

$$S(\mathbf{r}) \propto \frac{1}{2} \|\mathbf{E}_i(\mathbf{r}) + \mathbf{E}_r(\mathbf{r}) + \mathbf{E}_d(\mathbf{r})\|^2 \quad (5.1)$$

Le faisceau incident est caractérisé par sa longueur d'onde  $\lambda$  et son angle d'incidence  $\theta_{inc}$  qui n'est pas connu avec précision. Alors, l'angle mesuré  $\theta_{mes} = \theta_{inc} - \theta_{incl}$  est l'angle d'incidence mesuré par l'expérimentateur qui ne connaît pas l'angle d'inclinaison  $\theta_{incl}$  de la surface par rapport au plan de balayage. Ce dernier contient également l'incertitude expérimentale de mesure de l'angle d'incidence. Comme nous n'avons pas mesuré  $\theta_{incl}$ , nous allons le déterminer à partir de la variation de l'intensité optique captée par la sonde (Fig. 5.1c). Les interférences observées sur la figure 5.1c ont une interfrange selon la direction normale à la surface qui est :

$$i = \frac{\lambda}{2\cos(\theta_{inc})} \quad (5.2)$$

Pour un angle d'incidence mesuré  $\theta_{mes}$  de  $30^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $60^\circ$ , l'interfrange  $i_{mes}$  mesuré à partir des courbes de l'intensité optique de la figure 5.1c est respectivement voisin de 375 nm, 430 nm et 740 nm. En remplaçant ces interfranges dans l'expression 5.2 nous obtenons un angle d'incidence réel  $\theta_{inc}$  de  $33^\circ$ ,  $43^\circ$  et  $65^\circ$  correspondant respectivement à  $\theta_{mes} = 30^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $60^\circ$ . Donc on trouve trois angles d'inclinaison  $\theta_{incl} = 3^\circ$ ,  $3^\circ$  et  $5^\circ$  relatifs aux trois angles d'incidence réels. Signalons que ces valeurs contiennent à la fois l'angle d'inclinaison de la surface par rapport au plan de balayage et l'incertitude de la mesure de l'angle d'incidence par l'expérimentateur.

Sur un autre endroit de l'échantillon, nous avons effectué des mesures optiques en fonction de la distance pointe-surface. La figure 5.2a présente dans les deux polarisations TE et TM, la variation de l'intensité optique captée par la sonde en fonction de la distance pointe-surface pour un angle d'incidence mesuré  $\theta_{mes} = 45^\circ$  et une longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm. L'incidence n'est sans doute pas de  $45^\circ$  car en polarisation TM, il ne peut y avoir d'interférences. Quand l'angle d'incidence est de  $45^\circ$  et la polarisation du champ incident est TM, alors  $\mathbf{E}_i(\mathbf{r})$  et  $\mathbf{E}_r(\mathbf{r})$  sont perpendiculaires. Nous ne devrions pas avoir de frange d'interférence. En revanche, la figure 5.2a montre une faible variation d'intensité optique en TM, ce qui prouve que l'angle d'incidence n'est pas à  $45^\circ$  mais à  $45^\circ + \theta_{incl}$ .

Le SNOM avec régulation *shear-force* permet d'enregistrer une image optique simultanément avec l'image topographique lorsque la sonde balaye la surface à distance constante comme il est décrit dans le chapitre 2. Les aspérités de la surface qui apparaissent sur l'image topographique (Fig. 5.2b) sont le reste des grains de polissage qui n'ont pas été éliminés par le processus du nettoyage-lavage. Nous précisons que dans toutes les images optiques présentées dans ce chapitre, le niveau de base est supprimé. Donc, la variation du signal optique autour d'un niveau moyen est uniquement représentée. L'image optique de la figure 5.2c est obtenue à une distance

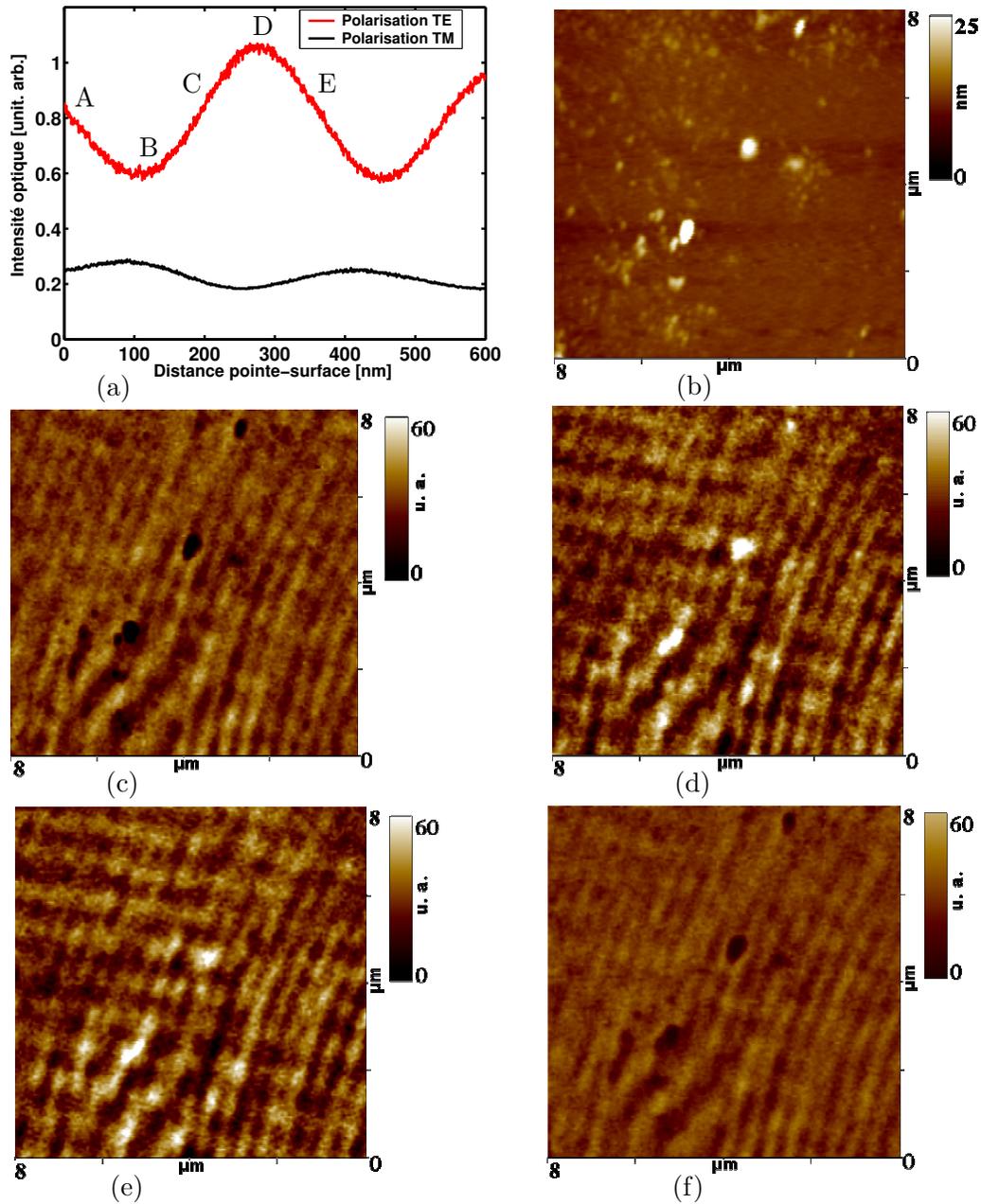


FIG. 5.2 – Échantillon en silicium : (a) variation d'intensité optique captée par une sonde mono-mode non-métallisée, en fonction de la distance pointe-surface pour  $\theta_{mes} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$  en polarisation TE et TM; (b) image topographique de la surface du site exploré sur l'échantillon ( $8 \times 8 \mu\text{m}^2$ ) avec  $256 \times 256$  points de mesure; (c) image optique en champ proche en polarisation TE obtenue simultanément avec l'image topographique, (d-f) images optiques en TE obtenues pour 200 nm, 270 nm et 350 nm de distance pointe-surface. Les images optiques donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 900 en unit. arb..

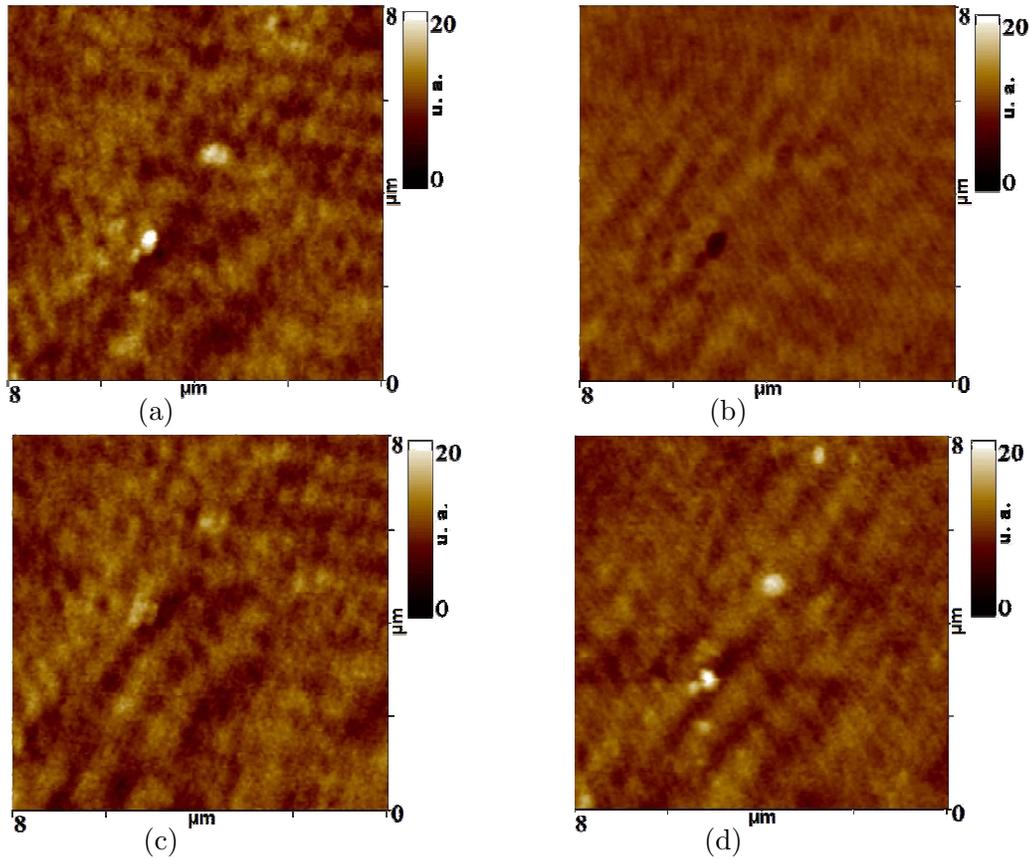


FIG. 5.3 – Échantillon en silicium: (a) image optique en champ proche en polarisation TM obtenue simultanément avec l'image topographique, (b-d) images optiques en TM obtenues pour 200 nm, 270 nm et 350 nm de distance pointe-surface. Les images optiques donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 56 en unit. arb.

de l'ordre de 5 nm. Arrêtons nous quelques instants sur cette figure et comparons la à l'image topographique. On note tout d'abord que les petites structures qui apparaissent en bosse sur la topographie (Fig. 5.2b) apparaissent en creux sur l'image optique en TE (Fig. 5.2c) et en bosse sur l'image optique en TM (Fig. 5.3a). On retrouve ici un phénomène rencontré en microscopie optique en champ proche dans d'autre configuration [131]. Nous reviendrons sur l'origine de cette inversion de contraste dans la suite du manuscrit. On note aussi sur l'image optique en TE des oscillations latérales qu'on peut attribuer à des interférences dues à une réflexion parasite. En revanche, ces oscillations disparaissent en TM. Revenons à l'inversion de contraste entre la topographie et l'image optique. Comme on peut le voir sur les courbes (Fig. 5.2a), le signal réfléchi et diffusé par la surface est très important, la variation du signal associée au champ proche est peu visible sur les courbes d'approche. Lorsque la sonde se déplace devant par exemple une aspérité, au moment où elle se situe au-dessus de l'aspérité elle se recule comme il est montré dans la figure 2.9 au chapitre 2. De ce fait elle s'éloigne du plan moyen qui définissait l'origine des interférences et du signal diffusé par l'ensemble des aspérités de la surface. Un recul de 25 nm, correspond à une chute de l'intensité optique en TE de 80 en unité arbitraire (Fig. 5.2c) et une augmentation de l'intensité optique en TM de 20 en unité arbitraire (Fig. 5.3a). On décrit

une portion des courbes de l'intensité optique en TE et en TM en fonction de la distance au voisinage du point A (Fig. 5.2a).

Les images optiques des figures 5.2d-f et 5.3b-d sont obtenues en mode *interleave* (mode d'acquisition décrit dans le chapitre 2) où la sonde suit toujours le relief de la surface mais avec un décalage en  $z$ , qui est des 200 nm, 270 nm et 350 nm. Prenons le cas des figures 5.2d en TE et 5.3b en TM, images optiques obtenues à 200 nm de la surface. Lorsque la sonde passe au-dessus d'une aspérité le signal optique en TE augmente et en TM diminue car l'on est sur un front montant en TE et sur un front descendant en TM de l'intensité détectée en fonction de la distance au voisinage du point C (Fig. 5.2a). Les aspérités de la surface apparaissent sur l'image optique en TE avec le même contraste et en contraste inversé sur l'image optique en TM que sur l'image topographique. Ceci est moins évident en polarisation TM car la pente de la courbe d'intensité optique au point C est moins importante en TM qu'en TE. Les figures 5.2e et 5.3c correspondent au cas où les variations du signal optique passe par un minimum (point B) ou un maximum (point D), dans ce cas lorsque la sonde se recule en passant au dessus d'une aspérité les variations du signal associées aux interférences sont négligeables. À 350 nm de la surface au voisinage du point E, nous sommes sur un front descendant en TE et sur un front montant en TM, les aspérités de la surface apparaissent de nouveau sur l'image optique en TE (Fig. 5.2f) en contraste inverse et avec le même contraste sur l'image optique en TM que sur l'image topographique.

Le niveau du signal associé aux ondes incidente et réfléchie semble assez important. Il est difficile de lire dans les images optiques obtenues à courte distance de la surface une signature nette du champ proche optique qui contiendrait des ondes évanescentes et des ondes propagatives. On note juste que les contours de l'image des aspérités sont mieux définis quand la sonde est près de la surface. Peut-on dire qu'en champ proche la sonde recueille des fréquences spatiales plus élevées qu'en champ lointain? Nous tenterons de répondre à cette question dans la suite du texte.

## 5.2 Etude en champ proche optique de surface en Pt-Ir

L'échantillon est un disque en platine iridié déjà présenté dans le premier paragraphe du chapitre 4. Cette étude est effectuée sur la surface du disque qui a subi un polissage manuel à la pâte diamantée de granulométrie allant de 6  $\mu m$  à 1  $\mu m$ . La surface est éclairée à 45° en réflexion externe avec une longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm. Les images topographiques et optiques en champ proche en polarisation TE et TM obtenues avec le microscope en champ proche optique sous asservissement *shear-force* sont présentées sur les figures 5.4 et 5.5. Les images des deux figures sont obtenues sur deux sites différents de l'échantillon ayant une structure topographique similaire. Nous avons utilisé deux types de sonde durant la mesure: une sonde fabriquée par étirage à chaud à partir d'une fibre optique monomode et une sonde fabriquée par attaque chimique à partir d'une fibre optique multimode. L'apex de la sonde monomode a un rayon de courbure de l'ordre de 25 nm et celui de la sonde multimode a un diamètre de l'ordre de 150 nm. Les figures 5.4 et 5.5 présentent respectivement les résultats obtenues avec une sonde monomode étirée et une sonde multimode.

En terme de comparaison entre l'image topographique et les images optiques de la figure 5.4, nous observons une forte corrélation entre la structure topographique et les images optiques. Les petits détails de l'image topographique sont visibles sur les images optiques (indiqués par des flèches bleues sur la figure 5.4). Ces derniers apparaissent en contraste inverse sur l'image

optique en polarisation TM par rapport à l'image topographique et on retrouve le même contraste en polarisation TE. Cela est dû au déphasage entre les variations de l'intensité optique en polarisation TE et celles en polarisation TM comme le cas de la figure 5.2a. Nous avons remarqué également que ce déphasage dépend fortement de l'état de surface ainsi que de la forme et du type des défauts sur la surface. En plus, on note sur les images optiques de la figure 5.4 la présence de

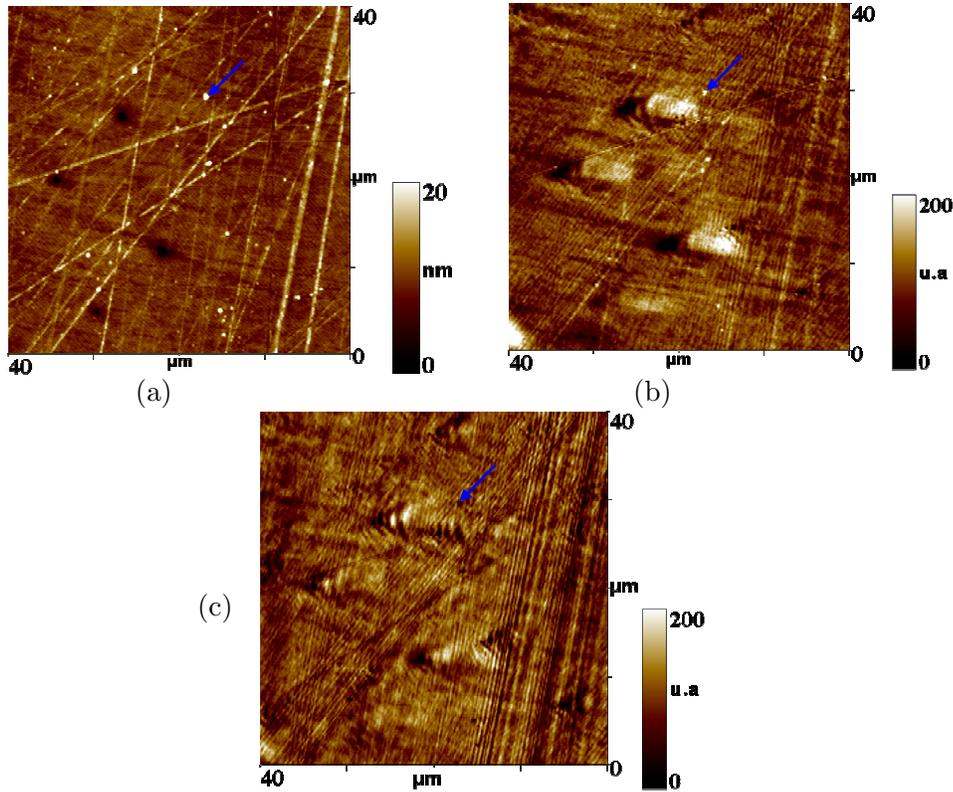


FIG. 5.4 – Images de la surface d'un disque en platine iridié : a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation TE et TM. (L'aire de la surface étudiée est  $L^2 = (40 \times 40) \mu\text{m}^2$ , avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points.). Mesures effectuées avec une sonde monomode non-métallisé. Les images en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport aux niveaux de base de 2300 et 2700 en unité arbitraire, respectivement.

la structure de diffraction par les trous nanométriques observés sur l'image topographique. On observe également une différence notable entre les figures de diffraction par ces trous en TE et en TM. En TE la figure de diffraction présente un maximum d'intensité à droite de chaque trou ce qui n'est pas le cas en TM où on observe des franges sombres et des franges brillantes. Nous constatons également que les rayures observées sur l'image topographique sont plus ou moins visibles sur les images optiques et cela dépend du type de polarisation. En effet, la diffraction par les rayures est liée à la direction du vecteur  $\mathbf{E}_i$  du faisceau incident (perpendiculaire (TE) ou parallèle (TM) au plan d'incidence) par rapport à l'orientation de ces dernières.

En revanche, les résultats obtenus avec une sonde multimode (Fig. 5.5) ne présentent plus aucune corrélation entre l'image topographique et les images optiques. Nous remarquons que les images optiques obtenues avec une sonde multimode sont beaucoup plus difficiles à interpréter que les

images obtenues avec une sonde monomode. Nous observons sur les deux images optiques de

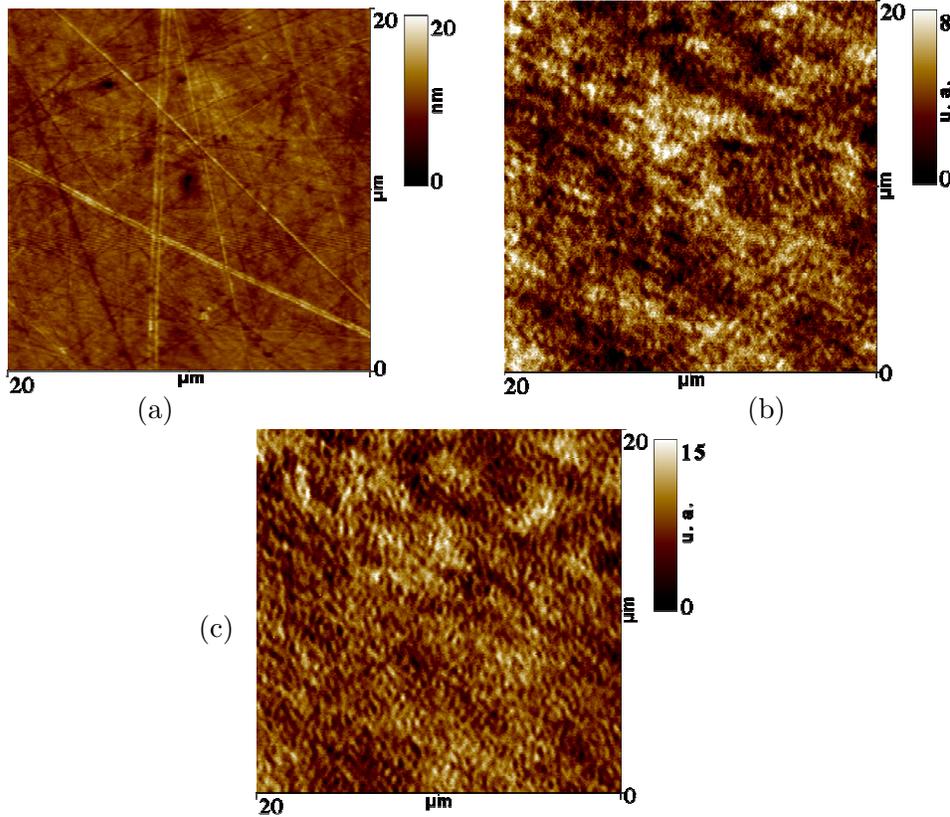


FIG. 5.5 – Images de la surface d'un disque en platine iridié : a- image topographique obtenue en shear-force, b et c sont respectivement les images champ proche en polarisation 'TE' et 'TM'. (L'aire de la surface étudiée est  $L^2 = (20 \times 20) \mu\text{m}^2$ , avec  $N^2 = (256 \times 256)$  points.). Mesures effectuées avec une sonde multimode non-métallisée. Les images en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 1500 en unité arbitraire.

la figure 5.5 une variation de l'intensité optique en champ proche sous forme granulaire. Cette granularité est due à l'interférence entre le champ diffusé par une aspérité et celui diffusé par les aspérités voisines, la figure d'interférence résultante appelée speckle. Ce phénomène sera abordé un peu plus tard.

Nous reviendrons à la comparaison entre les deux sondes. Nous constatons à partir des résultats obtenus avec les deux types de sonde que la nature de la sonde est un élément essentiel qui joue sur la qualité des images optiques obtenues en champ proche car la sonde est sans doute active et modifie la structure du champ proche optique. Comme il est difficile de mener une comparaison quantitative entre les deux types de sondes à partir des images optiques, pour rechercher une autre corrélation entre la topographie et la réponse optique et pour comprendre la différence entre les deux types de sondes, nous allons passer dans l'espace de Fourier en calculant la densité spectrale de puissance à partir des images présentées et d'autres non présentées.

### 5.2.1 Analyse de la densité spectrale de puissance

Nous présentons dans ce paragraphe les courbes de densité spectrale de puissance optique qui décrivent la distribution du signal optique en fonction de la fréquence spatiale. Nous menons une étude avec les deux types de sondes présentées dans le paragraphe précédent. Puis, nous avons effectué une étude avec deux longueurs d'onde et pour deux distances pointe-surface. Nous comparons la forme des courbes des  $dsp$  optiques déterminées directement à partir des images optiques à celles déterminées à partir des images topographiques. Ces mesures sont menées sur l'échantillon présenté dans le paragraphe précédent (disque en platine iridié). La surface est éclairée en réflexion externe avec un angle d'incidence de  $45^\circ$ . Les mesures optiques sont effectuées avec les deux types de polarisation, TE et TM. Nous avons utilisé la méthode de

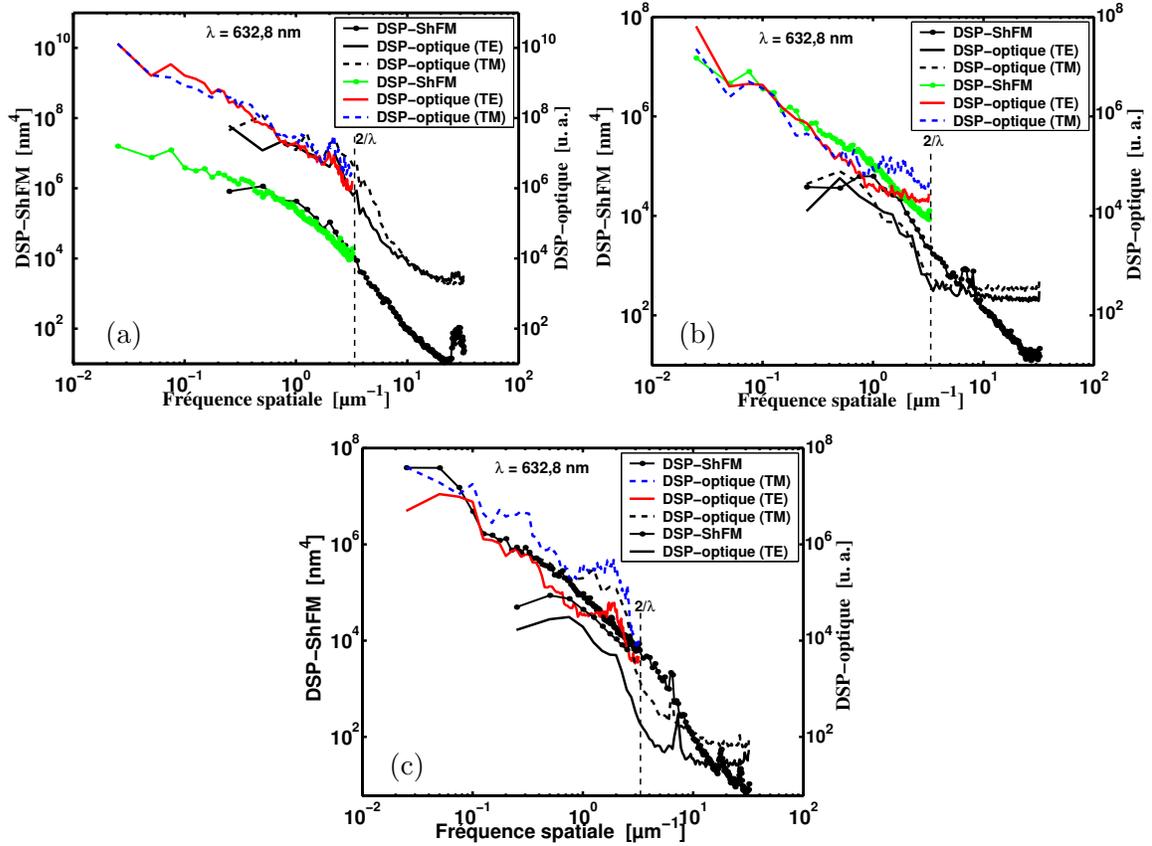


FIG. 5.6 – Densités spectrales de puissance unidimensionnelles déterminées directement à partir des images topographiques et des images optiques en champ proche (images  $(40 \times 40) \mu\text{m}^2$  et  $(4 \times 4) \mu\text{m}^2$ ): a et b) correspondent aux images obtenues avec une **sonde monomode** et c) avec une **sonde multimode**. (Surface en platine iridié éclairée en réflexion externe avec un angle d'incidence  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et une longueur d'onde  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ .)

calcul décrite dans le chapitre 2 pour obtenir les  $dsp$  dans le cas des images topographiques et les images en champ proche optique. Les  $dsp$ -ShFM et les  $dsp$ -optique en TE et TM présentés sur la figure 5.6a sont déterminées directement à partir des images  $(40 \times 40) \mu\text{m}^2$  présentées dans la figure 5.4 et celles  $(4 \times 4) \mu\text{m}^2$  présentées dans le chapitre 2 (Fig. 2.14). Les  $dsp$  présentées dans la figure 5.6b sont déterminées à partir des images topographiques et optiques effectuées

sur une surface rayée exempte des trous nanométriques qui présente une rugosité moyenne plus faible (*rms*  $\delta = 2$  nm). Les *dsp* de la figure 5.6c sont déterminées à partir des images de la surface dont la topographie est présentée par la figure 5.5a. Les images à partir desquelles les *dsp* des figures 5.6a,b et 5.6c ont été déterminées sont obtenues respectivement avec une sonde monomode et une multimode.

En comparant les *dsp-ShFM* et les *dsp-optique* de la figure 5.6, nous pouvons mettre en évidence deux portions délimitées par la fréquence spatiale  $2/\lambda$ .

Pour une sonde monomode (Fig. 5.6a,b), dans la portion inférieure à  $2/\lambda$  nous observons une corrélation entre les *dsp* optiques et topographiques. Ceci reflète d'une certaine manière que les mesures optiques et topographiques dans une fenêtre fréquentielle inférieure à  $2/\lambda$  donnent accès aux mêmes types d'informations sur la surface explorée. Ceci est dû aussi au couplage entre les images topographiques et les images optiques de la surface. En revanche, Dans la portion supérieure à  $2/\lambda$ , on note une différence notable entre les *dsp* optiques et topographiques. Cette différence trouve son origine dans la présence des ondes évanescentes en hautes fréquences spatiales. Dans la figure 5.6a, Il est possible de définir une fréquence de coupure, au-delà de laquelle le niveau de *dsp-optique* décroît exponentiellement. Nous remarquons que le recouvrement entre les *dsp* optiques et topographiques est plus important dans le cas de la figure 5.6b que dans le cas de la figure 5.6a. Le décalage des *dsp-optique* vers le haut dans le cas de la figure 5.6a pourrait être expliqué par l'augmentation de la variation d'intensité optique au voisinage de la surface due à la présence des trous sur la surface explorée. La rupture de pente autour de  $2/\lambda$  est plus marquée sur la figure 5.6b que sur la figure 5.6a. Nous constatons alors que chaque région des spectres apporte des informations relatives à la rugosité multi-échelle de la surface explorée. Donc, la seule différence entre les deux régions est due à la taille des aspérités sur la surface et les informations qu'elles contiennent.

Pour une sonde multimode (Fig. 5.6c), la différence entre les *dsp* optiques et topographiques se fait sentir sur toute la fenêtre fréquentielle spatiale qui s'étale du macroscopique au microscopique. Avec une sonde monomode non-métallisée, nous avons observé une corrélation entre les *dsp* optiques et topographiques pour des fréquences spatiales inférieures à  $2/\lambda$ . En revanche, avec une sonde multimode non-métallisée, nous avons observé très peu de corrélation entre les *dsp* optiques et topographiques pour des fréquences spatiales inférieures à  $2/\lambda$ . Cette différence pourrait être expliquée par le couplage entre le champ électromagnétique au voisinage de la surface et les modes de la fibre (conditions de guidage à l'intérieur de la fibre).

Concernant les *dsp-optique* de la figure 5.6, la rupture de pente autour de  $2/\lambda$  et la forme des courbes dans la région supérieure à cette fréquence met en évidence l'existence des informations complémentaires en optique par rapport à celles obtenues en *ShFM*. Nous précisons que le niveau de bruit de notre système est plusieurs ordres de grandeur inférieure aux variations du signal optique détectées et ceci dans toute la gamme des fréquences spatiales. Ceci confirme les résultats obtenus par Maheswari et al. [134].

Pour confirmer ces résultats, nous avons effectué des mesures optiques en TE et TM sur le même échantillon avec une autre longueur d'onde  $\lambda = 820$  nm et à deux distances pointe-surface (à 5 nm et à 700 nm). Nous avons utilisé pour cette mesure une sonde monomode. Les résultats des mesures sont présentés dans la figure 5.7.

Lorsque l'on compare les courbes de *dsp* à 5 nm de la surface et à 700 nm (Fig. 5.7a,b) on note que les deux courbes sont différentes. À 5 nm on observe une décroissance qui n'est pas constante et qui présente en hautes fréquences spatiales une zone horizontale. Lorsque la sonde s'éloigne à 700 nm de la surface la forme de la courbe évolue de la même façon dans les deux polarisations où on note une réduction de la pente aux basses fréquences spatiales avec une

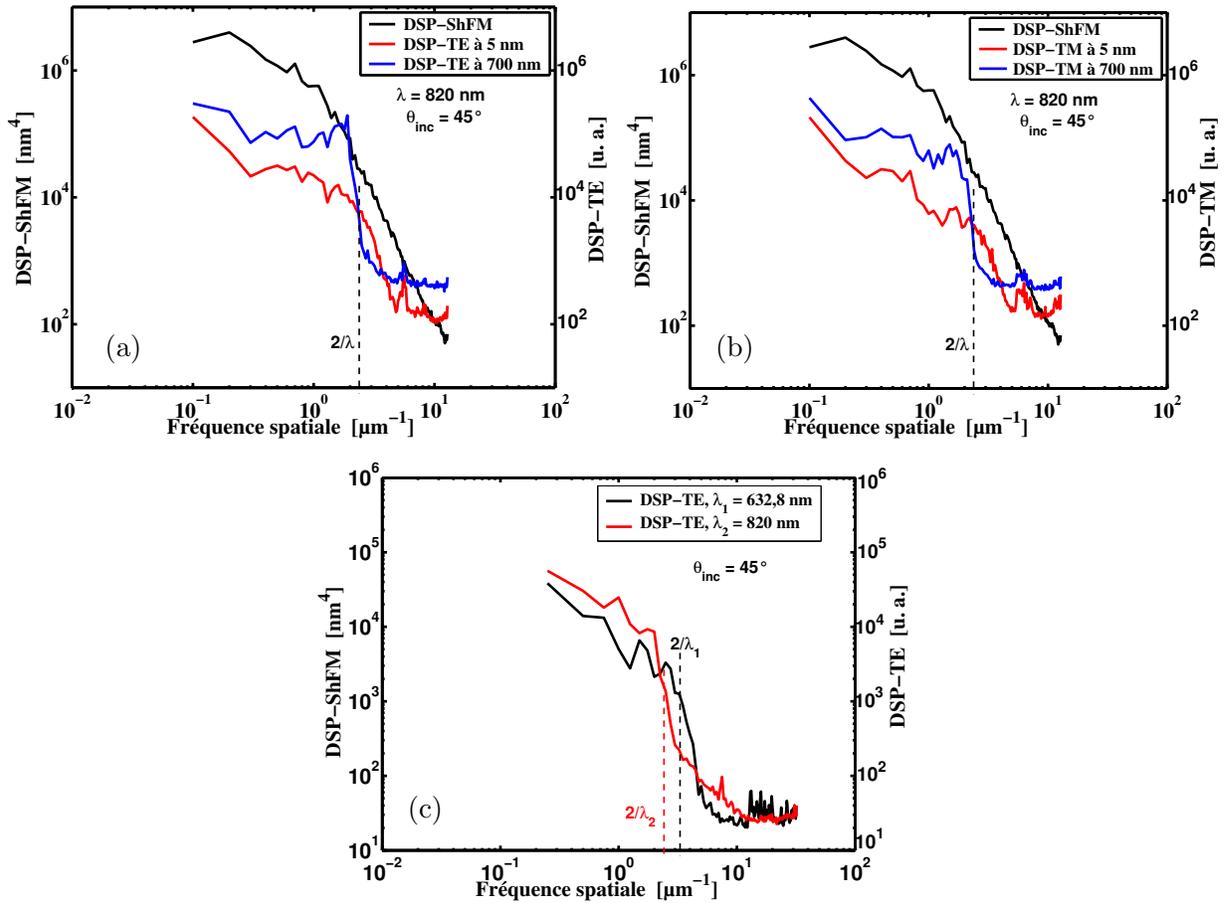


FIG. 5.7 – Densités spectrales de puissance unidimensionnelles déterminées directement à partir des images topographiques et des images optiques en champ proche ; a) en polarisation TE, b) en polarisation TM. Les mesures sont effectuées sur une surface en platine iridié éclairée en réflexion externe avec un angle d'incidence  $\theta_{\text{inc}} = 45^\circ$  et une longueur d'onde  $\lambda = 820 \text{ nm}$  pour deux distance pointe-surface (à 5 nm et à 700 nm). c) dsp en TE avec deux longueur d'onde. (Mesures avec une *sonde monomode*)

rupture de pente brusque pour une fréquence spatiale au voisinage de  $2/\lambda_2$  ( $\lambda_2 = 820 \text{ nm}$ ), avec ensuite une courbe horizontale aux hautes fréquences spatiales.

À 700 nm tout se passe comme si il y avait une redistribution de la *dsp* par rapport à ce qui ce passe à 5 nm. On perdrait des informations hautes fréquences pour en gagner en basses et moyennes fréquences. Pour valider le fait que cette rupture de pente est fonction de la longueur d'onde on a reporté la *dsp* pour  $\lambda_1 = 632,8 \text{ nm}$  et  $\lambda_2 = 820$  (Fig. 5.7c). On note que la rupture de pente se situe à chaque fois à  $2/\lambda$ .

On peut conclure que les images optiques obtenues en champ proche contiennent une proportion d'information haute fréquence spatiale supérieure à celle déterminée en champ lointain. Ces informations correspondent à des structures de taille inférieures à  $\lambda/2$ . Ceci prouve qu'en champ proche on améliorerait la résolution et on peut relier ceci à la détection des ondes évanescentes en champ proche.

### 5.3 Observation du speckle en champ proche

En imagerie optique classique il est possible d'obtenir des structures appelées *speckle* qui traduit le fait que lorsqu'on éclaire une surface rugueuse par un champ ayant un certain degré de cohérence, chaque aspérité de la surface diffuse un champ qui va interférer avec le champ diffusé par les aspérités voisines. L'intensité du champ résultant est une figure d'interférence compliquée appelée *speckle*, nous utilisons également cette appellation en champ proche. Les images obtenues en champ proche et champ lointain avec le SNOM (Scanning Near-field Optical Microscope) ne montrent pas toujours une structure de type *speckle* [18]. On a obtenu une telle structure dans le cas d'une détection avec une sonde multimode non-métallisée. Cette structure de *speckle* en champ proche est visible sous forme granulaire sur les images optiques en polarisation TE et TM de la figure 5.5 déjà présentée dans le paragraphe 5.2 et la figure 5.8 ci-dessous. Les images présentées dans ces deux figures sont obtenues sur le même échantillon (disque en platine iridié) et avec la même sonde (sonde multimode non-métallisée). L'échantillon est éclairé à  $45^\circ$  en réflexion externe avec un faisceau lumineux cohérent ayant une longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm. Signalons que nous avons observé la même structure de *speckle* en champ proche sur toutes les

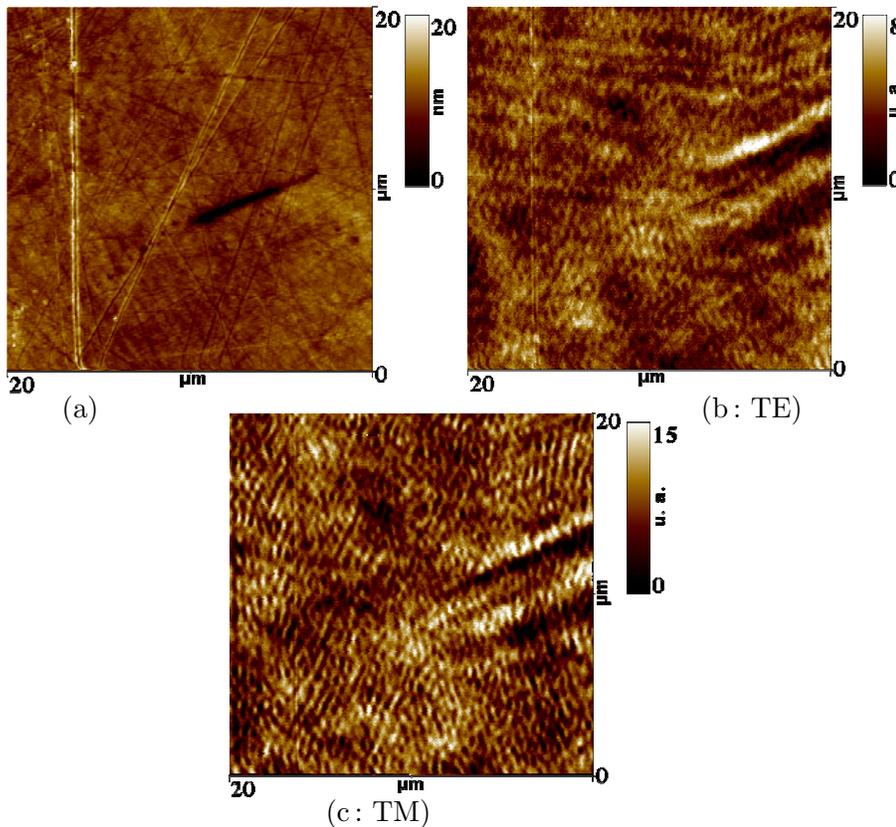


FIG. 5.8 – Structure de speckel observée en polarisation TE et TM. Mesures effectuées avec une sonde multimode non-métallisée. Les images optiques en TE et en TM donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 1500 en unité arbitraire.

images optiques obtenues avec une sonde multimode non-métallisée. En revanche, nous n'avons pas observé de *speckle* en champ proche sur les images optiques pour des surfaces en platine iridie obtenues avec une sonde monomode non-métallisée comme le cas des images optiques de

la figure 5.4 déjà présentée dans le paragraphe 5.2.

*Greffet et Garminati* [130] ont montré dans une étude théorique que le *speckle* en champ proche dépend fortement des propriétés statistiques de la surface ainsi que de la variation d'indice.

Dans la figure 5.9 nous présentons deux images optiques en polarisation TE et TM obtenues sur une microstructure d'un superalliage monocristallin à base de nickel. Le profil de la surface est représenté par une image topographique obtenue en *ShFM* déjà présentée dans le chapitre précédent (Fig. 4.14d) ayant une rugosité moyenne  $rms \delta = 3$  nm. La microstructure du matériau est constitué des précipités  $\gamma'$  et de la matrice  $\gamma$  dont la composition chimique est différente, ce qui provoque une variations d'indice à l'interface  $\gamma'-\gamma$ . Nous observons sur les images optiques de la figure 5.9 d'une part, une corrélation entre la structure topographique (chapitre 4, Fig. 4.14d) et ces images optiques et d'autre part, une figure d'interférence créée par la variation d'indice à l'interface  $\gamma'-\gamma$ . On pourrait assimiler cette figure d'interférence à une structure de *speckle* en champ proche. Cette figure d'interférence est bien différente de celle observé sur les images optiques des figures 5.5 et 5.8. Si on admet que les interférences observés sur les images optiques de la figure 5.9 est une figure de *speckle* en champ proche, nous constatons alors que le contraste de *speckle* est sensible d'une part aux variations d'indice et d'autre part aux propriétés statistiques (rugosité  $rms \delta$  et la longueur de corrélation  $\sigma$ ) de la surface étudiée et ceci conforte ce qui a été établi théoriquement par *Greffet et Garminati* [130].

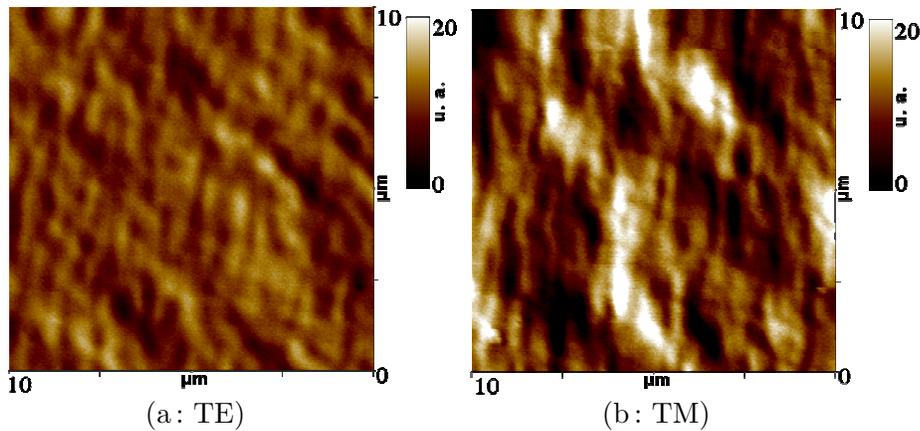


FIG. 5.9 – Images optiques en TE et en TM obtenues sur un superalliage monocristallin à base de nickel. Les images optiques en TE et en TM donnent respectivement les variations du signal optique par rapport à un niveau de base de 50 et 176 en unité arbitraire.

Le *speckle* a été observé également par *Ferrell et al.* en 1992 sur une surface polie de diamant [128] et par *de Fornel et al.* en 1996 [129] avec une configuration PSTM (Photon Scanning Tunneling Microscopy). De plus, *Greffet et Carminati* ont exprimé le lien entre les propriétés statistiques du *speckle* et celle d'une surface rugueuse en utilisant la théorie perturbative [130]. Ils ont démontré théoriquement que le contraste de *speckle* est proportionnel à l'écart-type des fluctuation de hauteurs de la surface. Doubler la rugosité revient à doubler le contraste de *speckle*. Ils ont démontré également qu'une réduction de la cohérence du champ incident engendre une diminution du contraste de la figure de *speckle*.

En 1994 *de Fornel et al.* ont étudié expérimentalement l'évolution du contraste de la figure de *speckle* en fonction de la largeur spectrale de la source utilisée, c'est-à-dire de sa cohérence

temporelle [132].

## 5.4 Étude de la formation des images optiques d'un rail gravé sur substrat plan

Nous avons jusqu'à présent considéré des surfaces ayant une structure plus ou moins aléatoire. Nous allons maintenant considérer un objet structuré afin de mieux interpréter les images obtenues en fonction du type de sonde utilisée.

L'échantillon est une surface plane de silicium sur laquelle est gravé un rail rectangulaire de largeur de 400 nm et de profondeur de 10 nm. La profondeur du rail a été fixée à 10 nm car cette valeur correspond à la profondeur de nombreuses rayures observées sur les surfaces des étalons de masse. L'échantillon est éclairé en réflexion externe par une onde monochromatique ( $\lambda = 632,8$  nm) sous l'incidence  $\theta_{inc} = 45^\circ$ . La sonde est une fibre optique taillée en pointe par attaque chimique ou par étirage à chaud dont les méthodes de fabrication sont décrites dans le chapitre 2. Nous avons étudié les images de l'intensité optique au-dessus de cet objet à plusieurs distances pointe-surface en polarisations TE et TM, avec trois sondes différentes :

- Une sonde non-métallisée fabriquée à partir d'une fibre optique monomode (sonde monomode non-métallisée);
- Une sonde non-métallisée fabriquée à partir d'une fibre optique multimode (sonde multimode non-métallisée);
- Une sonde métallisée fabriquée à partir d'une fibre optique monomode (sonde monomode métallisée).

### 5.4.1 Étude avec une sonde monomode non-métallisée

La figure 5.10 présente une image topographique obtenue en *ShFM* et plusieurs images optiques en polarisation TE et en polarisation TM à plusieurs distances pointe-surface. Les mesures à plusieurs distance pointe-surface sont effectuées en utilisant le mode d'acquisition *interleave* (mode décrit dans le chapitre 2). L'image topographique restitue la forme de l'échantillon.

Pour faciliter l'interprétation des résultats optiques et pour faire apparaître la variation de l'intensité optique nous avons effectué une coupe horizontale selon l'axe X sur les images optiques (Fig. 5.11). La localisation de l'objet est indiqué au bas de la figure 5.11. Les images optiques de la figure 5.10 donnent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base. Ce dernier ainsi que les variations de l'intensité optique sont présentés sur la figure 5.11.

À partir des figures 5.10 et 5.11 nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

◇ L'images optique présente des oscillations qui s'étendent au-delà de l'endroit où se trouve l'objet. Ces oscillations résultent de l'interférence entre le champ incident, le champ réfléchi et le champ diffusé par l'objet.

◇ Avec les deux types de polarisation, à 5 nm de l'objet, il est difficile de dire que les variations d'intensité optique reproduisent fidèlement le profil de l'échantillon. Mais, nous pouvons parler d'une localisation de l'objet qui est associée à un minimum d'intensité optique. Cela est observé pour la polarisation TE et la polarisation TM.

◇ Dans les deux cas de polarisation, la répartition d'intensité autour de l'objet s'élargit lorsque la distance pointe-surface augmente. Ce phénomène a été observé également par *Carminati* en faisant des calculs numériques au-dessus d'un rail rectangulaire déposé sur une surface

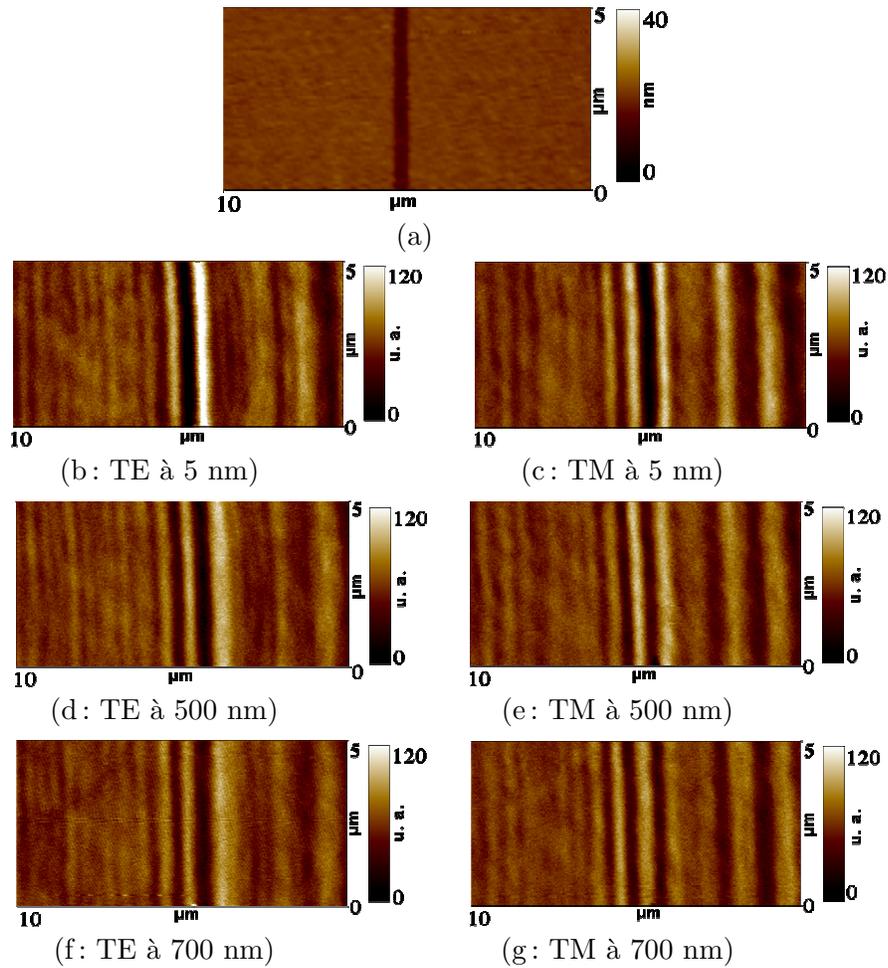


FIG. 5.10 – a) Image topographique de l'échantillon. b-g) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une sonde non métallisée monomode. Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm.

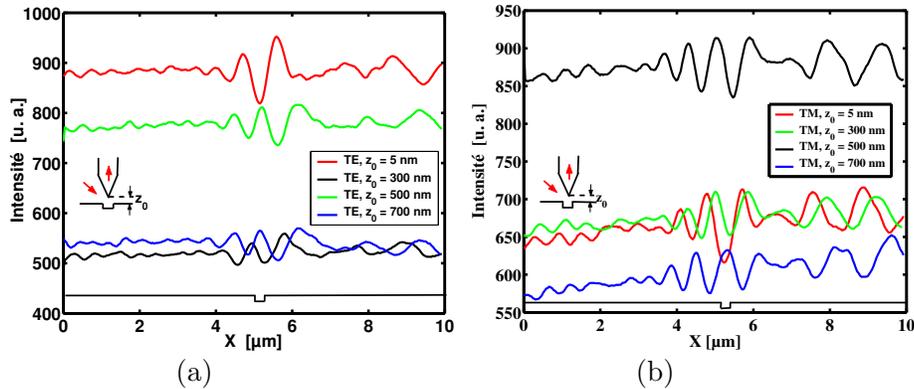


FIG. 5.11 – a, b) Intensité mesurée avec une sonde non métallisée monomode en polarisation TE et TM, respectivement. (Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm.)

plane de verre [133]. Le calcul a été effectué en réflexion totale interne en utilisant une méthode intégrale volumique 2D [135, 127].

◇ En polarisation TE, à 5 nm et de l'objet, l'intensité optique présente un minimum au-dessus de l'objet. Pourtant, à 500 nm l'intensité optique présente un maximum au-dessus de l'objet. En revanche, en polarisation TM, cet effet se produit entre la répartition d'intensité optique à 5 nm et à 700 nm. Cet effet est moins évident en TE à 300 nm et à 700 nm et en TM à 300 et à 500. Nous constatons également que le niveau moyen de la répartition d'intensité optique en TE comme en TM varie en fonction de la distance pointe-surface et présente des oscillations de même origine que celles qui avaient été observées précédemment (paragraphe 5.1).

### 5.4.2 Étude avec une sonde multimode non-métallisée

La figure 5.12 présente une image topographique de l'échantillon et quatre images optiques en TE et TM à deux distances pointe-surface. Les mesures sont effectuées avec une sonde multimode non-métallisée. Sur la figure 5.13 nous présentons la répartition d'intensité optique obtenue de la même manière que dans le paragraphe précédent. La localisation de l'objet est indiquée au bas de la figure 5.13.

Il apparaît clairement sur les deux figures que la répartition d'intensité en polarisation TE comme en polarisation TM ne suit pas le profil de l'échantillon. De plus, l'image présente des oscillations qui s'étendent tout au long du domaine du balayage et il est très difficile de localiser la position de l'objet à partir de la répartition de l'intensité optique. Nous constatons que le niveau moyen d'intensité est supérieur en polarisation TE qu'en polarisation TM. En revanche, la variation d'intensité autour de ce niveau moyen est plus importante en TM qu'en TE. Dans les deux cas de polarisation, nous observons que le niveau du fond continu diminue lorsque la distance pointe-surface augmente. Pour les deux polarisations on n'observe aucune structure localisée, seul un jeu d'oscillation sur tout le domaine balayé se voit sur les images comme sur les coupes (Figs. 5.12 et 5.13). Les périodes associées aux oscillations évoluent peu lorsque la sonde s'éloigne de la surface. Mais il est important de constater que l'amplitude augmente lorsque la sonde s'éloigne de la surface.

En termes de comparaison entre les sondes non-métallisées monomode et multimode à partir des Fig. 5.11 et 5.13, dans le deux cas de polarisation, nous constatons que l'intensité optique captée par une sonde non-métallisée multimode est bien supérieure à celle captée par une sonde non-métallisée monomode. Cela provient d'une part des paramètres géométriques des sondes utilisées durant les mesures : pour une sonde monomode, le diamètre du coeur  $D_c = 5 \mu m$ , alors que pour une sonde multimode le diamètre du coeur est dix fois plus grand  $D_c = 50 \mu m$ . D'autre part, la détection de l'intensité optique est liée à la fois à la partie conique de la sonde (zone de détection indiquée sur la figure 5.14) qui est beaucoup plus grande pour une sonde multimode et au type d'éclairage qui est en réflexion externe (Fig. 5.14) ce qui a pour conséquence de permettre à un flux important "d'entrer" dans la sonde multimode via la partie conique de l'extrémité de la sonde. Plus la zone de détection de la sonde est large plus la surface dont elle captera le champ réfléchi et diffusé sera importante. Cette surface de capture dépend à la fois de la sonde et de la distance qui la sépare de la surface. On note sur le niveau moyen du signal une différence notable entre les deux sondes. Avec la sonde monomode on retrouve les variations du signal associées aux interférences (paragraphe 5.1), par contre avec la sonde multimode on note seulement une décroissance monotone du signal. Ceci peut s'expliquer par le fait que la sonde multimode recueille le signal diffusé et réfléchi par une très grande surface de l'échantillon. On peut supposer que le signal diffusé mesuré est issu du rail considéré mais aussi des rails existants

dans son voisinage créent ainsi la structure *speckle* observée en TM et dans une moindre mesure en TE.

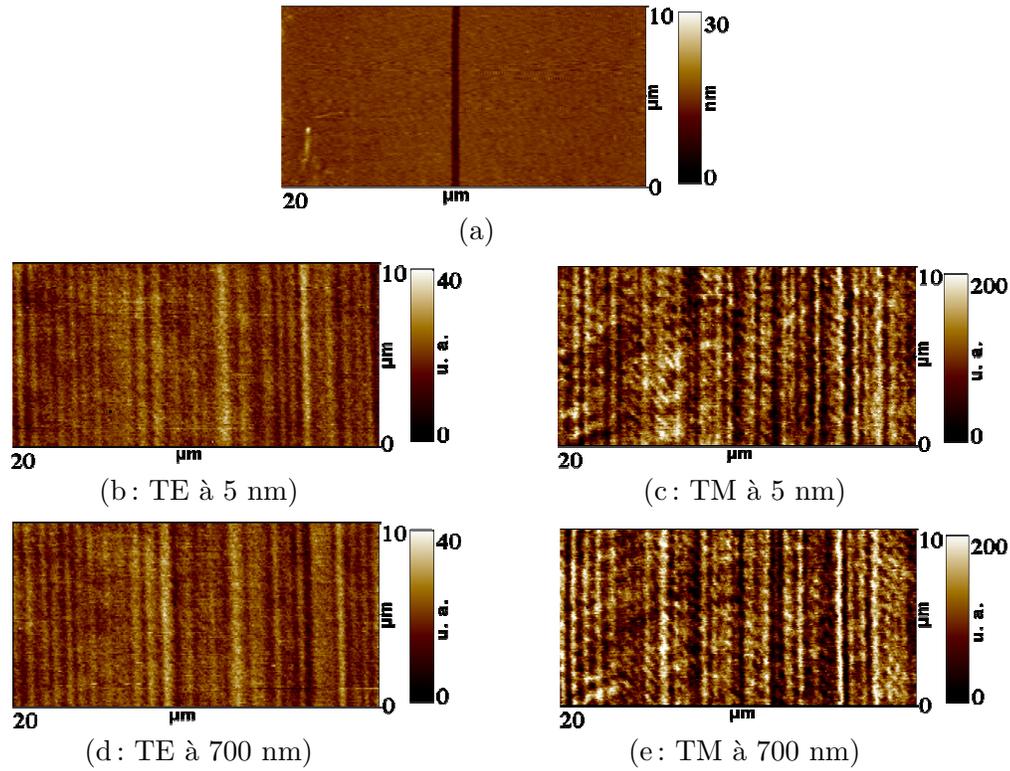


FIG. 5.12 – a) Image topographique représentant le profil de l'échantillon obtenue en ShFM. b-f) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une *sonde non-métallisée multimode*. Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm.

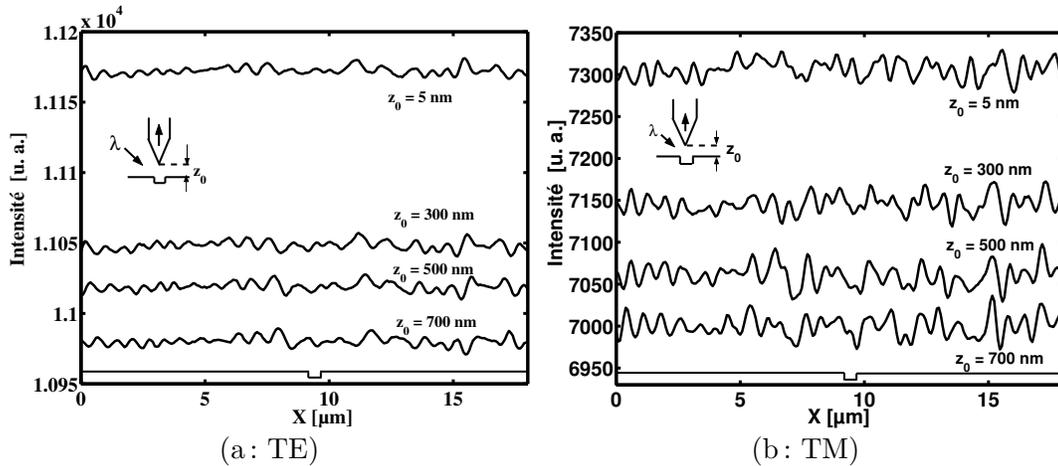


FIG. 5.13 – a, b) Intensité mesurée avec une *sonde non métallisée multimode* en polarisation TE et TM, respectivement. Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm

Comparons maintenant la forme des oscillations. Avec la sonde monomode elles sont relativement localisées au voisinage de l'objet avec une amplitude qui diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface. Encore une fois la réponse avec la multimode est très différente : les oscillations couvrent tout le domaine balayé et leur amplitude augmente quand la sonde s'éloigne. Il faudrait des mesures sur d'autres échantillons pour voir les différentes surfaces détectées par les deux sondes.

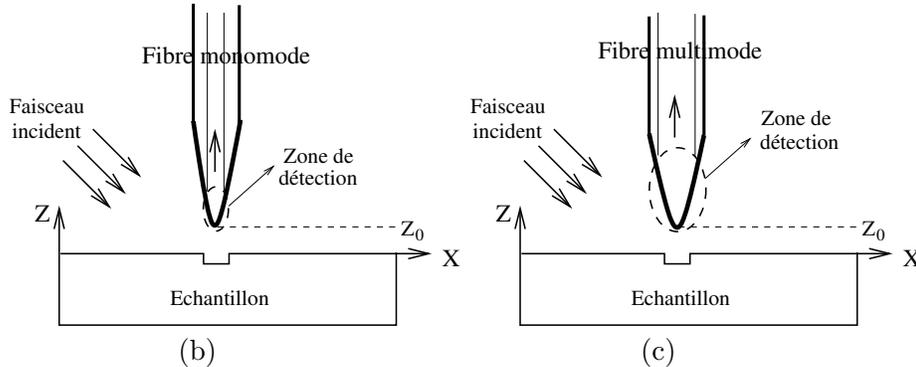


FIG. 5.14 – Géométrie de l'échantillon, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur. (a) avec une sonde non-métallisée monomode, (b) avec une sonde non-métallisée multimode, montrant la zone de détection

En réflexion externe, personne n'a déjà mené à ma connaissance une étude théorique de la formation des images optiques avec des sondes monomode et multimode. Pourtant, en réflexion totale interne et sur un rail de 100 nm de largeur et de 100 nm de hauteur *Goumri-Said* a mené une étude théorique en mode de détection à hauteur constante où une différence notable a été observée entre une sonde monomode et une sonde multimode [136]. La différence obtenue en théorie entre les deux types de sonde ne va pas dans le même sens que notre observation expérimentale. Cela peut mettre en évidence que le type d'éclairage et la géométrie de l'objet ainsi que le mode de détection sont des paramètres clés dans la formation des images optiques en champ proche.

### 5.4.3 Étude avec une sonde monomode métallisée

La pointe est formée à partir d'une fibre optique monomode par étirage à chaud et ensuite métallisée dans un évaporateur à effet Joule par un dépôt d'or sur la partie conique de la pointe [100]. Lors de dépôt, la géométrie est ajustée pour que l'apex de la pointe ne soit pas recouvert de métal, comme il est montré par le figure 5.15. Avec ce type de métallisation, on est sûr que l'intensité optique n'est collectée que par l'apex de la sonde.

Nous présentons sur la figure 5.16 une image topographique de l'échantillon et des images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une sonde monomode métallisée. Les images optiques représentent les variations du signal optique par rapport à un niveau de base. Les mesures sont toujours effectuées en mode distance constante.

Nous avons effectué une coupe horizontale (suivant l'axe X) sur les images optiques de la figure 5.16 et sur d'autres images, obtenues à plusieurs distance de détection. Les résultats présentés dans la figure 5.17 montrent à la fois les variations de l'intensité optique et le fond continu du signal optique (niveau de base).

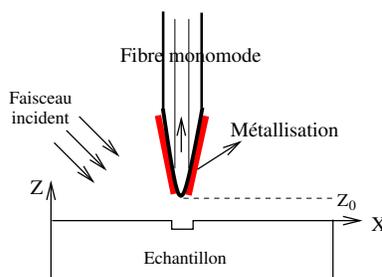


FIG. 5.15 – Géométrie de l'échantillon, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur, avec une sonde métallisée monomode

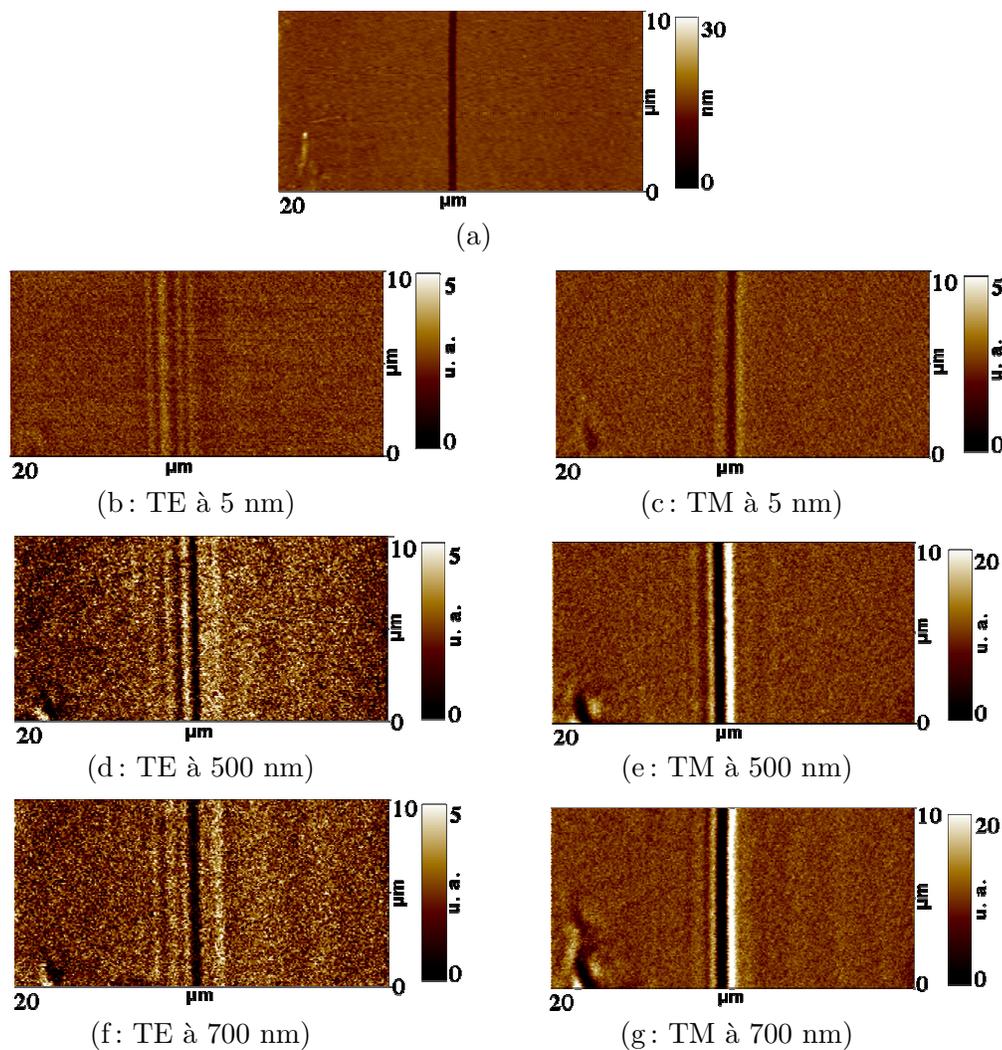


FIG. 5.16 – a) Image topographique de l'échantillon obtenue en ShFM. b-g) Images optiques en polarisation TE et TM obtenues avec une sonde monomode métallisée. (Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm.)

Nous constatons que la répartition d'intensité est mieux localisée en polarisation TM qu'en polarisation TE. En revanche, la variation d'intensité autour de l'objet ainsi que la composante continue dans le signal augmentent avec la distance pointe-surface. Ceci peut être expliqué, quand la sonde est proche de la surface, la métallisation de la partie conique de la sonde empêche une partie du faisceau incident d'illuminer l'objet et en conséquence la diffusion entre l'objet et l'extrémité de la sonde a diminué, ce qui n'est plus le cas quand la sonde s'éloigne de l'objet. En plus, dans le cas de deux polarisations, nous observons en champ lointain (à 500 nm et à 700 nm) l'effet d'interférence entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi ce qui explique la diminution à 700 nm de la composante continue dans le signal.

En comparant maintenant l'intensité collectée par une sonde non-métallisée monomode (Figs. 5.10 et 5.11) et celle collectée par une sonde métallisée monomode (Figs. 5.16 et 5.17) nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

⊗ L'intensité optique collectée par une sonde métallisée est 14 fois plus faible en polarisation TE et 8 fois plus faible en polarisation TM par rapport à celle collectée par une sonde non-métallisée. Ceci est dû à la couche de métal, qui possède une partie imaginaire importante dans son indice de réfraction et absorbe une partie du champ;

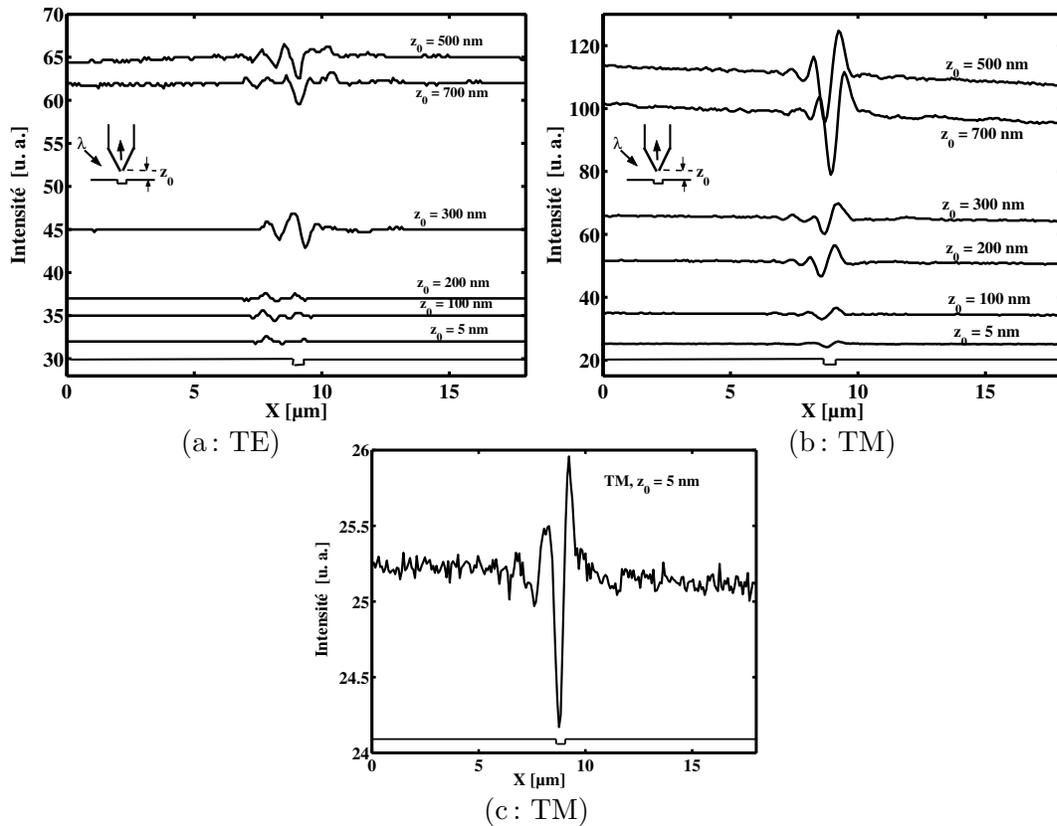


FIG. 5.17 – a, b) Intensités mesurées avec une sonde métallisée monomode en polarisation TE et TM, respectivement. c) Agrandissement de l'intensité mesurée en TM à 5 nm de l'objet montrant la répartition de l'intensité optique au voisinage proche de l'objet. (Avec  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et  $\lambda = 632,8$  nm.)

⊗ La répartition de l'intensité optique captée par une sonde métallisée est beaucoup plus localisée autour de l'objet, car toute perturbation qui pourrait venir des voisins de l'objet sont

atténuées par la métallisation.

Nous constatons que la forme de l'extrémité de la sonde et les conditions de guidage à l'intérieur de la fibre optique jouent un rôle capital dans l'interprétation des images optiques en champ proche.

## 5.5 Analyse des images expérimentales avec une simulation du champ au voisinage de l'objet

Pour relier les images obtenues à la structure du champ électrique  $A$ . *Santenac* a effectué des calculs numériques à l'aide d'une méthode intégrale volumique 2D qui consiste en une résolution de l'équation intégrale par une méthode des moments [127, 137].

La géométrie de l'échantillon étudié est présentée dans la figure 5.18. Il s'agit d'un rail gravé sur un substrat de silicium ayant un indice de réfraction  $n_2 = 3,88$  pour une longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm. L'objet fait 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur. Le système étudié est éclairé en réflexion externe par un champ monochromatique de longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm, arrivant du milieu 1 (air, indice de réfraction  $n_1 = 1$ ) avec un angle d'incidence  $\theta_{inc} = 45^\circ$ . Le champ calculé le long de plan d'observation  $Z_0$  contient à la fois le champ incident, le champ diffusé et celui réfléchi dans le milieu  $n_1$ , donc du côté de l'éclairage comme dans le cas de l'expérience mais sans la sonde.

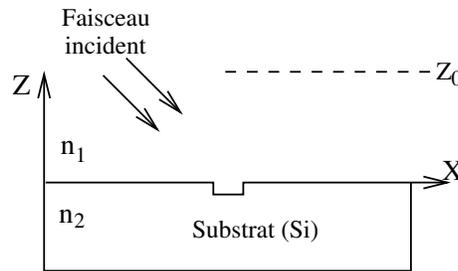


FIG. 5.18 – Géométrie de l'échantillon étudié, un rail de 400 nm de largeur et 10 nm de profondeur éclairé en réflexion externe avec une  $\lambda = 632,8$  et  $\theta_{inc} = 45^\circ$ .

Les résultats des calculs de l'intensité optique en polarisation TE et TM sont présentés sur la figure 5.19 pour plusieurs distances d'observation (distance entre la ligne  $Z_0$  et l'interface  $n_1 - n_2$ ). Ces résultats engendrent les remarques suivants :

∞ Le niveau moyen des variations d'intensité est trois fois plus grand en polarisation TM qu'en polarisation TE mais l'écart entre les courbes à plusieurs distances d'observation est plus important en TE qu'en TM.

∞ Un point important a été évoqué dans l'étude expérimentale avec une sonde monomode non-métallisée, c'est que le champ présente des oscillations qui s'étendent au-delà de l'endroit où se trouve localisé l'objet. Ces oscillations ont une période moins importante du côté de l'éclairage par rapport à celle de l'autre côté et elles résultent de l'interférence entre le champ incident, réfléchi et le champ diffusé par l'objet.

En polarisation TE et à une distance d'observation de 5 nm (Fig. 5.19c), les oscillations ont une forme particulière bien différente de celle observée sur les courbes de l'intensité à 200 nm,

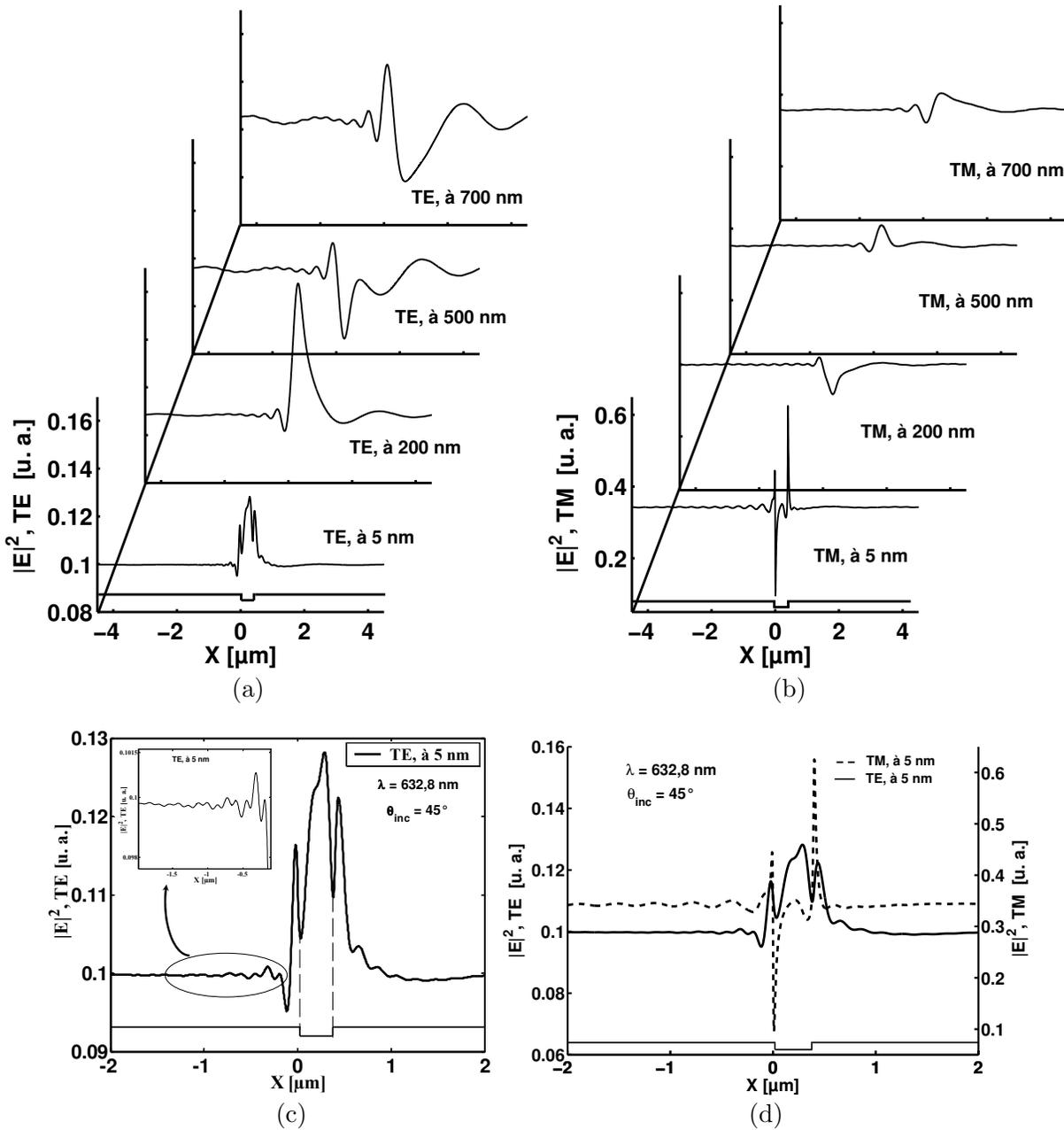


FIG. 5.19 – Intensité  $|E|^2$  calculée en polarisation TE et TM à plusieurs distance d'observation  $Z_0$ . Avec un angle d'incidence  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et une longueur d'onde  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ . La position de l'objet est indiquée sur les quatre graphiques. (Simulation : Anne Santenac)

500 nm, 700 nm de distance d'observation (Fig. 5.19a). Donc, au vu des oscillations visibles sur le zoom de la figure 5.19c, nous pouvons penser à une surmodulation des oscillations qui portent des informations complémentaires sub-longueur d'onde à 5 nm qui sont perdues si on s'éloigne de l'objet. En revanche, en polarisation TM, nous n'avons pas observé de différences entre les oscillations sur la courbe à 5 nm par rapport aux autres courbes. En plus, en TE comme en TM,

les deux pics qui marquent la localisation de l'objet et qui sont associés aux hautes fréquences spatiales disparaissent en s'éloignant de la surface

∞ En polarisation TM et à une distance d'observation de 5 nm (Fig. 5.19d), l'intensité présente deux forts pics au-dessus des parois latérales de l'objet : un minimum d'intensité du côté de l'illumination et un maximum d'intensité correspondant à l'autre paroi de l'objet. Cet effet disparaît lorsque la distance d'observation augmente (Fig. 5.19b). À 200 nm les deux pics se réduisent à un seul présentant un minimum d'intensité et en s'éloignant à 500 nm l'objet est représenté par un pic ayant un maximum d'intensité. En revanche, en polarisation TE à 5 nm de distance d'observation (Fig. 5.19c), la localisation de l'objet est moins évidente.

∞ Un autre effet du champ proche qui est visible sur les courbes des figures 5.19a en TE et 5.19b en TM est que la répartition d'intensité du champ s'élargit lorsque la distance d'observation augmente. Cet effet a déjà été observé théoriquement avec différentes approches en réflexion totale interne d'une part par *Carminati* sans la sonde [133] et d'autre part par *Goumri-Said* avec la sonde [136].

Comparons la distribution du carré du champ électrique aux images optiques obtenues avec les différentes sondes. Remarquons juste que la comparaison ne pourra être vraiment validée qu'en dehors de la zone où se situe l'objet. L'image fournie par la sonde multimode n'a rien de commun avec la structure du carré du champ électrique  $E^2$  contrairement au cas de l'éclairage en réflexion totale interne [100]. Les images obtenues avec une sonde monomode non-métallisée restituent grossièrement la distribution du champ où nous retrouvons entre autres des oscillations de courte et large périodes respectivement à gauche et à droite de la structure. L'intensité calculée en TM est plus élevée qu'en TE or les images montrent généralement l'inverse. On peut expliquer ceci par le fait que la lumière se couple mieux aux modes de la fibre lorsque l'éclairage est en TE.

## 5.6 Conclusion

Nous avons présenté une étude de la formation des images optiques en champ proche pour une surface éclairée en réflexion externe. L'interprétation des images optiques en champ proche optique doit tenir compte de divers phénomènes, notamment la diffraction de la lumière au voisinage de la surface ainsi que les interférences qui peuvent se manifester entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi. Nous avons observé une illustration éloquent d'inversion de contraste en fonction de la distance pointe-surface.

Nous avons mené une étude avec deux types de sonde, monomode non-métallisée et multimode non-métallisée, en termes de morphologie et de la densité spectrale de puissance ( $dsp$ ) déterminées à partir des images optiques obtenues sur une surface rugueuse en platine iridié. Nous avons effectué des mesures optiques en polarisation TE et TM pour deux longueurs d'onde et à plusieurs distances pointe-surface. Cette étude a mis en évidence l'existence des informations complémentaires liées aux hautes fréquences spatiales en optique de champ proche par rapport à celles obtenues à partir de la topographie. Ce phénomène est marqué sur les  $dsp$  optiques par une rupture de pente à  $2/\lambda$  et pour les fréquences spatiales supérieures à cette fréquence nous n'avons aucune corrélation entre les  $dsp$  optiques et topographiques. Avec une sonde monomode non-métallisée, nous avons observé une corrélation entre les  $dsp$  optiques et topographiques pour les fréquences spatiales inférieures à  $2/\lambda$ . En revanche, avec une sonde multimode non-métallisée,

nous avons observé très peu de corrélation entre les *dsp* optiques et topographiques pour les fréquences spatiales inférieures à  $2/\lambda$ . L'analyse en fonction de la distance pointe-surface nous permet de constater que les images optiques obtenues en champ proche contiennent une proportion d'informations hautes fréquences spatiales supérieure à celle déterminée en champ lointain (à 700 nm de la surface). Ces informations correspondent à des structures de taille inférieure à  $\lambda/2$ . Ceci prouve qu'en champ proche on améliorerait la résolution et on peut relier ceci à la détection des ondes évanescentes en champ proche.

Avec une sonde multimode non-métallisée, nous avons observé sur une surface en platine iridié une figure du *speckle* en champ proche sous forme de granularité sur les images optiques en polarisation TE et TM. En revanche, avec une sonde monomode non-métallisée et sur la même surface, nous n'avons pas observé du *speckle* en champ proche. Sur une microstructure d'un superalliage monocristallin à base de nickel qui présente des variations d'indice à l'interface  $\gamma' - \gamma$ , avec une sonde monomode non-métallisée, nous avons observé une figure d'interférence qu'on a assimilé à une figure du *speckle* en champ proche. Nous constatons alors que le contraste du *speckle* en champ proche est sensible d'une part aux variations d'indice et d'autre part aux propriétés statistiques (la rugosité *rms*  $\delta$  et la longueur de corrélation  $\sigma$ ) de la surface étudiée.

Nous avons caractérisé la répartition d'intensité en champ proche optique au-dessus d'un objet 2D à section rectangulaire éclairé en réflexion externe avec un angle d'incidence  $\theta_{inc} = 45^\circ$  et une longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm. La mesure est effectuée avec trois sondes différentes :

- Une sonde non-métallisée monomode;
- Une sonde non-métallisée multimode;
- Une sonde métallisée monomode.

À partir des résultats obtenus avec ces trois sondes, nous tirons les conclusions suivantes :

- L'étude avec une sonde non-métallisée multimode a démontré que la répartition de l'intensité en polarisation TE comme en polarisation TM ne suit pas le profil de l'échantillon et il est impossible de localiser la position de l'objet à partir de la répartition de l'intensité optique. En termes de comparaison entre des sondes non-métallisées monomode et multimode, dans les deux cas de polarisation, nous constatons que plus la zone de détection de la sonde est large plus la surface dont elle captera les champs réfléchis et diffusés sera importante. Avec une sonde monomode non-métallisée les oscillations sont relativement localisées au voisinage de l'objet avec une amplitude qui diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface. En revanche, la réponse avec une sonde multimode non-métallisée est très différente : les oscillations couvrent tout le domaine balayé et leur amplitude augmente quand la sonde s'éloigne de la surface.

- La répartition de l'intensité optique collectée par une sonde métallisée monomode est 14 fois plus faible en polarisation TE et 8 fois plus faible en polarisation TM par rapport à celle collectée par une sonde non-métallisée monomode.

- Les oscillations observées au delà de l'objet avec une sonde non-métallisée monomode sont atténuées par la sonde métallisée monomode. Ceci est dû à la couche de métal qui réduit la zone de détection à l'extrémité de la sonde et absorbe l'intensité lumineuse qui atteint la partie conique de la sonde.

- La répartition de l'intensité est beaucoup plus localisée autour de l'objet avec une sonde métallisée monomode qu'avec une sonde non-métallisée monomode, les perturbations qui peuvent venir des proches voisins de l'objet sont en effet atténuées par la métallisation. Le choix entre une sonde monomode non-métallisée et une métallisée dépend de la surface à étudier et du type d'information qu'on cherche à obtenir. Dans le cas d'une surface rugueuse aléatoire où nous cherchons à obtenir des informations optiques sub-longueur d'onde sur la rugosité de la surface, nous voyons l'intérêt d'utiliser une sonde monomode non-métallisée. Pourtant, dans le cas d'un

objet localisé où nous cherchons des informations sur la répartition de l'intensité autour de l'objet, l'utilisation d'une sonde monomode métallisée est recommandée.

Nous avons également présenté une simulation numérique de champ proche optique à l'aide d'une méthode intégrale volumique 2D. La comparaison entre la distribution du carré du champ électrique et les images optiques obtenues avec différentes sondes ne pourra être validée qu'en dehors de la zone où se trouve l'objet. Les images fournies par la sonde multimode n'ont rien de commun avec la structure du carré de champ électrique  $E^2$ . En revanche, les images obtenues avec une sonde monomode non-métallisée restituent grossièrement la distribution du carré du champ électrique.

L'analyse des images optiques en champ proche est encore loin d'être terminée. Pour approfondir cette analyse, il serait intéressant d'effectuer une étude en champ proche de la distribution spatiale d'intensité optique pour d'autres types de surface en fonction des paramètres optiques et des paramètres liés à la sonde. Il est aussi possible d'avoir des informations sur le degré de cohérence de la source lumineuse d'éclairage à partir de la figure de *speckle* observée en champ proche optique.



# Conclusion générale

Les techniques de caractérisation de surface sont très variées et diffèrent par leur principe, par la résolution qu'elles permettent d'atteindre et par le type d'information qu'elles permettent d'obtenir : la topographie, la distribution des hauteurs des aspérités de la surface, leur fonction d'autocorrélation ainsi que la densité spectrale de puissance. Outre les paramètres statistiques, la rugosité en termes de hauteur quadratique moyenne (rms height : root-mean-square height), la longueur de corrélation  $\sigma$  sont aussi accessibles.

Nous avons utilisé trois techniques pour caractériser l'état de surface de plusieurs échantillons de forme et constitution variées. Deux de ces méthodes en champ lointain sont basées sur la mesure du rayonnement diffusé (X et visible) : rugosimètre optique et réflectomètre X. Le troisième est une microscopie en champ proche optique avec asservissement *shear-force*. Le rayonnement X a permis l'extension de la fenêtre fréquentielle spatiale par rapport au rugosimètre optique. L'étude de la rugosité de la surface avec deux familles de technique de caractérisation, en champ proche pour l'une et en champ lointain pour l'autre, nous a permis de mener une analyse multi-échelle de la rugosité. Cependant, les fenêtres fréquentielles accessibles avec ces techniques s'étendent du macroscopique au microscopique.

Les résultats obtenus par les trois techniques, pour des fréquences spatiales assez proches, sont trouvés en bon accord pour les surfaces de structure aléatoire. La microscopie en champ proche est capable d'apporter des informations complémentaires à la rugosimétrie optique et à la réflectométrie X dans le domaine des hautes fréquences spatiales. Le *ShFM* donne une signature locale de la surface. En cela, elle s'avère pour des surfaces aléatoires être un moyen de caractérisation complémentaire des deux autres techniques qui elles fournissent une réponse globale sur la surface. Dans le cas où la surface ne présente pas un caractère aléatoire, seules les mesures en *ShFM* permettent d'accéder aux propriétés topographiques de la surface, sans que la direction d'analyse n'ait un effet sur les mesures. En revanche, les mesures de diffusion seront très dépendantes de la direction des défauts périodiques par rapport au plan d'incidence.

Dans le cadre des projets Euromet 551 et 734 nous avons montré que la valeur de la rugosité d'une surface est parfois différente selon les instruments utilisés. Cette différence trouve son origine aussi bien dans la nature de la surface que dans la résolution latérale du dispositif de caractérisation. Il est donc important, lorsqu'on caractérise la rugosité uniquement par un paramètre statistique, de préciser :

- le type d'instrument utilisé et sa bande de fréquences spatiales;
- la direction d'analyse pour des techniques basées sur la diffusion lumineuse dans le cas des surfaces non aléatoires.

Nous avons montré également que la caractérisation d'une surface par sa morphologie, sa distribution des hauteurs, sa fonction d'autocorrélation et son spectre de rugosité est préférable à l'usage d'une seule valeur de rugosité. Quant au choix de tel ou tel moyen de caractérisation, il n'est pas souvent évident, car chaque instrument présente des avantages et des limitations. Ce choix dépendra essentiellement du type de surface et l'application à laquelle elle est destinée. Le plus souvent, ces techniques se révèlent complémentaires et couvrent un domaine de fréquences spatiales assez important.

Nous avons étudié également l'effet du polissage et du nettoyage-lavage sur l'état de surface en platine iridié et en superalliage monocristallin à base du nickel. Sur deux faces d'un disque en platine iridié fourni par le BIPM, nous avons étudié deux types de polissage. Les deux faces de disque ont été usinées au préalable au tour à l'aide d'un outil à pointe de diamant, l'une seulement a subi ensuite un polissage supplémentaire manuel à la pâte diamantée. Toutes les mesures ont démontré que les étapes de polissage supplémentaires ne réduisent pas la rugosité de la surface qui avait été usinée à l'outil de diamant. Pour la surface usinée aussi bien que la surface polie, la rugosité  $rms$   $\delta$  est environ de 3 nm. Cependant, le procédé de polissage mène à quelques variations sur le spectre de rugosité selon le domaine de fréquence spatiale (plus bas ou plus haut que  $0,7 \mu m^{-1}$ ). Donc, le polissage réduit l'amplitude des aspérités d'environ 20% pour des fréquences spatiales en-dessous de  $0,7 \mu m^{-1}$ , mais en même temps, il contribue à l'augmentation de la rugosité jusqu'à 41% pour des fréquences spatiales plus élevées que  $0,7 \mu m^{-1}$ .

Pour les étalons de masse, il est impératif d'évaluer l'évolution de la surface en fonction du temps et des manipulations. Les inhomogénéités de surface contribuent particulièrement au vieillissement des étalons qui augmentent les phénomènes de dégazage et d'absorption sur la surface. Les variations de masse dépendent des conditions de conservation et principalement des contaminations de surface, donc il est important de contrôler la qualité de surface. Afin d'obtenir des surfaces en platine iridié non rayées et sans trous, il serait intéressant de procéder à un polissage à la pâte diamantée avec une taille des grains finals de  $1 \mu m$  en réglant la pression exercée sur la surface durant le polissage.

Pour l'étude sur le superalliage monocristallin à base du nickel fourni par l'École des Mines de Paris, nous avons utilisé deux types d'abrasifs différents: une suspension d'alumine acide ( $Al_2O_3$ ) et une silice colloïdale basique ( $SiO_2$ ). Nous avons constaté que l'emploi de l'alumine avec une durée de polissage de 20 minutes a amélioré la morphologie de la surface et a diminué sa rugosité. Mais son action mécanique peut être néfaste pour la rugosité et peut conduire à une dégradation de la morphologie de la surface si le polissage est fortement prolongé ( $> 25$  minutes). En revanche, la silice colloïdale a ajouté une activité chimique à l'abrasion mécanique, grâce au pH basique de la suspension utilisée (entre 9 et 10). Nous avons observé que l'action de silice apparaît plus efficace sur la suppression des rayures. Cependant, nous avons constaté que les deux abrasifs conduisent à des états de surface dégradés lors d'un polissage prolongé. Donc, nous trouvons qu'il serait intéressant d'enchaîner un polissage à la silice colloïdale très court puis un polissage à l'alumine, afin de supprimer les rayures puis d'homogénéiser la surface. Concernant la méthode de nettoyage-lavage, nous constatons que le nettoyage-lavage ultrasonique dans l'éthanol est le plus adapté au superalliage monocristallin à base de nickel et plus efficace pour enlever les contaminants que les autres méthodes.

Nous avons présenté une étude de la formation des images optiques en champ proche pour une surface éclairée en réflexion externe. Il est clair que les images optiques en champ proche sont parfois difficiles à interpréter. L'interprétation de ces images doit tenir compte de divers phénomènes, notamment la diffraction de lumière au voisinage de la surface ainsi que les interférences qui peuvent se manifester entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi. Nous avons observé une inversion de contraste en fonction de la distance pointe surface. Nous avons mené une étude sur une surface en platine iridié avec deux types de sonde, monomode non-métallisée et multimode non-métallisée, en termes de morphologie et des densités spectrales de puissance déterminées à partir des images optiques et topographiques. Cette étude a mis en évidence l'existence des informations complémentaires liées aux hautes fréquences spatiales en optique de champ proche par rapport à celles obtenues à partir de la topographie. Ce phénomène est marqué par une rupture de pente à  $2/\lambda$  et pour les fréquences spatiales supérieures à cette fréquence nous n'avons aucune corrélation entre les *dsp* optiques et topographiques. L'étude en fonction de la distance pointe-surface nous permet de constater que les images optiques obtenues en champ proche contiennent une proportion d'informations hautes fréquences spatiales supérieure à celles obtenues en champ lointain. Ces informations correspondent à des structures de taille inférieure à  $\lambda/2$ . Ceci prouve qu'en champ proche on améliorerait la résolution, on pourrait relier ceci à la détection des ondes évanescentes en champ proche.

Sur la même surface (disque en platine iridié) et avec une sonde multimode non-métallisée, nous avons observé une figure de *speckle* en champ proche sous forme de granularité sur les images optiques en polarisation TE et TM. Nous avons constaté que le contraste de *speckle* en champ proche est sensible aux propriétés statistiques de la surface étudiée. Comme la granularité du *speckle* en champ proche dépend de la cohérence de la source d'illumination, il serait intéressant d'étudier expérimentalement le degré de cohérence de la source en fonction du *speckle* en champ proche.

Nous avons caractérisé la répartition d'intensité en champ proche optique au-dessus d'un rail gravé sur un substrat de silicium éclairé en réflexion externe. Les mesures sont effectuées avec trois sondes différentes :

- une sonde non-métallisée monomode;
- une sonde non-métallisée multimode;
- une sonde métallisée monomode.

Nous avons également présenté une simulation numérique du carré du champ électrique au voisinage du même rail étudié expérimentalement, éclairé en réflexion externe comme dans le cas d'expérience mais sans la pointe. La simulation est effectuée à l'aide d'une méthode intégrale 2D. La comparaison entre la distribution du carré du champ électrique et les images optiques obtenues avec différentes sondes ne pourra être validée qu'en dehors de la zone où se trouve le rail. Nous constatons que les images fournies par la sonde multimode n'ont rien en commun avec la structure du carré du champ électrique. En revanche, les images obtenues avec une sonde non-métallisée monomode restituent grossièrement la distribution du carré du champ électrique.

Brièvement, les mesures topographiques locales ont donc permis de caractériser des procédés de polissage et de proposer des modifications de la procédure qui devrait améliorer l'état de surface final.

Les mesures optiques de champ proche ont démontré dans cette configuration particulière que le champ proche véhiculait des informations associées à des fréquences spatiales supérieures  $2/\lambda$ .

Pour approfondir ces mesures il faudra prendre en compte la polarisation, la cohérence de la source et bien sûr l'interaction sonde-surface en fonction de la sonde. Ce travail est une première étape vers des mesures réellement quantifiées qui pourraient être suivies de mesures résolues spectralement pour une analyse locale des inhomogénéités.

Ces travaux pourraient constituer l'une des briques d'un domaine d'étude se rapportant à la nanométrie.

# Annexe A

## A.1 -Lasercheck

Il s'agit d'un instrument basé sur le même principe que le rugosimètre optique du BNM-INM. Par contre, le relevé de la répartition angulaire du flux lumineux diffusé par la surface à analyser n'est plus assuré par un détecteur unique qui se déplace dans le plan d'incidence mais par un ensemble de détecteurs fixes (Fig. 20). La source utilisée sous une incidence de  $75^\circ$  est une diode laser émettant à 600 nm.

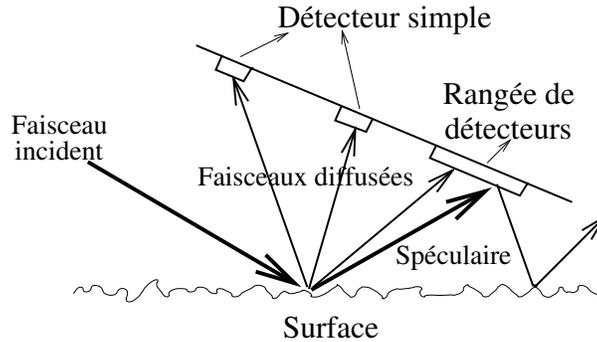


FIG. 20 – Schéma du Lasercheck (US).

## A.2 -Le rugosimètre du Swedish National Testing et Research Institute (SP)

La méthode utilisée au SP (Fig. 21) consiste à mesurer le flux diffusé intégré (ou TIS pour Total Integrated Scattering): la totalité du flux diffusé par un échantillon éclairé sous une incidence  $\theta_0$ , est recueilli dans une sphère intégratrice.

Le flux réfléchi spéculairement  $\phi_{spec}$  et le flux total réfléchi  $\phi_{tot}$  sont reliés à la hauteur quadratique moyenne  $rms$   $\delta$  et à la longueur d'onde  $\lambda$  utilisée par la relation suivante [138]:

$$\frac{\phi_{spec}}{\phi_{tot}} = \exp\left(\frac{-4\pi\delta\cos\theta_0}{\lambda}\right)^2 \quad (3)$$

Le TIS est défini comme étant le rapport du flux  $\phi_{diff}$  de lumière diffusée à l'intérieur de la sphère au flux total  $\phi_{tot}$  de lumière réfléchi par la surface [13, 140].

- Dans le cas des surface rugueuses ( $\phi_{diff} \approx 1\% \phi_{tot}$ ), on utilise la relation (1).
- Dans le cas de surfaces moins rugueuses (ou polies) [6, 139] :

$$TIS = \frac{\phi_{diff}}{\phi_{tot}} = \frac{\phi_{tot} - \phi_{spec}}{\phi_{tot}} = 1 - \exp\left(-\frac{4\pi\delta\cos\theta_0}{\lambda}\right)^2 \quad (4)$$

$$TIS = \frac{\phi_{diff}}{\phi_{tot}} \approx \left(\frac{4\pi\delta\cos\theta_0}{\lambda}\right)^2 \quad (5)$$

D'où

$$\delta = \frac{\lambda}{4\pi\cos\theta_0} \sqrt{\frac{\phi_{diff}}{\phi_{tot}}} \quad (6)$$

La diode laser utilisée émet à 650 nm sous une incidence de 18°.

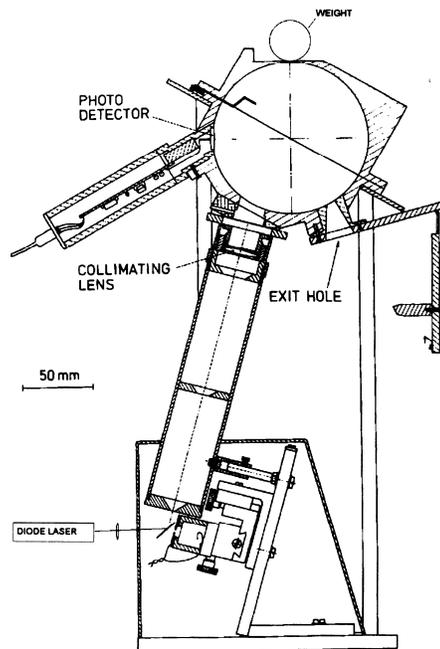


FIG. 21 – Schéma du rugosimètre (SP).

### A.3 -Le profilomètre mécanique : Talystep

Le principe de fonctionnement général du Talystep reste le même que celui de tout autre profilomètre mécanique : il s'agit de déplacer sur la surface un stylet (ou palpeur) possédant une pointe conique ou pyramidale avec une extrémité arrondie de différents rayons de courbure. Au cours de son déplacement, la pointe décrit le profil de la surface et les variations en hauteur se traduisent par un mouvement mécanique du stylet qui est converti en signal électrique ou

optique selon le capteur utilisé.

L'enregistrement final fournit un profil qui représente la hauteur des aspérités en fonction de la position. De ce profil on peut extraire des paramètres statistiques comme le *rms*  $\delta$ , la fonction d'autocorrélation et la densité spectrale de puissance.

Rappelons que les fréquences spatiales accessibles à ce genre d'instruments sont limitées, pour la valeur inférieure par la longueur  $L$  d'évaluation, et pour la valeur supérieure par le rayon de courbure  $r$  du stylet [13]. Par exemple, si on considère un profil sinusoïdal d'amplitude  $a$  et de longueur d'onde spatiale  $T$ , pour qu'un stylet de rayon de courbure  $r$  puisse décrire tout le profil sans distorsion, il faudrait que :

$$T \geq 2\pi\sqrt{2ar} \quad (7)$$

De ce fait, il paraît évident que le profil restitué par une pointe dépend largement du rayon de celle-ci.

## A.4 - Microscopie interférométrique

Il existe deux familles de techniques d'interférométrie microscopique, l'une basée sur la détermination de la phase du front d'onde (PSM : microscope à saut de phase) et l'autre basée sur la détection de l'enveloppe de frange d'interférence (CPM : Coherence probe Microscopy). Au National Institute of Standards and Technology, les mesures de la rugosité sont effectuées par PSM. Donc, nous allons passer quelques rappels théoriques concernant le PSM.

L'information sur le relief de la surface à mesurer est contenue dans la phase du front d'onde réfléchi de la surface, ainsi que beaucoup d'informations concernant les propriétés de la surface. Pour déterminer cette phase, on utilise une méthode mathématique d'interpolation des franges d'interférence fondée sur les décalages de phase connus entre les deux bras de l'interféromètre [141, 142]

La microscopie à saut de phase est une technique optique fonctionnant en lumière monochromatique ou quasi-monochromatique (par exemple la lumière blanche filtrée), bien adaptée pour l'analyse tridimensionnelle de défauts peu profonds ( $< 2 \mu m$  de profondeur) avec une résolution axiale couramment de l'ordre du nanomètre [143, 144].

L'idée principale de la PSM est de déterminer, grâce aux équations de l'interférométrie, l'altitude du relief d'un échantillon par l'intermédiaire de la phase d'un signal lumineux. Ceci peut être réalisé en introduisant des décalages de phases connus entre les deux faisceaux provenant respectivement de l'échantillon et du miroir de référence [12].

L'échantillon est éclairé par une source monochromatique cohérente à travers un objectif interférentiel dont le détecteur est une caméra CCD (Fig. 22). Un support piézo-électrique permet de déplacer verticalement l'échantillon dans des positions correspondant à des sous-multiples de la longueur d'onde, et trois images ou plus sont ainsi prises. La phase du front d'onde réfléchi de l'échantillon est calculée à chaque pixel de la cible. Le résultat des calculs est alors affiché sous forme d'une image de synthèse en niveaux de gris codant l'altitude, qui représente la cartographie de relief.

L'intensité en un point de coordonnées  $(x,y)$  dans une figure d'interférence peut être exprimée par :

$$I_i(x,y) = I_0(x,y)[1 + \gamma_0 \cos(\phi(x,y) + \alpha_i)] \quad (8)$$

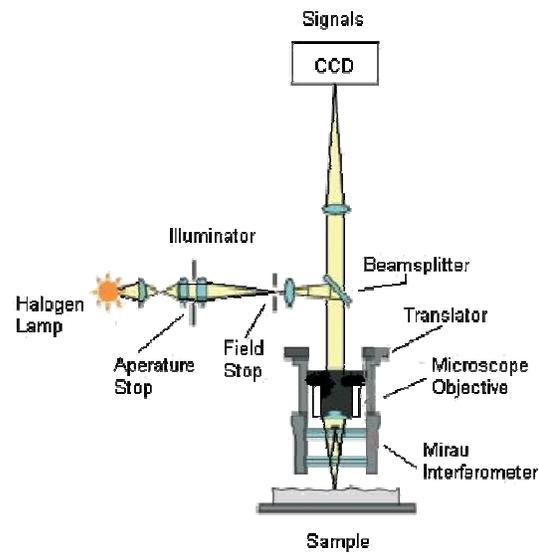


FIG. 22 – Schéma du microscope interférométrique.

avec  $\alpha_i$  le décalage de phase introduit,  $I_0(x,y)$  le carré de l'amplitude incidente,  $\gamma_0$  le facteur de visibilité des franges et  $\phi(x,y)$  la phase du signal qu'on cherche à calculer.

# Bibliographie

- [1] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 34-38, (1889).
- [2] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, **70**, (1901).
- [3] G. Girard, *The third periodic verification of national prototypes of the kilogram (1988-1992)* Metrologia **31**, 317-336 (1994).
- [4] R. Davis, *The SI unit of mass*, Metrologia **40**, pp. 299-305 (2003).
- [5] L. Berguiga, *Etude et réalisation d'un microscope de champ proche optique avec asservissement de type shear force. Application à l'étude en champ proche du vieillissement de fibres optiques*. Thèse, 9 juillet (2001).
- [6] C. Zerrouki, *La rugosité nanométrique des surfaces polies: étude expérimentale par diffusion de la lumière. Application à l'étude des étalons de masse en alacrite XSH*, Thèse, 11 Sept., (1998).
- [7] C. Zerrouki, M. Chassevent, N. Fourati, M. Bonnefoy, P. Lepeut, J. J. Bonnet, *Rugosité et oxydation: vers une caractérisation simultanée* C2I, Vol. **1**, pp. 69-76, (2004).
- [8] Y. Haidar, E. Tollens, Z. Silvestri, F. de Fornel, C. Zerrouki, A. Picard et P. Pinot, *Study and comparison of two polishing methods for platinum-iridium surfaces, by means of three characterization techniques*, Metrologie, **42**, pp. 115-128, (2005).
- [9] E. Tollens, S. Menecier, Y. Haidar, C. Zerrouki, M. Chassevent, F. de Fornel et J.J. Bonnet, *Diffusion des rayonnements X et visibles; microscopie en champ proche: utilisation comparée pour la caractérisation des surfaces* J. Phys. IV France **118**, pp. 395-405, (2004).
- [10] J. Rivory, *Ellipsometric measurement, in Thin films for optical systems*, ed. Dekker, New-York, pp. 299-328, (1995).
- [11] C. Deumié, H. Giovannini, et C. Amra, *Ellipsometry of light scattering from multilayer coatings*, Applied Optics, Vol. **35**, N°. 28, pp. 5600-5608, (1996).
- [12] Abderrazzaq Benatmane, *Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semicon-*

- ducteurs et optiques*, Thèse, Université Louis Pasteur - Strasbourg, (2002).
- [13] J. M. Bennett et L. Mattsson, *Introduction to surface roughness and scattering*, ed. J. Opt. Soc. Am. Washington, D. C., (1989)
- [14] Euromet Mass Project 551, *Study of several roughness measurement techniques for the characterization of mass standard surface quality*, BNM-INM/Cnam/Ma-2003-01.
- [15] Y. Haidar, F. de Fornel, C. Zerrouki, P. Pinot, *Study of the roughness and optical near field of mass surface by using a SNOM with shear-force regulation*, Photonics Europe, SPIE Proc. **5458**, pp. 171-182, (2004).
- [16] Y. Haidar, F. de Fornel, C. Zerrouki, P. Pinot, *Topographic study of the surface of stainless steel mass standard, and optical near field study of smooth silicon surface by SNOM*, Bulletin du BNM, n° 126, Vol. **3**, pp. 33-38, (2004).
- [17] C. Zerrouki, L. Pendrill, J. M. Bennett, Y. Haidar, F. de Fornel, et P. Pinot, *Investigations for the surface roughness measurement of mass standards*, Nanoscale 2004, Braunschweig, Germany (25-26 mars 2004).
- [18] F. de Fornel, *Les onde évenescetes*, Eyrolles, Paris, (1997).
- [19] B. P Kibble, I. A. Robinson et J. H Bellis, *A realization of the SI watt by the NPL moving-coil balance*, Metrologia, **27**, pp. 173-192, (1990).
- [20] I. A. Robinson et B. P Kibble, *The NPL moving-coil apparatus for measiring Planck's constant and monitoring the kilogram*, IEEE Trans. Instrum. Meas., **46(2)**, pp. 596-600, Avril (1997).
- [21] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 34-38, (1889).
- [22] P. Giacomo, *News from the BIPM*, Metrologia **20**, pp. 25-30, (1984).
- [23] *News from the BIPM*, Metrologia Vol. **4**, N° 1, pp. 43, (1968).
- [24] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 103, (1889).
- [25] Procès Verbaux (PV) du comité international, **20**, pp. 129-137, (1889).
- [26] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 104, (1967).
- [27] *News from the BIPM*, Metrologia Vol. **4**, N° 1, pp. 43, (1968).
- [28] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 78, (1971).

- 
- [29] *News from the BIPM*, Metrologia Vol. **8**, pp. 36, (1972).
- [30] Comptes rendus de la conférence générale des poids et mesures, pp. 100, (1979).
- [31] *News from the BIPM*, Metrologia Vol. **16**, pp. 56, (1980).
- [32] G. Girard, Rapport de la seconde session du Comité Consultatif pour la Masse et les grandeurs apparentées, BIPM Sèvres, **G25**.
- [33] T. Coorevits, et al., *proposition pour la réalisation de l'expérience de la balance de watt* document interne.
- [34] T. J. Quinn, *The kilogram: the present state of our knowledge*, IEEE Trans. Instrum. Meas., **40**, 2, pp. 81-85, (1991).
- [35] S. Lewis et D. Havard, *NPL*, Rapport interne, (1996).
- [36] S. Davidson, *A review of surface contamination and the stability of standard masses* Metrologia **40**, 324-338, (2003).
- [37] M. Lecollinet, C. Bordé, M. Chambon, A. Clairon, M. Coorevits, N. Felton, G. Genevès, A. Gosset, P. Juncar, P. Pinot et F. Platel, *Vers une balance du watt française* Congrès International de Métrologie, France, octobre (2001).
- [38] S. Ducourtieux, S. Duhem, L. Lahousse, F. Larsonnier, J.M. David, G. Vailleau, *Le programme de recherche et développement en nanométrie au BNM-LNE*, Métrologie 2003, pp. 20-23, Toulon, France, (2003).
- [39] P. T. Olsen, W. L. Tew, E. R. Williams, R. E. Elmquist et H. Saaki, *Monitoring the mass standard via the comparison of mechanical to electrical power*, IEEE Trans. Instrum. Meas., **40**(2), pp. 115-120, Avril (1991).
- [40] D. Newell, J. Schwarz et E. Williams, *Reference standards, uncertainties, and the futur of the NIST electronic kilogram*, NCSL Workshop, (1999).
- [41] W. Beer, B. Jeanneret, B. Jeckelmann, P. Richard, A. Courteville, Y. Salvadé et R. Dändliker, *A proposal for a new moving-coil experiment*, IEEE Trans. Instrum. Meas., **48**(2), pp. 192-195, Avril (1999).
- [42] W. Beer, A. L. Eichenberger, B. Jeanneret, B. Jeckelmann, P. Richard, H. Schneiter, A. R. Pourzand, A. Courteville et Dändliker, *The OFMET watt balance: Progress report*, IEEE Trans. Instrum. Meas., **50**(2), pp. 583-586, (2001).
- [43] W. Beer, A. L. Eichenberger, B. Jeanneret, B. Jeckelmann, A. R. Pourzand, P. Richard, et J. Schwarz, *Status of the METAS Watt balance experiment*, IEEE Trans. Instrum. Meas.,

- 52(2)**, pp. 626-630, (2003).
- [44] A. Eichenberger, B. Jeckelmann, et P. Richard, *Tracing Planck's constant to the kilogram by electromechanical methods* Metrologia, **40**, 356-365, (2003).
- [45] E. R. Williams, R. L. Steiner, D. B. Newell et P. T. Olsen, *Accurate measurement of the Planck constant* Phys.Rev. Lett. **81**, 2404-2407, (1998).
- [46] Ian M Mills, Peter J Mohr, Terry J Quinn, Barry N Taylor et Edwin R Williams, *Redefinition of the kilogram: decision whose time has come*, Metrologia **42**, pp. 71-80, (2005).
- [47] R. Davis et M. Gläser, *Magnetic properties of weights, their measurements and magnetic interactions between weights and balances*, Metrologia **40**, pp. 339-355, (2003).
- [48] Z. Silvestri, R. S. Davis, G. Genevès, A. Gosset, T. Madec, P. Pinot et P. Richard, *Volume magnetic susceptibility of gold-platinum alloys: possible materials for mass standards for the watt balance experiment*, Metrologia, **40**, pp. 172-176, (2003).
- [49] M. Plassa, M. Bergoglio, A. Calcatelli, G. La piana, in proc. 13th Conference IMEKO TC3 Force and Mass Measurement, Helsinki, IMEKO, pp. 155-159 (1993).
- [50] M. Plassa, *La stabilité des étalon de masse*, Bulletin du BNM, n° **76-77**, Avril-Juillet, pp. 27-35, (1989).
- [51] T. J. Quinn, *Nouvelles techniques de fabrication des étalon de masse en platine iridié et remarques sur le comportement de ces étalons*, Bulletin du BNM, n° **76-77**, Avril-Juillet, pp. 19-26, (1989).
- [52] M. Gläser, M. Mecke, PTB-Mitteilungen, **101**, 265-267, (1991).
- [53] G. Girard, *Le nettoyage-lavage des prototype du kilogramme au BIPM Sèvres-BIPM*, (1990).
- [54] T. Myklebust, *Cleaning in a Soxhlet apparatus* document non publié, (1994).
- [55] T. Myklebust, *Cleaning in an ultrasonic bath* document non publié,(1994).
- [56] P. Pinot, C. Zerrouki, F. Miserey, *Stabilité des étalons de masse en alacrite XSH: étude de la rugosité superficielle*, Bulletin du BNM, n° **105**, Juillet, pp. 23-33, (1996).
- [57] P. Pinot et al., *L'étalonnage de kilogramme au BNM-INM*, Bulletin du BNM, n° **117**, pp. 11-23, (1999).
- [58] R. Foucart, *Polissage de surface cylindrique: polissage et ajustage de masses étalons*, Structure, **12**, pp. 3-7, (1986).

- 
- [59] C. Aupetit et al., *Le polissage des étalons de masse au BNM-INM*, textes des conférences du Congrès de Métrologie, toulon (2003).
- [60] J. M. Bennett, *Recent developments in surface roughness characterization*, Meas. Sci. Technol. Vol. **3**, pp. 1119-1127, (1992).
- [61] C. Zerrouki, F. Miserey, P. Pinot, *Répartition angulaire de la lumière diffusée par un échantillon poli du super-alliage CoCr20W<sub>Ni</sub> (Alacrite XSH); application à la détermination des paramètres statistiques caractérisant la rugosité superficielle*, Eur. Phys. J. Applied physics **1**, pp. 253-259, (1998).
- [62] E. Z. Luo, . Heun, M. Kennedy, J. Wollschläger, Phs. Rev. B **49**, 4858 (1994).
- [63] V. M. Agranovich, A. Maradudin, *Surface excitation*, (El-servier Sience Publichers) pp. 176-191, (1984).
- [64] J. A. Ogilvy et J. R. Foster, *Rough surfaces: gaussian or exponential statistics*. Appl. Phys, **22**, (1989).
- [65] J. M. Bennett, *Measurement of the rms roughness, autocovariance function and other statistical properties of optical surfaces using a FECO scanning interferometer*. Appl Optics, Vol **15**, N°11, November (1976).
- [66] Ch. Zerrouki, F. Miserey, et P. Pinot, *Rugosité superficielle des étalons de masse: caractérisation par la mesure du flux lumineux diffusé*. Bulletin du BNM n° **111**, Janvier (1998).
- [67] J. A. Ogilvy, *Theory of wove scattering from random rough surface* Inst. of phy. publishing, (1991).
- [68] F. Varnier, *Etude de rugosité de surface par analyse microdensitométrique de micrographies de répliques ombrees*. Thèse, (1983).
- [69] C. Deumié, R. Richier, P. Dumas, et C. Amra, *Multiscale roughness in optical multilayers: atomic force microscopy and light scattering*. Applied Optics, Vol. **35**, N° 28, pp. 5583-5594, (1996).
- [70] E. Kröger, E. Kretschmann, *Scattering of light by slightly rough surface*, Zeit. Physik, **237**, pp. 1-15, (1970).
- [71] E. Kretschmann, E. Kröger, *Reflection ant transmission of light by rough surface, including results for surface-plasmon effects* J. Opt. Soc. Am., **65**, pp. 150-154, (1975).
- [72] J. M. Elson, J. M. Bennett, *Relation between the angular dependence of scattering and the statistical properties of optical surface*, J. Opt. Soc. Am., **69**, pp. 31-47, (1979).

- [73] P. Croce, L. Prod'homme, *Etude par diffusion lumineuse de la nature des surfaces de verre poli*, Nouvelle Revue d'Optique, **7**, pp. 121-132, (1976).
- [74] P. Croce, L. Prod'homme, *Analyse des surfaces polies par la distribution spatiale de la lumière diffusée*, Opt. Commun, **35**, pp. 20-24, (1980).
- [75] D. Heitmann, V. Permien, *Determination of surface roughness from light scattering measurements*, Opt. Commun, **23**, pp. 131-134, (1977).
- [76] E. D. Palik, *Handbook of optical constants of solids III*, Academic press, New York, (1998).
- [77] J. Ohtsubo, *Measurement of roughness properties of diamond-turned metal surface using light-scattering method*, J. Opt. Soc. Am., **A3**, pp. 982-987, (1986).
- [78] N. Yoshiki, F. Masuo, *Evaluation of surface roughness parameters of metal film by light scattering technique*, J. Phys. Soc. Jap., **58**, pp. 4511-4516, (1989).
- [79] J. C. Dainty, N. C. Bruce et A. J. Sant, *Measurement of light scattering by a characterized random rough surface*, Waves in random Media, **3**, S29-S39, (1992).
- [80] G. Rasigni, F. Varnier, J. P. Palmari, N. Mayani et M. Rasigni, *Study of surface roughness for thin films of CaF<sub>2</sub> deposited on glass substrates*, Opt. Commun, **46**, pp. 294-298, (1983).
- [81] J. M. Eleson, J. P. Rahn et J. M. Bennett, *Light scattering from multilayer optics: comparison of theory and experiment*, Appl. Opt., **19**, pp. 669-679, (1980).
- [82] J. P. Marioge, *Etat de surface défauts locaux et rugosité II La rugosité* J. Opt. (Paris), **24**, pp. 217-239, (1993).
- [83] C. Zerrouki, M. Chassevent, N. Fourati, M. Bonnefoy, J. J. Bonnet, *Nouveau diffractomètre X adapté aux étalons de masse* Actes du 11<sup>e</sup> Congrès International de Métrologie, Toulon, pp. 20-23, octobre (2003).
- [84] D. E. Savage, J. Kleiner, N. Schimke, Y. H. Phang, T. Jankowski, J. Jacobs, R. Kariotis, et M.G. Lagally, *Determination of roughness correlations in multilayer films for X-ray mirrors*, J. Appl. Phys, vol. **69**, pp. 1411-1424, (1991).
- [85] S. K. Sinha, *X-ray diffuse scattering as a probe for thin film and interface structure*, J. Phys. III, pp. 1543-1557, (1994).
- [86] B. L. Henke, E. M. Gullikson, J. C. Davis, *X-ray interactions: Photoabsorption, scattering, transmission and reflection at E=50-30000 eV, Z=1-92*, Atomic Data and Nuclear Data Tables, **54**, pp. 181-342, (1993).

- 
- [87] C. Deumié, *Ellipsometrie sur champ diffus et analyse multi-échelle de la microstructure des multicouches optiques*, Thèse, **25** Novembre (1997).
- [88] J. W. Goodman, *Introduction to Fourier optics*, McGraw-Hill, New York, (1968).
- [89] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber et E. Weibel, *Surface studies by scanning tunneling microscopy*, Phys. Rev. Lett., **49**, (1982).
- [90] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber et E. Weibel, *7x7 reconstruction on Si (111) resolved in Real Space* Phys. Rev. Lett., vol. **50**, n°2, (1983).
- [91] G. Binnig, C. F. Quate et C. Gerber, *Atomic force microscope*, Phys. Rev. Lett., **56**, 930, (1986).
- [92] G. Coulon, *Imagerie de surface de polymères: microscope à force atomique*, Techniques de l'Ingénieur, AM3280, Vol. **AM**, (2000).
- [93] Y. Martin, H. K. Wickramasinghe, *Magnetic imaging by force microscopy with 1000 Å resolution* Appl. Phys. Lett., **50**, PP pp. 1455-1457, (1987).
- [94] Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller et V. B. Elings, surf. Sci. Lett., **290**, L688, (1993).
- [95] J. J. Greffet, R. Carminati, K. Joulain, J. P. Mulet, S. Mainguy et Y. Chen, *Coherent emission of light by thermal sources*, Nature **416**, pp. 61-64, (2002).
- [96] L. Rayleigh, *On the theory of optical images with spacial reference to the microscope*, Phil. Mag. 5, vol **42**, pp 167-195.
- [97] E. Abbe, *Betrage zur theorie der microscope und der microscopischen wahrnehmung*, Arch. Mikrosk. Anat., vol **9**, pp 413-468, (1873).
- [98] G. Binnig et H. Rohrer, *Scanning tunneling microscopy*, Physica, vol **127** B, pp 37-45, (1984).
- [99] L. Salomon, *Théorie et mis au point d'un microscope à effet tunnel photonique*, Thèse de doctorat, (1991).
- [100] D. Courjon et C. Bainier, *Le champ proche optique: théorie et applications*, Springer, Paris, (2001).
- [101] J. M. Vigoureux, F. Depasse et C. Girard, Appl. Optics, **31** (16), 3036, (1992).
- [102] V. Sandoghdar, S. Wegscheider, G. Krouch, et J. Mlynek, J. Appl. Phys. **81** (6), 2499, (1997).

- [103] E. H. Synge, *Suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region*, Philosophical Magazine, **6**, pp 356-362, (1928).
- [104] D. Bachelot R., *Etude et réalisation d'un microscope optique en champ proche utilisant une sonde sans ouverture*, Thèse, Univ. Paris VII, (1995).
- [105] E. Betzig, P. L. Finn, et J. S. Weiner, Appl. Phys. Lett., **60**, 2484, (1992).
- [106] R. Toledo-Crow, P. C. Yang, Y. Chen et M. Vaez-Iravani, **60**, 2957, (1992).
- [107] P. K. Wei, W. S. Fann. *The probe dynamics under shear force in near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys, Vol **83**, N°7, 1 April (1998).
- [108] E. Betzig, P.L. Finn, et J. S, Weiner, *Combined shear force and near-field scanning optical microscopy*, Appl .phys. lett., **60**, pp. 2484, (1992).
- [109] L. Berguiga, F. de Fornel, L. Salomon, A. Gouronnec, J. Bizeuil: *Observation of optical fibres by near-field microscopies: effect of aging*, Proc. SPIE, vol. **3848**, (1999).
- [110] G. A. Valaskovic, M. Holton et G. H. Morrison *parameter control, characterization, and optimisation in the fabrication of optical fobre near-foeld probes* Appl. Optics, **34**, 7, pp. 1215-1228, (1995).
- [111] R. Stöckle, C. Fokas, V. Deckert, R. Zenobi, B. Sick, B. Hecht et U. P. Wild *High-quality near-field optical probes by tube etching*, Appl. Phys. Lett., **75**, pp. 160-162, (1999).
- [112] K. Tonaka, M. Tonaka et T. Omoya, *Boundary integral equations for a two-dimensional simulator of a photon scanning tunneling microscope* J. Opt. Soc. Am., A **15**, pp. 1918-1931, 1998
- [113] L. Bruel, *Etude comparative de méthodes optique et mécanique pour caratériser les états de surface. Diffusion de la lumière par les rugosités de surface et inhomogénéités de volume dans les empilements de couches minces*, Thèse de doctorat en sciences, Université d'Aix-Marseille III, (1990).
- [114] P. Pinot, *Nettoyage des étalons de masse en alacrite XSH: étude de mouillabilité des solvants* Bulletin du BNM n° **105**, pp. 11-22, Juillet (1996).
- [115] R. Schwartz et M. Gläser, *Procedure for cleaning staintess steel weights, investigated by mass comparison and ellipsometry*, Meas. Sci. Technol., **5**, pp. 1429-1435, (1994).
- [116] A. Picard et H. Fang, *Methode to determine water vapour sorption on mass standards*, Metrologie, **41**, pp. 333-339, (2004).
- [117] M. Nazmy, J. Denk, R. Baumann, A. Künzler, *Environmental effects on tensile and low cycle fatigue behavior of single crystal nickel base superalloys* Scripta Materialia, **48**, pp.

- 519-524 (2003).
- [118] M. Simonetti, P. Craron, *Role and behaviour of  $\mu$  phase during deformation of a nickel-based crystal superalloy* Materials Science and Engineering, **A254**, pp. 1-12 (1998).
- [119] Haël Mughrabi, Michael Ott, Ulrich Tetzlaff, *New microstructural concepts to optimize the high-temperature strength of  $\gamma'$ -hardened monocrystallin nickel-based superalloys* Materials Science and Engineering, **A234**, pp. 434-437 (1997).
- [120] X.P. Xu, Y.Q. Yu, H.J. Xu, *Effect of grinding temperatures on the surface integrity of a nickel-based superalloy* Journal of Materials Processing Technology, **129**, pp. 359-363 (2002).
- [121] J. Zrnik, J. A. Wang, Y. Yu, L. Peijing, P. Hornak, *Influence of cycling frequency on cyclic creep characteristics of nickel base single-crystal superalloy* Materials Science and Engineering, **A234**, pp. 884-888 (1997).
- [122] A. W. Godfrey, J. W. Martin, *The effect of directional recrystallization on the ow cycle fatigue response of a powder metallurgy nickel-bases superalloy at elevated temperatures* Materials Science and Engineering, **A222**, pp. 91-100 (1997).
- [123] F. H. Froes, C. Suryanayana, D. Eliezer, *Review: Synthesis, Proerties, and Applications of Titanium Aluminides* Journal of Materials Science , **27**, pp. 5113-5140 (1992).
- [124] V. J. Kuzmin, V. S. Sniegov, A. P. Shchelkin, document CCM/88-10, BIPM, (1988).
- [125] P. Pinot, *Etude de la stabilité des étalons de masse*, Thèse, (1996).
- [126] M. Kochsiek, *Measurement of water adsorption layers on metal surfaces*, Metrologia, **18**, pp. 153-159 (1982).
- [127] A. Sentenac, *Diffusion des ondes électromagnétique par des surfaces rugueuses. Application à la conception de surface sélectives*, thèse, Ecole Centrale Paris, (1993).
- [128] T. Ferrell, S. Sharp, et R. Warmach *Progress in photon scanning tunneling microscopy (PSTM)*, Ultramicroscopy, **42-44**, pp. 408-415, (1992).
- [129] F. de Fornel, P. Adam, L. Salomon, J. P. Goudonnet, *Analysis of the image formation with a photon scanning tunneling microscope*, J. Opt. Soc. Am. A, **13**, pp. 35-45, (1996).
- [130] J. J. Greffet and R. Carminati, *Relationship between the near-field speckel pattern ad the statistical proprieties of a surface*, Ultramicroscopy, **61**, pp. 43-50, (1995).
- [131] P.G. Gucciardi et M. Colocci, *Different contrast machanisms induced by topography aritifacts n near-field optical microscopy*, Appl. Phys. Lett., Vol. **79**, No. 10, pp. 1543-1545, (2001).

- [132] F. de Fornel, P. Adam, L. Salomon, et J. P. Goudonnet, *Effet of coherence of the source on the images obtained with a photon scanning tunneling microscope*, Opt. Lett., **19**, pp. 1082-1084, (1994).
- [133] R. Carminati, *Analyse de la formation des images en optique de champ proche*, Thèse, (1995).
- [134] R. Uma Maheswari, H. Kadono, M. Ohtsu *Power spectral analysis for evaluating optical near-field images of 20 nm gold particles*, Optics Communication, **131**, pp. 133-142, (1996).
- [135] J. J. Greffet *Scattering of s-polarization electromagnetic waves by a 2D obstacle near an interface*, Opt. Commun, **72**, pp. 274-278, (1989).
- [136] S. Goumri-Said, *Contribution à l'études de la formation des images optiques en microscopie champ proche optique : effet de la sonde en deux dimensions*, thèse, (2004).
- [137] A. Sentenac, H. Giovannini, et M. Saillard, *Scattering from rough inhomogeneous media: splitting of surface and volume scattering*, J. Opt. Soc. Am. A, pp. 727-736, (2002).
- [138] P. Beckmann et A. Spizzichino, *The scattering of electromagnetic waves from rough surface*, (Artch, Norwood, Mass.), Chap. **3-5**, (1987).
- [139] E. Church, G M. Sanger et P Z. Takacs, *Camparison of Wayko ant TIS measurements of surface finish*, Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng., **749**, pp. 65-73, (1987).
- [140] J. M. Elson, J. P. Rahn, J. M Bennett, *Relation ship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation length, and roughness cross-correlation properties*, Appl. Opt., **22**, pp. 3207-3219, (1983).
- [141] H. P. Stahl, *Review of phase measuring interferometry*, Proc. Optical testing and Metrology III: recent advances in industrial optical inspection, ed. C.P. Grover, Vol. **1332**, pp. 704-719, (SPIE-USA), (1990).
- [142] K. Creath, *Phase-measurements interferometry techniques*, Progress in Optics, E. Wolf, ed. (Elsevier Science, New York), Vol. **26**, pp. 349-393, (1988).
- [143] P. C. Montgomery, J. P. Fillard, G. Artzner, *Verification of the form of microlens arrays for atmospheric wavefront sensors using phase stepping microscopy*, SPIE Processing, Vol. **1751**, pp. 76-84, (1992).
- [144] P. C. Montgomery, J. P. Fillard, N. Tchandjou, S. Ardisasmita, *Three dimensional nano-profiling of semiconductor surfaces*, SPIE Processing, Vol. **1332**, pp. 515-524, (1990).

**Résumé :** Dans le Système International d'unités (SI) le kilogramme est l'unité de masse, qui est définie comme étant égale à la masse du prototype international du kilogramme en platine iridié. Le contrôle des étalons de masse est essentiel vis à vis, entre autre, des industries qui doivent garantir une production calibrée. Ce travail est consacré à l'étude en champ proche et champ lointain des surfaces des étalons de masse métalliques, en lien avec différents instituts, laboratoires nationaux et internationaux de la métrologie. Nous avons mené deux types de mesures : mesures de type *shear-force* pour déterminer la topographie locale de la surface et mesures en champ proche optique pour approfondir l'analyse de la surface par mesure optique localisée à haute résolution. Une analyse de l'évolution de la topographie des surfaces des étalons de masse et de la structure du champ proche optique diffracté par les défauts de ces surfaces a été menée au cours de ce travail de thèse.

**Mots-clés :** microscopie en champ proche, régulation *shear-force*, rugosité, étalon de masse.

**Titre en anglais:** Near field and far field study of metallic surfaces: contribution of near field microscopy to study of the standard mass.

**Abstract:** Among the international system of units (SI) the kilogram is the only one which is still defined by a material artefact, the international prototype of the platinum iridium kilogram. The instability of mass standards is one of the major concerns of national metrology institutes and the subject of numerous studies. Interest in microscopic studies of surface quality of a mass has grown, as it is well known that surface roughness is a factor in determining the long-term stability of mass standards. This thesis is devoted to the study in near field and far field for determining the topography and roughness of metallic surfaces, in related with different institute, national and international metrology laboratories. An important part of this thesis is devoted to the application of the SNOM and ShFM. The great interest here is that the ShFM provide a topographical image of the surface under study while the SNOM can provide an optical image of the same surface with high resolution.

**Keywords:** scanning near field microscope, shear-force regulation, roughness, standard mass.