



Mesure de champs à l'échelle micrométrique pour l'identification d'effets mécaniques surfaciques : vers une nouvelle instrumentation pour la biologie

Fabien Amiot

► To cite this version:

Fabien Amiot. Mesure de champs à l'échelle micrométrique pour l'identification d'effets mécaniques surfaciques : vers une nouvelle instrumentation pour la biologie. Mécanique [physics.med-ph]. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2005. Français. NNT : . tel-00011341

HAL Id: tel-00011341

<https://theses.hal.science/tel-00011341>

Submitted on 10 Jan 2006

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.



THESE DE DOCTORAT
DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN

Présentée par
Fabien AMIOT

pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN

Domaine :
Mécanique-Génie Mécanique-Génie Civil

Sujet de la thèse :
Mesure de champ à l'échelle micrométrique
pour l'identification d'effets mécaniques surfaciques :
vers une nouvelle instrumentation pour la biologie

Thèse présentée et soutenue à Cachan le 14 décembre 2005 devant le jury composé de :

Stéphane ANDRIEUX	Directeur du LaMSID	Examineur
Michel GREDIAC	Professeur (Université Blaise Pascal)	Rapporteur
François HILD	Directeur de recherche (CNRS)	Directeur de thèse
Michel de LABACHELERIE	Directeur de recherche (CNRS)	Président
François LEPOUTRE	Professeur (CNAM)	Rapporteur
Marie-Claude POTIER	Directrice de recherche (CNRS)	Examinatrice
Jean Paul ROGER	Maître de conférences (ESPCI)	Directeur de thèse

LMT-Cachan

ENS Cachan / CNRS / Université Paris 6
61, avenue du Président Wilson, F-94235 CACHAN CEDEX

LOP-ESPCI

ESPCI / CNRS
10, rue Vauquelin, F-75005 Paris CEDEX

Faire la liste des personnes avec qui j'ai eu l'occasion de discuter du contenu de ce travail serait sans doute vain... Un bref aperçu, partiel, de ces multiples discussions, variées et stimulantes, soulignerait que je tiens à remercier :

Michel de Labachellerie, pour avoir accepté de présider ce jury de thèse et pour avoir animé la discussion, riche, qui a suivi ;

Michel Grédiac et François Lepoutre, pour avoir rapporté sur ce manuscrit, malgré le spectre couvert et la présentation parfois aride ;

Stéphane Andrieux, pour sa contribution particulièrement stimulante à la discussion ;

Marie-Claude Potier, pour m'avoir toujours accueilli chaleureusement sur le chemin de la biologie ;

François Hild et Jean Paul Roger, directeurs de cette thèse, qui m'ont toujours laissé une grande liberté d'action, tout en étant toujours présents lorsque la difficulté l'exigeait, créant ainsi l'environnement auquel je n'osais rêver ;

L'entourage scientifique proche, que ce soit au LMT-Cachan (en particulier l'équipe MMP) ou au laboratoire d'optique physique, qui a joué un rôle déterminant en rendant possible la « navigation » entre deux lieux et deux cultures bien distinctes ;

Frédéric Kanoufi, pour sa disponibilité et son soutien sur les voies de l'électrochimie ;

Stéphane Roux, pour l'incroyable efficacité de nos discussions, même dans ces domaines d'incompétence ;

Tous les stagiaires, quelque soit leur origine, qui ont contribué à ce travail ;

Jean Lemaître, pour sa sagesse ;

Tous ceux qui ont le souvenir d'avoir partagé une discussion sans fin sur la marche du monde autour d'un café ;

L'entourage familial, pour son indéfectible soutien, fournissant le cochon, les pommes de terre et la confiture de figues nécessaires à la réalisation de ce manuscrit ;

Vanina, pas seulement pour les tours de vaisselle supplémentaires assurés ces derniers mois.

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	ix
En guise d'introduction, sur les micro et nano-technologies	3
1 La mesure de champs de déplacements à l'échelle micrométrique	7
1 Contexte	7
1.1 Une mesure locale	9
1.2 Une mesure sans contact et sans modification de la surface	11
2 Mesure d'une topographie différentielle	13
2.1 L'interféromètre de Nomarski	13
2.2 Quelles informations contient la carte de phase ?	18
2.3 Technique d'intégration de phase	30
2.4 Dépliage de la carte de phase	37
3 Bruits et erreurs affectant la mesure de phase	40
3.1 Reproductibilité de la mesure de phase	40
3.2 Justesse de la mesure de phase	45
4 Mesure de champs de déplacements hors-plan	46
4.1 Principe	46
4.2 Justesse et reproductibilité de la mesure de déplacement hors-plan	48
5 Mesure d'un champ de déplacement plan	51
5.1 Principe	51
5.2 Reconstruction du signal de topographie	53
5.3 Mesure de champs de déplacements plan	54
5.4 Rôle du marqueur dans la mesure du champ de déplacement . . .	55
6 Pour conclure : les moyens de mesure disponibles	61
2 Identification de distributions de chargement et de raideurs	65
1 Problème standard	66
1.1 Description	66
1.2 Solutions exactes	67

1.3	Formulations variationnelles	68
2	Problèmes d'identification	69
2.1	Contexte	69
2.2	Méthodes d'identification	70
2.3	Vers une classification des méthodes d'identification	75
3	Identification simultanée du chargement et des propriétés élastiques	77
3.1	Méthode d'identification	78
3.2	L'effet d'un bruit de mesure sur les champs identifiés	79
3.3	Qualification a posteriori de la qualité de la solution	81
4	Application à des résultats expérimentaux	82
4.1	Chargement électrostatique	82
4.2	Identification simultanée des contrastes de pression et de raideur	83
5	Discrimination et identification de modèles	86
5.1	Effet d'une erreur de modélisation	87
5.2	Critère statique	88
5.3	Critère cinématique	89
5.4	Identifiabilité et identification d'un paramètre de modélisation	90
5.5	Résultats obtenus avec un chargement électrostatique	92
6	Sur les liens entre la MCV et la méthode de l'écart à l'équilibre	94
7	Pour conclure : les moyens d'identification disponibles	96
3	Couplages mécanique-environnement à l'échelle micrométrique	97
1	L'utilisation d'objets micro-mécaniques comme capteurs	97
1.1	Détection d'une variation de masse	98
1.2	Détection d'effets surfaciques	100
2	Couplage thermo-élastique	105
2.1	Modélisation du chargement	106
2.2	Calcul de l'énergie stockée	108
2.3	Application à des résultats expérimentaux	114
3	Modélisation des effets mécaniques de l'adsorption de molécules neutres	119
3.1	Thermodynamique de l'adsorption	119
3.2	Application à des résultats expérimentaux	122
4	Couplage électro-élastique	125
4.1	Thermodynamique et théorie de Gouy et Chapman	126
4.2	Résultats expérimentaux	128
5	Effets mécaniques de l'adsorption et de l'hybridation d'ADN	132
5.1	Films de brins simples	132
5.2	Effets de l'hybridation	137
6	Conclusions sur l'étude d'effets surfaciques	140
	Conclusion et perspectives	141
	Annexes	145

A	Effet de l'ouverture numérique	147
1	Effet de l'ouverture sur la mesure de hauteur d'une marche	147
2	Effet de l'ouverture sur la mesure de l'orientation de la surface	150
B	Propriétés d'usage d'un prisme de Wollaston	153
1	Propriétés d'un prisme de Wollaston simple	153
1.1	Calcul dans le plan de symétrie du prisme	153
2	Propriétés d'un prisme de Wollaston modifié	155
2.1	Calcul direct dans le plan de symétrie du prisme	155
2.2	Conception d'un prisme modifié	156
3	Propriétés d'un prisme de Wollaston double quelconque	157
3.1	Calcul dans le plan de symétrie du prisme	157
C	Calcul des paramètres de modulation pour une source « lente »	163
D	Indices de réfraction de solutions	165
E	Les poutres d'Euler-Bernoulli traitées en éléments finis	167
F	Algorithme de décomposition en valeurs singulières	171
1	Algorithme	171
2	Bornes d'erreur et critère d'arrêt	173
G	Calcul du jacobien d'une décomposition en valeurs singulières	175
1	Cas général	175
2	Dégénérescence à proximité de la singularité	177
H	Effet d'un bruit de mesure sur la projection d'un champ de déplacement	179
I	Caractérisation des micro-objets	181
1	Caractérisation géométrique	182
2	Estimation des tailles de grains	183
3	Caractérisation de la structure cristalline	184
3.1	Silice	184
3.2	Couche d'or	185
4	Modèle mécanique pour le levier	186
J	Interaction entre phases dans le cas d'un couplage flexion-tension	189
K	Nettoyage électrochimique des surfaces métalliques	193
L	Théorie de Gouy et Chapman	195
M	Théorie de Debye et Hückel	197

Bibliographie

199

Table des figures

1.1	Procédé d'obtention des micro-objets mécaniques employés.	8
1.2	Deux exemples de micro-objets mécaniques	9
1.3	Deux exemples d'éprouvettes classiques à l'échelle macroscopique	9
1.4	Vues d'un microlevier Au / SiO_2	10
1.5	Micro-éprouvette de traction en silicium polycristallin	11
1.6	Essai de flexion à l'aide d'un micro-indenteur	11
1.7	Schéma de principe d'un interféromètre de Michelson.	12
1.8	Suivi de bandes de glissement à l'aide d'un interféromètre de Michelson .	13
1.9	Schéma de principe d'un interféromètre de Nomarski.	15
1.10	Comportement d'une lame en matériau uniaxe positif	16
1.11	Schéma de principe d'un séparateur de Wollaston.	16
1.12	Exemple de figure d'interférences avec un interféromètre de Nomarski . .	18
1.13	Tracé des rayons incidents et réfléchis sur un plan incliné	19
1.14	Tracé des rayons incidents et réfléchis sur une marche	20
1.15	Facteur correctif τ calculé	21
1.16	Tracé des rayons incidents sur un prisme de Wollaston bien positionné . .	22
1.17	Tracé des rayons traversant un prisme de Wollaston bien positionné . . .	23
1.18	Effet d'un défaut de mise en position du prisme de Wollaston.	25
1.19	Effet de l'orientation de la normale à la surface sur le tracé des rayons. . .	26
1.20	Mesure de la phase fonction du défaut d'orientation de l'échantillon . . .	29
1.21	Intensité du signal d'interférence en fonction du déphasage.	31
1.22	Schéma de principe d'un modulateur photo-élastique.	33
1.23	Interféromètre de Nomarski : montage 1	34
1.24	Interféromètre de Nomarski : montage 2	35
1.25	Chronogramme des différents signaux utilisés.	36
1.26	Suivi de bandes de glissement à l'aide d'un interféromètre de Nomarski .	36
1.27	Un exemple de carte de phase « pliée »	37
1.28	Principe du dépliement de phase.	38
1.29	Carte de phase obtenue après dépliement de la carte de phase 1.27. . . .	41
1.30	Relation bruit de mesure - temps de pose	42
1.31	Densité de probabilité mesurée du bruit affectant la mesure de phase . . .	42
1.32	Autocorrélation du champ de fluctuations pour 50 images accumulées . .	43
1.33	Autocorrélation du champ de fluctuations pour 5000 images accumulées .	44

1.34	Tracé de la fonction ε_q sur un pas de quantification.	45
1.35	Exemple de topographie différentielle	48
1.36	Fonction de transfert en fonction du décalage	53
1.37	Validation de la mesure de déplacement plan	55
1.38	Description de l'ensemble marqueur-système d'imagerie	56
1.39	Plus petite variation de topographie détectable	57
1.40	Variables pour le calcul de $\psi_k(y)$	58
1.41	Spectre de la rugosité d'une surface d'or	60
1.42	Evolution du paramètre A en fonction du temps de croissance du film d'or.	61
1.43	Evolution du paramètre q_d en fonction du temps de croissance du film d'or.	61
1.44	Probabilité qu'un déplacement d soit détecté sur un pixel (bruit 15 pm)	62
1.45	Probabilité qu'un déplacement d soit détecté sur un pixel (bruit 100 pm)	62
2.1	Description du problème direct standard.	66
2.2	Comparaison des méthodes d'identification dans la littérature.	76
2.3	Modèle de poutre hétérogène.	77
2.4	Champ de rigidité et déformée de la poutre test.	79
2.5	Evolution des erreurs $\eta(C)$ et $\eta(F)$	80
2.6	Corrélation entre l'indicateur w_r et l'erreur sur le champ $\eta(C)$	82
2.7	Dispositif de chargement électrostatique.	83
2.8	Modèle retenu pour décrire la poutre sous un chargement électrostatique.	84
2.9	Champ de déplacement obtenu avec une différence de potentiel de 800V.	84
2.10	Contrastes identifiés avec le modèle décrit sur la figure 2.8	85
2.11	Champs de déplacements expérimental et calculé : erreur de modélisation	85
2.12	Contribution de chacun des éléments à l'indicateur w_r	86
2.13	Hypothèses sur le champ de pression près de l'extrémité du levier	86
2.14	Modèle amélioré pour décrire la poutre sous un chargement électrostatique.	87
2.15	Modèle utilisé pour tester l'influence d'une erreur de modélisation.	88
2.16	Norme de l'écart à l'équilibre à proximité de la solution	89
2.17	Densité de probabilité de trouver la valeur de $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ à distance de $\mathbf{U}_{mes}^t \mathbf{U}_p$	89
2.18	Combinaison des critères statique et cinématique	90
2.19	Critères statique et cinématique : projection sur l'axe β	91
2.20	Critères statique et cinématique : densité de probabilité pour β	91
2.21	Densité de probabilité calculée pour le paramètre β	93
2.22	Contrastes identifiés avec $\beta = \beta_{sol}$	93
2.23	Champs de déplacements expérimental et calculé avec $\beta = \beta_{sol}$	94
3.1	Pointe AFM commerciale supportée par une poutre	98
3.2	Leviers avec une fréquence de résonance élevée	99
3.3	Schéma de principe des leviers creux utilisés par Burg <i>et al.</i> [90].	100
3.4	Structure d'une molécule d'ADN.	102
3.5	Bases composant la molécule d'ADN.	102
3.6	Réactions d'hybridation et de dénaturation de l'ADN.	103

3.7	Méthode de détection des déformations de la poutre (adapté de [83]).	103
3.8	Schéma de la cellule réalisée.	105
3.9	Etats initial et final pour le calcul de Stoney.	106
3.10	Description du modèle de poutre composite.	107
3.11	Cycle de température imposé.	115
3.12	Exemples de figure d'interférences (a) et phase (b)	115
3.13	Signal de phase obtenu en faisant varier la température de la solution . . .	116
3.14	Champ de déplacement obtenu sous sollicitation thermique	116
3.15	Champ de déplacement obtenu pour $\Delta T = 2,7\text{ }^{\circ}\text{C}$	117
3.16	Contraste élastique obtenu sous sollicitation thermique	117
3.17	Champ de cisaillement équivalent obtenu pour $\Delta T = 2,7\text{ }^{\circ}\text{C}$	117
3.18	Evolution du cisaillement avec la température imposée.	118
3.19	Signal de phase mesuré au cours de l'adsorption de décane-thiol	122
3.20	Champ de déplacement mesuré au cours de l'adsorption de décane-thiol. .	123
3.21	Champ de déplacement obtenu après 45 min d'adsorption d'alcane-thiol. .	123
3.22	Contraste élastique obtenu au cours de l'adsorption d'alcane-thiol	123
3.23	Cisaillement identifié pendant l'adsorption d'alcane-thiol	124
3.24	Evolution des cisaillements au cours de l'adsorption d'alcane-thiol. . . .	124
3.25	Schéma de la cellule réalisée pour contrôle électrochimique.	125
3.26	Voltammogramme obtenu avec une matrice de microleviers	126
3.27	Modification des interfaces chargées	127
3.28	Cycle de potentiel imposé, à la vitesse de 2 mV/s.	128
3.29	Evolution du champ de phase mesuré pendant le cycle de potentiel	129
3.30	Evolution du champ de déplacement mesuré pendant le cycle de potentiel	129
3.31	Charge calculée au cours du chargement électrique décrit sur la figure 3.28.	130
3.32	Champ de déplacement obtenu pour un potentiel de 0.4 V (premier cycle).	130
3.33	Contraste élastique obtenu pour un potentiel de 0.4 V (premier cycle). . .	130
3.34	Champ de cisaillement équivalent obtenu au cours des cycles de potentiel	131
3.35	Evolution du cisaillement en fonction de la charge globale de l'électrode.	131
3.36	Modèle simplifié de la structure en double hélice de l'ADN	132
3.37	Champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption de BioB3-SH. . .	134
3.38	Champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption d'ADN	134
3.39	Exemple de contraste élastique obtenu au cours de l'adsorption d'ADN. .	134
3.40	Champ de cisaillement identifié au cours de l'adsorption d'ADN	135
3.41	Evolution du cisaillement au cours de l'adsorption d'ADN.	135
3.42	Champ de déplacement induit par une modification de la solution	136
3.43	Champ de déplacement obtenu après modification de la solution	136
3.44	Exemple de contraste élastique obtenu après modification de la solution .	136
3.45	Champ de cisaillement équivalent obtenu après modification de la solution	137
3.46	Evolution des cisaillements identifiés après modification de la solution . .	137
3.47	Champ de déplacement mesuré au cours de l'hybridation de BioB3-SH. .	138
3.48	Exemple de champ de déplacement obtenu au cours de l'hybridation . . .	138
3.49	Exemple de contraste élastique obtenu au cours de l'hybridation	138

3.50	Champ de cisaillement identifié au cours de l'hybridation	139
3.51	Sensibilité et spécificité du capteur micromécanique de l'hybridation . . .	139
A.1	Carte de l'indicateur ϵ_{interf}	149
A.2	Carte de l'indicateur r_i	150
A.3	Carte de la correction τ	151
B.1	Géométrie du prisme de Wollaston	153
B.2	Géométrie du prisme de Wollaston modifié	159
B.3	Définition de la position du plan de séparation apparent	160
B.4	Géométrie du prisme de Wollaston double	161
D.1	Indice de réfraction d'une solution de KCl en fonction de sa concentration.	166
E.1	Description de la cinématique d'un élément poutre.	167
I.1	Vue au MEB des objets utilisés (15 kV)	181
I.2	Contribution de chaque élément à l'intensité totale mesurée	182
I.3	Surface d'or après attaque micrographique (MEB, 25 kV).	183
I.4	Surface d'or après attaque micrographique (microscope AFM).	184
I.5	Images STM de films d'or évaporés-condensés	185
I.6	Spectre obtenu en diffraction des rayons X sur la silice nue.	185
I.7	Spectre obtenu en diffraction des rayons X sur la couche d'or.	186
I.8	Figure de pôles d'axe (200) obtenue pour une couche d'or de 450 nm. . .	187
J.1	Description du modèle de poutre composite.	189
K.1	Evolution du courant lors du nettoyage électrochimique d'une surface d'or.	193

Liste des tableaux

2.1	Valeurs acceptables du rapport bruit / signal	81
2.2	Valeurs du paramètre β et valeurs de l'indicateur w_r correspondantes. . .	92
2.3	Bornes sur le paramètre β et valeurs de l'indicateur correspondantes . . .	93
3.1	Description des séquences utilisées.	132
D.1	Indice de réfraction de quelques solutions à 25°C.	165
I.1	Paramètres géométriques identifiés.	182

ABORDAGE

« [...] Pour aborder l’archipel des sciences, nous proposons une navigation à la rencontre des autochtones qui l’habitent. Il ne s’agit pas d’aller à la rencontre d’un peuple dont on s’autoriserait à se faire l’interprète. Encore moins de le présenter comme serviteur d’une cause -la vérité, la rationalité, l’objectivité?- qu’il suffirait de mettre en scène afin que leurs pratiques s’éclairent sous une perspective juste. Il s’agit plutôt d’explorer les relations multiples, actives et spéculatives, que les habitants de l’archipel entretiennent entre eux et avec ceux qui les abordent, des relations sans lesquelles l’archipel lui-même n’existerait pas, du moins pas tel que nous le connaissons. Des routes mais aussi des murs ont été créés, des ports aménagés, des échanges codifiés qui ont stabilisé des identités différentielles. Et tout cela ne constitue pas un front uni, ni ne résulte d’une stratégie unanime des scientifiques face aux “autres”, mais plutôt d’un ensemble d’enjeux, souvent problématiques, parfois conflictuels, qui les engage les uns par rapport aux autres.

En d’autres termes, la question de l’unité n’est pas seulement une question posée à propos des scientifiques, mais aussi et surtout une question posée par les scientifiques eux-mêmes, et les réponses apportées à cette question contribuent à situer les différentes communautés scientifiques les unes par rapport aux autres aussi bien qu’avec ce qu’elles définissent comme leur extérieur. »

« 100 mots pour commencer à penser les sciences », Isabelle Stengers et Bernadette Bensaude-Vincent, *Les empêcheurs de penser en rond*.

En guise d'introduction, sur les micro et nano-technologies

Le développement des micro- et nanotechnologies, a d'abord été pensé comme une rupture scientifique et technologique par Drexler en 1981 [1]. Reprenant un cours de Richard Feynman, donné en 1959, il annonce l'ingénierie à l'échelle moléculaire comme la prochaine révolution scientifique et technologique. Si ce qui n'était alors qu'une utopie a d'abord été accueilli avec beaucoup d'ironie, les perspectives dressées par Drexler ont rapidement acquis un statut d'horizon scientifique à portée de main avec la réalisation des premiers dispositifs à effet-tunnel en 1982 [2] et la synthèse des fullerènes par Smalley et son équipe [3]. La course à la maîtrise de molécules uniques était alors lancée.

Aujourd'hui, le discours dominant de promotion des micro- et nanotechnologies s'articule autour de deux arguments complémentaires :

- Le premier énumère les applications nouvelles, issues de ces nouvelles technologies, qui vont bouleverser notre quotidien.
- Le second souligne le risque pour l'Europe de ne pas se hisser au rang des économies fondées sur la connaissance. Le spectre des controverses qui ont accompagné le développement des biotechnologies est bien présent et Philippe Busquin, alors Commissaire Européen en charge de la recherche, déclarait : « L'Europe a raté la révolution des biotechnologies, ne ratons pas celle des nanotechnologies ».

Les (r)évolutions annoncées, trouvent leur origine dans la miniaturisation des objets et des structures maîtrisées de manière isolée. Dans le domaine de l'énergétique, cette miniaturisation des équipements permet d'imaginer des sauts technologiques. Des développements importants sont actuellement en cours dans le domaine des micropiles à combustible, les applications annoncées concernant essentiellement les équipements électroniques portables. Ce type d'application illustre une approche descendante, où l'on miniaturise à l'extrême les objets de notre quotidien. D'autre part, la possibilité de manipuler un faible nombre de molécules, et d'accéder à leur état électronique ouvre la voie de l'électronique moléculaire. On voit ainsi apparaître de nouveaux systèmes électroniques hybrides, soit basés sur de nouveaux types de transistors, soit utilisant de nouvelles méthodes de stockage de l'information, par exemple l'état d'oxydation de molécules organiques comme les porphyrines. On peut également citer le développement de marqueurs fluorescents « bio-compatibles », utilisés dans l'étude du développement embryonnaire [4] et au-

torisant la mise au point de l'équivalent de « codes-barres » colorés. Ces deux exemples illustrent une approche ascendante, où l'assemblage à l'échelle moléculaire tel qu'imaginé par Drexler permet de générer des entités fonctionnelles nanométriques.

Quoi qu'il en soit, cette description des possibles n'est pas anhistorique, et représente un paysage (partiel) à l'instant t de ce qu'on imagine être une trajectoire probable des recherches en nano-sciences. L'expérience des biotechnologies est à ce titre éclairante : dans les années 1980, il y avait un large consensus pour affirmer que les premiers organismes génétiquement modifiés seraient animaux. Le résultat est qu'aujourd'hui, ils sont en très grande majorité végétaux. Le développement de ces sciences et techniques émergentes est jalonné de multiples accidents et ré-orientations des trajectoires de recherche, au fur et à mesure que certaines pistes disparaissent lorsque d'autres apparaissent.

D'une manière générale, la miniaturisation des objets accroît considérablement leur rapport surface / volume, accentuant largement leur capacité à interagir avec leur environnement. Bien que celle-ci soit encore mal évaluée [5], la firme allemande BASF (entre autres) commercialise déjà une gamme de crèmes solaires à base de dioxyde de titane nanostructuré, montrant ainsi l'engouement pour ces technologies. Cet engouement est encore plus flagrant quand on cherche à estimer l'importance des investissements déjà réalisés.

Enfin, la focalisation de la recherche sur des objets de taille nanométrique amorce une convergence entre des disciplines (et des communautés) scientifiques qui s'ignoraient jusque là. Les fruits de cette convergence se retrouvent sous la forme de dispositifs de dépollution des sols, mais surtout dans le développement d'une nouvelle instrumentation pour la biologie. En effet, les dimensions des objets fabriqués par les techniques issues de la microélectronique commencent à se rapprocher de celles des fragments d'ADN ou des protéines.

Le vaste domaine des sciences du vivant s'est fortement restructuré, dans la seconde moitié du vingtième siècle, autour de la biologie dite moléculaire. Le postulat de base consistait alors à associer un gène (génotype) à chaque caractère (phénotype). Ce postulat s'est trouvé renforcé par la découverte en 1953, de la structure de la molécule d'acide désoxyribonucléique (ADN) par Watson et Crick [6]. Traiter avec ce postulat de base, que ce soit pour exhiber une corrélation entre un caractère et une séquence d'ADN, ou pour tester la validité du postulat, nécessite de pouvoir déterminer expérimentalement la nature d'une séquence. C'est la fonction des « puces à ADN ». Les différentes puces à ADN vont donc se différencier par la nature du support utilisé, les techniques de fabrication et de lecture. Les systèmes de biopuces disponibles commercialement reposent sur l'utilisation d'une séquence d'ADN cible modifiée à l'aide d'un marqueur fluorescent. L'hybridation de cette cible avec une séquence sonde greffée sur la biopuce fait apparaître un signal de fluorescence sur la biopuce, qui est alors mesuré. Cette technique autorise le suivi en parallèle d'un grand nombre de sondes, en utilisant une caméra ou un scanner. Il est alors possible de suivre l'évolution temporelle du signal de fluorescence, qui

renseigne sur la cinétique d'hybridation, et donc autorise une détermination quantitative des séquences recherchées. Néanmoins, l'utilisation des différents systèmes commerciaux pour détecter les mêmes séquences dans la même solution laisse apparaître, un très faible taux de recouvrement entre les séquences effectivement détectées [7]. Plusieurs voies sont donc explorées pour mettre au point une méthode de détection alternative de la réaction d'hybridation. En particulier, l'utilisation de plasmons de surface [8] [9], de transistors à effet de champ [10] ou de capteurs micromécaniques [11] semblent prometteuses. La singularité de cette dernière technique proposée par les équipes d'IBM est qu'elle repose uniquement sur des constatations expérimentales : réaliser une réaction d'hybridation à la surface d'un objet micro-mécanique induit une déformation de cet objet. Les expériences initiales ont été reproduites par plusieurs équipes, qui ont parfois obtenu des résultats inattendus, toujours inexplicables. Aussi, ce coin d'ombre est le véritable point de départ de cette thèse.

Ce qui est également en germe dans le développement des nanotechnologies, c'est la remise en cause de la démarche même « de l'ingénieur » qui consiste à agencer au mieux des éléments maîtrisés pour réaliser une fonction prédéfinie. La démarche propre aux nanotechnologies, déjà suggérée par Drexler, consisterait maintenant à se donner des systèmes complexes, et à en étudier les réactions à divers stimuli, le succès venant alors de réactions inattendues. Dans ce contexte, c'est bien une réorganisation de tout l'archipel des sciences de Stengers et Bensaude-Vincent qui est en marche. Ce qui est assurément révolutionnaire dans l'avènement des micro- et nanotechnologies, c'est la recomposition des liens, non seulement entre les communautés scientifiques, mais également avec ce qu'elles définissent comme leur extérieur commun.

Ainsi, la réduction des dimensions des objets jusqu'à des dimensions micrométriques pose trois défis à la mécanique.

- **Un défi expérimental** : comment accéder aux grandeurs cinématiques ou statiques pertinentes quand la dimension caractéristique des objets considérés est très inférieure aux échelles usuelles ? Et quelles sont les grandeurs pertinentes ? En particulier, l'ensemble des essais standardisés à l'échelle habituelle (c'est-à-dire quelques dizaines de centimètres) découle du fait que la tolérance de fabrication de ces objets est très faible devant leur dimension caractéristique. Que mesurer alors quand la géométrie de l'objet considéré est mal maîtrisée ?
- **Un défi pratique**, qui consiste à repenser les liens entre modèle et expérience, puisque les grandeurs expérimentales pertinentes sont modifiées, et les modèles réalistes encore à construire.
- **Un défi théorique** : la dimension caractéristique des objets diminuant, le rapport surface / volume, faible pour les objets usuels de la mécanique, gagne plusieurs ordres de grandeur quand on atteint les dimensions micrométriques. Par conséquent, ce défi théorique consiste à modéliser des effets mécaniques surfaciques, quand, de manière un peu polémique, toute la mécanique des milieux continus est écrite sur un élément de volume.

Aussi, ce manuscrit s'articule autour de trois chapitres :

- Le premier présente des outils expérimentaux développés et caractérisés pour la mesure de champs de grandeurs cinématiques à l'échelle du micromètre ;
- Le second présente une méthode d'identification de propriétés élastiques et de chargement mécanique à partir de mesures cinématiques. En particulier, le problème de l'identification de paramètres de modélisation est abordé ;
- Enfin, le troisième et dernier chapitre consiste en l'application des outils présentés dans les deux premiers chapitres à divers cas de chargement, notamment à des chargements d'origine électrochimique ou biologique.

Enfin, une série d'annexes illustre et complète le propos, en présentant au lecteur les développements exclusivement techniques nécessaires à la compréhension et/ou à l'approfondissement de certains points.

Chapitre 1

La mesure de champs de déplacements à l'échelle micrométrique

Dans ce premier chapitre, une technique de mesure de champs de déplacements adaptée aux objets de taille micrométrique est présentée.

1 Contexte

L'objectif est ici d'obtenir par l'expérience des grandeurs cinématiques relatives à des objets essentiellement bidimensionnels, dont les dimensions caractéristiques sont la dizaine de micromètres dans leur plan, et du micromètre dans l'épaisseur. Une mesure du déplacement de la surface d'un objet est donc susceptible de décrire complètement sa cinématique. De plus, ces objets pourront être placés dans des milieux relativement perturbés (milieu aqueux par exemple). La technique à utiliser doit donc être insensible aux perturbations extérieures. Les MEMS sont fabriqués avec les techniques issues des procédés d'obtention de la micro-électronique. Le procédé utilisé pour la fabrication des objets employés est décrit schématiquement sur la figure 1.1. La surface d'un wafer de silicium est oxydée, pour former une couche de silice d'épaisseur contrôlée (étape 1). Un masque en résine, reproduisant les formes que l'on souhaite obtenir, est réalisé sur la surface de silice (étape 2), de sorte que les portions de silice qui seront conservées sont protégées par la résine. La silice « à nu » est alors dissoute et le masque en résine retiré

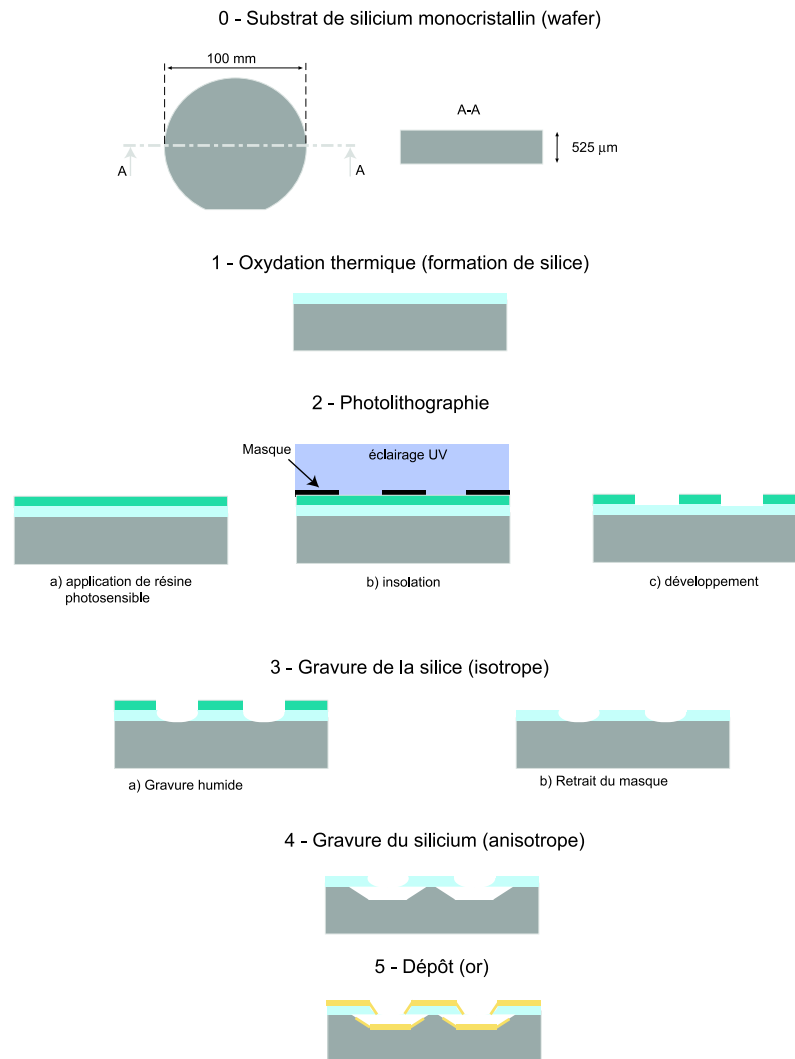


FIG. 1.1: Procédé d'obtention des micro-objets mécaniques employés.

(étape 3). La silice dissoute laisse apparaître le substrat silicium, qui peut être attaqué, préférentiellement suivant certains plans cristallins. Les solutions utilisées n'affectent pas (ou peu) la silice, de sorte que les structures en silice sont libérées par la gravure du silicium. Les objets employés sont alors recouverts d'une couche d'or. Chaque étape consiste en un dépôt ou une modification de surface. Les objets obtenus sont donc toujours des assemblages multi-couches, nominalement plans (voir figure 1.2). On va alors montrer dans les paragraphes suivants la nécessité d'une mesure locale de champs de déplacements, sans contact ni modification de la surface.

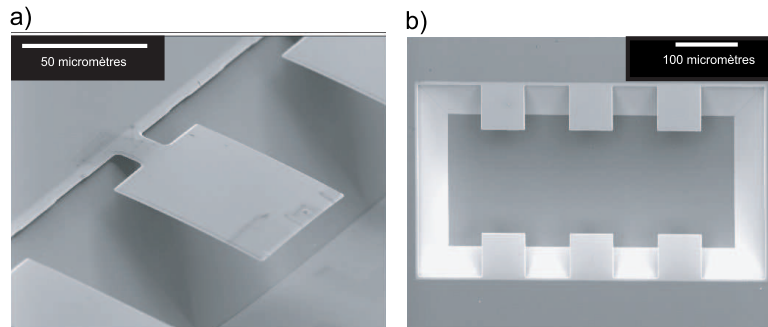


FIG. 1.2: Deux exemples de micro-objets mécaniques obtenus par le procédé décrit sur la figure 1.1.

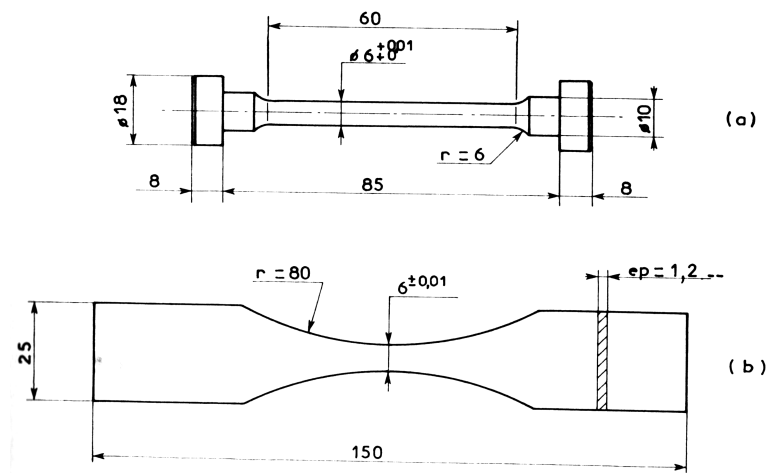


FIG. 1.3: Deux exemples d'éprouvettes classiques à l'échelle macroscopique, d'après [17].

1.1 Une mesure locale

La figure 1.3 montre deux exemples d'éprouvettes classiques, utilisées à l'échelle macroscopique pour déterminer le comportement de matériaux. L'éprouvette (a) est une éprouvette de traction. Elle est usuellement montée dans une machine qui permet d'imposer un déplacement ou un effort de traction global et de mesurer (à l'aide d'un extensomètre ou de jauges de déformation) la déformation moyenne (sur la base de mesure de l'extensomètre ou sous la jauge) que subit l'éprouvette. Si la géométrie de l'éprouvette est bien maîtrisée (ce qui se traduit par des spécifications géométriques à satisfaire), alors on sait relier des mesures globales (effort, déformation moyenne) à un comportement local de l'éprouvette pourvu que le comportement du matériau soit homogène dans la zone utile de l'éprouvette. Le corps d'épreuve (b) est également une éprouvette de traction, conçue pour confiner les phénomènes d'endommagement dans sa partie centrale. Le champ de

contrainte est en effet hétérogène dans cette structure, mais tant que la géométrie, simple, est maîtrisée, on peut faire l'hypothèse que ce champ de contrainte locale est connu si le matériau a un comportement homogène dans toute la zone utile.

En travaillant avec des objets dont au moins une de dimensions excède la centaine de micromètres, plusieurs équipes ont essayé de reproduire à cette échelle des essais où l'état de contrainte est homogène, tels que ceux pratiqués et standardisés pour des objets macroscopiques. Les premiers essais de traction ont été réalisés sur des échantillons maintenus dans un cadre [12]. Des essais de flexion sont également réalisés en utilisant un micro-indenteur [13] [14]. Des essais d'indentation, de fatigue ou de fluage existent également [15]. Néanmoins, quand la plus grande dimension de l'objet devient inférieure à un seuil de l'ordre de la centaine de micromètres, la manipulation et l'immobilisation d'un objet simple devient extrêmement délicate. On notera cependant que Chasiotis et Knauss ont développé un dispositif de collage adapté [16]. Afin de ne pas avoir à manipuler de micro-objets uniques et isolés, on fait le choix ici de caractériser des objets mécaniquement liés à un support (wafer de silicium).

La difficulté de spécifier et de contrôler les caractéristiques dimensionnelles des micro-objets est la première contrainte à contourner quand les dimensions de l'objet diminuent. Elle interdit notamment l'utilisation d'une méthode globale, puisque les tolérances permises par les procédés de fabrication (de l'ordre du micromètre), comparées aux dimensions de l'objet (la dizaine de micromètres), ne permettent pas d'assurer l'homogénéité des états de contrainte. Par ailleurs, lorsque la micro-structure est liée à son support, les conditions aux limites mécaniques sont mal connues. Par exemple, lorsque un objet est obtenu par gravure dite « humide », c'est la diffusion d'espèces chimiques dans le réactif qui permet la dissolution progressive du substrat (étapes 3a et 4 sur la figure 1.1). Cette diffusion est isotrope, et même si la réaction à l'origine de la gravure se fait préférentiellement suivant une famille de plans cristallins, la diffusion isotrope d'espèces dans la solution limite la gamme de formes tridimensionnelles que l'on peut obtenir par ces procédés. En particulier, la liaison entre l'objet et son support sera souvent « étendue », comme on peut le voir sur les figures 1.4 et 1.5.

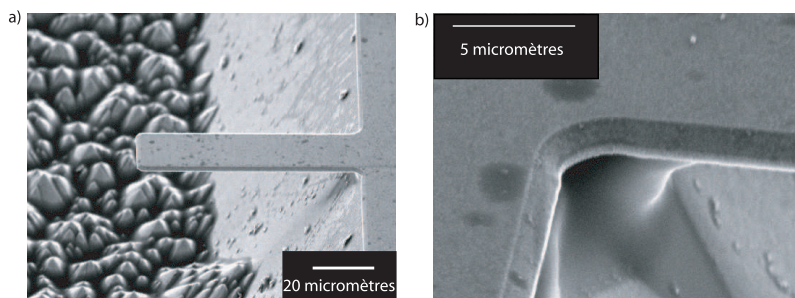


FIG. 1.4: a) Vue d'ensemble d'un microlevier Au (450 nm) / SiO₂ (700 nm) sur substrat Si (MEB, 15 kV). b) Détail de l'encastrement (MEB, 15 kV).

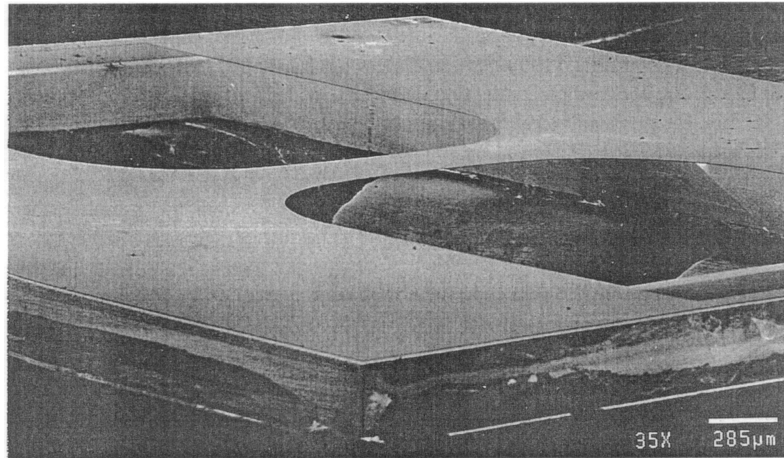


FIG. 1.5: Vue d'ensemble d'une micro-éprouvette de traction en silicium polycristallin, maintenue dans un cadre en silicium monocristallin, tirée de [15].

1.2 Une mesure sans contact et sans modification de la surface

On a montré en 1.1 la nécessité d'une mesure de champs de déplacements (*i.e.*, une mesure locale) comme une conséquence des procédés de fabrication des micro-structures. Cependant, il est souhaitable que les moyens de mesure et de chargement employés ne

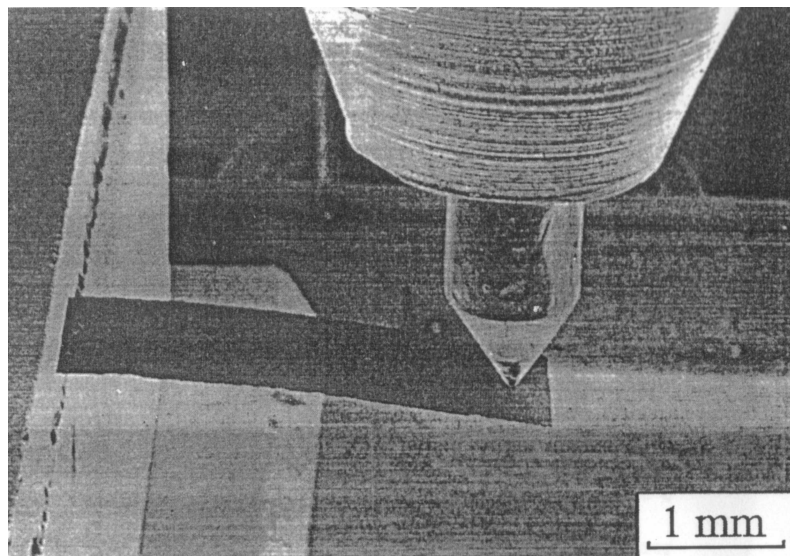


FIG. 1.6: Une poutre est fléchie à l'aide d'une pointe de micro-indenteur, (tiré de [18]).

limitent pas l'accès à tout ou partie de l'objet considéré, comme c'est le cas pour une mesure globale obtenue avec un dispositif de nano- ou micro-indentation (voir par exemple [14] [18]), comme décrit sur la figure 1.6.

Par ailleurs, la dimension caractéristique des micro-objets diminuant, leur compor-

tement (mécanique, thermique mais aussi chimique, etc.) est dominé par des effets de surface, plutôt que de volume. C'est ce qui en fait des capteurs très sensibles de leur environnement. Par conséquent, la mesure d'un champ de déplacement, pour rester non intrusive, ne doit pas nécessiter de modification de la surface ou de contact avec celle-ci. On ne peut donc pas imaginer utiliser des techniques de moiré, interférométrie ou non (pour une présentation synthétique de ces méthodes, on peut se référer à [19]), puisqu'elles nécessitent le dépôt d'une grille adhérente à l'objet. De même, on ne peut pas utiliser de technique de microscopie à force atomique (voir [20]), qui présente en outre l'inconvénient de nécessiter des temps d'acquisition longs, et celui d'être délicate à pratiquer en milieu aqueux.

Enfin, il nous faut pouvoir opérer avec des surfaces dont la rugosité peut être très faible, souvent inférieure au nanomètre. Par conséquent, les techniques utilisant le speckle dû à la rugosité de surface (voir notamment l'introduction de [21] et [22]) sont, a priori, inopérantes ici.

Une technique d'imagerie interférométrique apparaît donc bien adaptée à une mesure des champs de déplacements. La configuration la plus simple qui permette de réaliser cette fonction est celle de l'interféromètre de Michelson, dont un schéma est présenté sur la figure 1.7. Ce type d'interféromètre a été utilisé en mécanique du solide pour

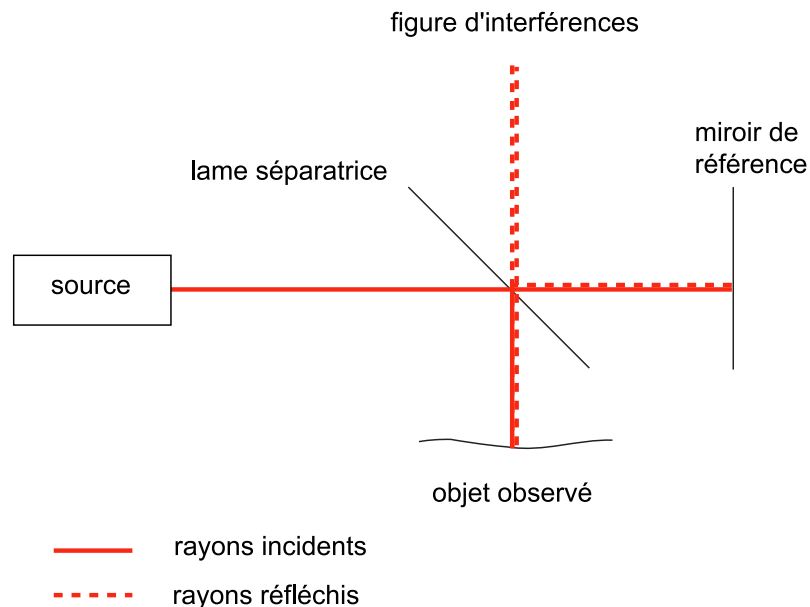


FIG. 1.7: Schéma de principe d'un interféromètre de Michelson.

observer par exemple l'apparition de bandes de glissement persistantes à la surface d'un métal soumis à un chargement de fatigue [25]. On observe alors une figure d'interférence comme celle présentée sur la figure 1.8a.

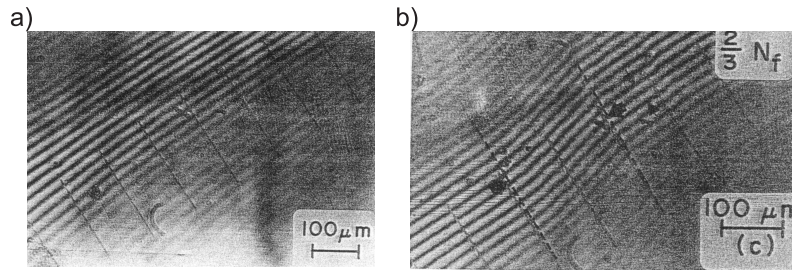


FIG. 1.8: Figure d'interférences obtenue en observant la surface d'un monocristal de cuivre à l'aide d'un interféromètre de Michelson réglé en coin d'air avant (a) et après (b) l'apparition de bandes de glissement (tiré de [25]).

On obtient un ensemble de lignes de niveau, représentant la différence de marche optique entre les rayons qui ont parcouru les deux bras de l'interféromètre. Si la rugosité du miroir de référence est faible devant celle de l'objet observé, alors ces lignes de niveau représentent la topographie (à une pente près) de l'objet observé. La différence d'altitude entre une frange claire et une frange sombre est alors égale à $\frac{\lambda}{4 \times n}$, avec λ la longueur d'onde de la source utilisée, et n l'indice du milieu traversé. Après une sollicitation de fatigue, des bandes de glissement persistantes sont apparues à la surface du matériau, modifiant la figure d'interférences enregistrée (figure 1.8b). Dans ce dispositif, les deux bras de l'interféromètre sont spatialement bien distincts. Par conséquent, les perturbations du milieu ambiant (variations d'indices dues à la convection, à un gradient de concentration, etc...) seront décorrélées entre les deux bras. Il s'ensuit une différence de marche supplémentaire, due à la différence entre les milieux traversés, qui va perturber la mesure de topographie.

2 Mesure d'une topographie différentielle

2.1 L'interféromètre de Nomarski

2.1.1 Principe

Dans l'ensemble des techniques optiques utilisées en mécanique des solides [23], il ne reste donc que la famille des techniques à dédoublement. L'idée est de faire interférer les ondes provenant de deux points proches sur l'objet, plutôt que les ondes issues de l'objet d'une part et d'une surface de référence d'autre part. On réalise ainsi une mesure différentielle, moins sensible, a priori, aux perturbations extérieures. Ces techniques de dédoublement ont surtout été déclinées pour l'interférométrie de speckle [24], on parle alors d'*interférométrie shearographique*, quelle que soit la technique utilisée pour réaliser le décalage entre deux points de l'objet. On utilise alors souvent le terme de cisaillement, par analogie avec l'élasticité. En l'absence d'une rugosité suffisante (c'est-à-dire très inférieure au dixième de la longueur d'onde) pour générer une figure de speckle, on utilisera donc une technique interférométrique mesurant une topographie plutôt qu'un

champ de déplacement. De la même manière qu'en shearographie, on peut s'affranchir de nombreuses perturbations en effectuant une mesure différentielle. Le dispositif de microscopie interférentielle présenté sur la figure 1.9 est celui initialement proposé par Nomarski [26]. Il utilise une diode électro-luminescente pour l'éclairage et une caméra CCD pour l'enregistrement du signal d'interférence. Ce type d'interféromètre a déjà été mis en œuvre pour l'étude de la rugosité d'échantillons très peu rugueux [27], [28], [29], [30]. Une diode électro-luminescente (LED de quelques dizaines de mW, de longueur d'onde $500 \leq \lambda \leq 800nm$) éclaire au travers d'un polariseur une lame séparatrice. Le faisceau arrive alors sous incidence normale sur le prisme de Wollaston. Le faisceau réfléchi par la lame est polarisé à 45° des axes propres du prisme de Wollaston. Celui-ci transmet alors deux faisceaux formant un petit angle. Ces faisceaux, polarisés orthogonalement selon les axes du prisme de Wollaston, sont focalisés à la surface de l'échantillon à l'aide d'un objectif (de microscope ou photographique) travaillant à l'infini. Après réflexion sur l'objet, les deux faisceaux polarisés se recombinent dans le prisme avant de traverser la lame séparatrice. Le faisceau traverse un analyseur, dont l'axe est à 45° de ceux du prisme de Wollaston, et à 90° du premier polariseur. On réalise ainsi l'interférence entre deux topographies de la surface décalées d'une longueur d introduite par le prisme de Wollaston. La figure d'interférences obtenue au foyer de la lentille tube est recueillie sur un capteur CCD.

2.1.2 Le prisme de Wollaston

C'est le composant qui permet d'imposer des chemins quasi identiques aux deux bras de l'interféromètre. Dans sa version la plus simple, il est constitué de deux demi-prismes d'un matériau optiquement anisotrope : de la calcite (spath d'Islande) ou du quartz, qui cristallisent dans un réseau rhomboédrique ou hexagonal, respectivement. Dans ce cas, les axes du repère diélectrique principal sont liés aux axes cristallographiques, ce sont des milieux uniaxes.

La figure 1.10 présente une lame à faces parallèles d'un milieu uniaxe, éclairée dans un plan perpendiculaire à l'axe optique sous incidence oblique par un rayon de lumière non polarisée. Elle transmet deux rayons polarisés orthogonalement. Sur la première face traversée :

- La composante du rayon incident dont la direction de polarisation est parallèle à l'axe optique (notée TE) est réfractée suivant la loi

$$n_1 \sin(\alpha) = n_E \sin(\beta^{TE}) \quad (1.1)$$

où n_E est l'indice extraordinaire et n_1 l'indice du milieu ambiant.

- La composante du rayon incident dont la direction de polarisation est perpendiculaire à l'axe optique (notée TM) est réfractée suivant la loi

$$n_1 \sin(\alpha) = n_o \sin(\beta^{TM}) \quad (1.2)$$

où n_o est l'indice ordinaire du milieu.

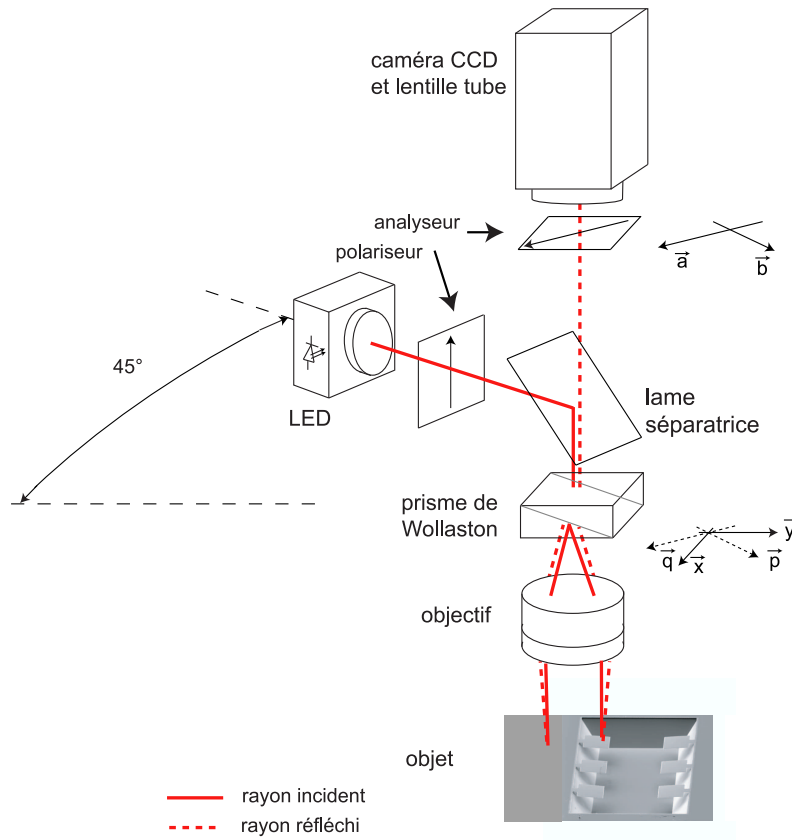


FIG. 1.9: Schéma de principe d'un interféromètre de Nomarski.

Dans un prisme de Wollaston, les deux demi-prismes ont des axes optiques perpendiculaires entre eux et parallèles aux arêtes. Lorsqu'il est éclairé par un faisceau de lumière non-polarisée et sous incidence normale, il transmet deux faisceaux distincts, formant un petit angle, et portant des polarisations orthogonales. La figure B.1 présente la décomposition d'un rayon incident en ces deux rayons émergents et la définition des angles. Les lois de Descartes nous donnent, à l'interface entre les deux demi-prismes

$$n_E \sin(\beta^{TM}) = n_o \sin(\theta) \quad (1.3)$$

$$n_o \sin(\beta^{TE}) = n_E \sin(\theta) \quad (1.4)$$

A la sortie du prisme de Wollaston (avec un milieu ambiant d'indice $n_1 = 1$)

$$\sin(\beta_{air}^{TM}) = n_E \sin(\beta^{TM} - \theta) \quad (1.5)$$

$$\sin(\beta_{air}^{TE}) = n_o \sin(\beta^{TE} - \theta) \quad (1.6)$$

En considérant maintenant que les angles sont petits devant π , (vrai si θ est petit devant π), il vient

$$\beta_{air}^{TM} - \beta_{air}^{TE} \simeq 2(n_o - n_E)\theta \quad (1.7)$$

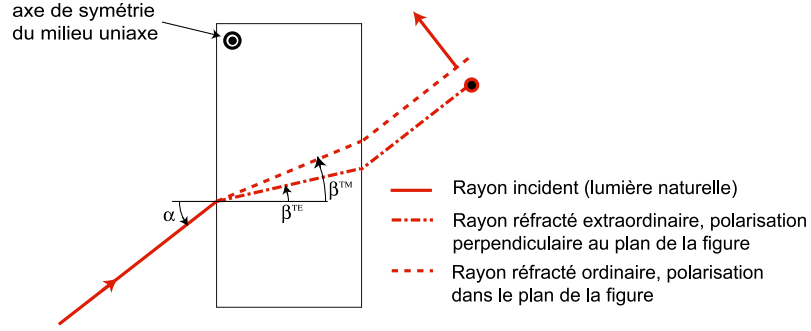


FIG. 1.10: Tracé des rayons traversant une lame d'un matériau uniaxe positif ($n_o < n_E$).

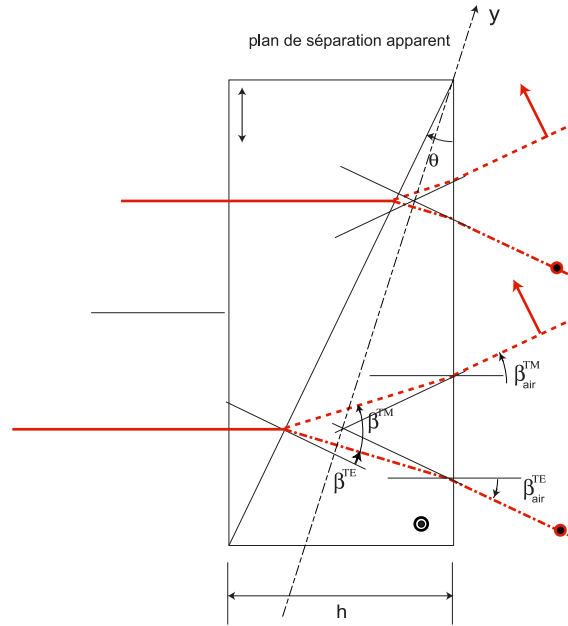


FIG. 1.11: Schéma de principe d'un séparateur de Wollaston.

En pratique, $|n_o - n_E|$ est très faible, de sorte qu'il est difficile d'obtenir de grands décalages (pour le quartz : $n_o - n_E = -9 \times 10^{-3}$, pour la calcite : $n_o - n_E = 0.17$). Pour un prisme classique en quartz, utilisé pour du contraste interférentiel, $|\beta_{air}^{TM} - \beta_{air}^{TE}|$ est de l'ordre de 10^{-3} rad. Par ailleurs, les rayons émergents du prisme de Wollaston semblent se séparer dans un plan, qui peut être localisé à l'intérieur ou à l'extérieur du prisme. On appelle ce plan "plan de séparation apparent". Sa position est une caractéristique du prisme de Wollaston utilisé.

2.1.3 Figure d'interférence obtenue

Sur la figure 1.9, la direction de polarisation du faisceau incident sélectionnée par le polariseur est repérée par le vecteur $\mathbf{p}$. La direction selon laquelle le prisme de Wollaston opère le décalage est notée $\mathbf{y}$. La direction de la polarisation sélectionnée par l'analyseur

est représentée par le vecteur $\mathbf{a}$. Les directions orthogonales, dans le plan du prisme, sont notées $\mathbf{q}$, $\mathbf{x}$, $\mathbf{b}$, respectivement. On note E_0 l'amplitude du faisceau non polarisé incident sur le polariseur. Si t_p est le facteur de transmission du polariseur, et ε_p le rapport entre les amplitudes transmises avec des directions de polarisation orthogonales, le prisme de Wollaston est éclairé par deux faisceaux incidents, portant des polarisations orthogonales $E_{pp}\mathbf{p}$ et $E_{pq}\mathbf{q}$, avec

$$E_{pp} = E_0 t_p \quad (1.8)$$

$$E_{pq} = E_0 \varepsilon_p t_p \quad (1.9)$$

Pour une source incohérente (LED), ces deux faisceaux sont incohérents, et doivent donc être traités séparément. $\varepsilon_p t_p$ représente le facteur de transmission du polariseur pour une polarisation orthogonale à sa direction privilégiée. Pour un polariseur parfait, $\varepsilon_p = 0$.

Après avoir traversé le prisme de Wollaston, s'être réfléchi sur l'échantillon, puis avoir traversé l'ensemble prisme de Wollaston-lame séparatrice, le premier faisceau porte la polarisation

$$\mathbf{E}_{np} = t_n \left[(E_{pp}(\mathbf{py}))e^{i\phi}\mathbf{y} + (E_{pp}(\mathbf{px}))\mathbf{x} \right] \quad (1.10)$$

où ϕ est le déphasage introduit par l'ensemble Wollaston-objet entre les faisceaux portant une polarisation suivant $\mathbf{y}$ et $\mathbf{x}$, t_n est le facteur de transmission de l'ensemble. Enfin, l'analyseur transmet un faisceau portant une polarisation

$$\mathbf{E}_{ap} = E_{pa}\mathbf{a} + E_{pb}\mathbf{b} \quad (1.11)$$

avec

$$E_{pa} = t_a t_n \left[(E_{pp}(\mathbf{py}))e^{i\phi}(\mathbf{ya}) + (E_{pp}(\mathbf{px}))(\mathbf{xa}) \right] \quad (1.12)$$

$$E_{pb} = \varepsilon_a t_a t_n \left[(E_{pp}(\mathbf{py}))e^{i\phi}(\mathbf{yb}) + (E_{pp}(\mathbf{px}))(\mathbf{xb}) \right] \quad (1.13)$$

où t_a est le facteur de transmission de l'analyseur, et $\varepsilon_a t_a$ le facteur de transmission pour la direction d'extinction. L'intensité I d'un point dans le plan image est donnée par

$$I_p = \mathbf{E}_{ap} \cdot \mathbf{E}_{ap}^* \quad (1.14)$$

$(\cdot)^*$ désigne le conjugué de $(\cdot)$. On mène exactement le même calcul avec le second faisceau, pour obtenir l'intensité I_q . Ces deux faisceaux étant incohérents, on somme ces deux intensités pour obtenir, dans une configuration avec $(\mathbf{x}, \mathbf{p}) = (\mathbf{x}, \mathbf{b}) = \frac{\pi}{4}$

$$I = I_0 + A \cos(\phi + \pi) \quad (1.15)$$

$$I_0 = \frac{|E_0 t_a t_n t_p|^2}{2} (1 + \varepsilon_a^2)(1 + \varepsilon_p^2) \quad (1.16)$$

$$A = \frac{|E_0 t_a t_n t_p|^2}{2} (1 - \varepsilon_a^2)(1 - \varepsilon_p^2) \quad (1.17)$$

Le contraste de la figure d'interférence

$$\frac{A}{I_0} = \frac{(1 - \varepsilon_a^2)(1 - \varepsilon_p^2)}{(1 + \varepsilon_a^2)(1 + \varepsilon_p^2)} \quad (1.18)$$

vaut 1 si les polariseurs sont parfaits ($\varepsilon_a = \varepsilon_p = 0$), et décroît si ε_a ou ε_p s'éloigne de 0. Le même type d'expression aurait été obtenu avec des défauts d'orientation de l'ensemble analyseur et polariseur, si bien que l'on considérera la forme (1.15) comme suffisamment générale pour décrire la figure d'interférence obtenue dans le cas d'un montage réel. Par ailleurs, on obtient exactement le même résultat en menant le calcul en supposant que les deux faisceaux portant les polarisations $E_{pp}\mathbf{p}$ et $E_{pq}\mathbf{q}$ sont cohérents. Cela signifie que des effets de dépolarisation introduits par un élément du montage autre que les polariseurs auraient le même effet. La figure 1.12 présente un exemple de figure d'interférences ob-

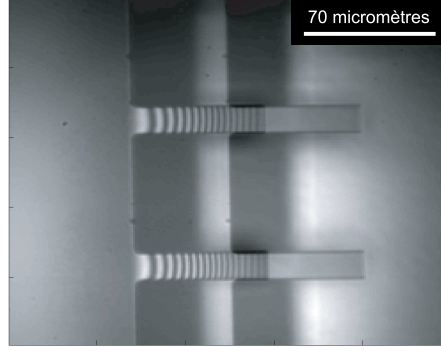


FIG. 1.12: Image d'interférences obtenue en observant deux poutres similaires à celle de la figure 1.4 avec un décalage de l'ordre de 50 micromètres.

tenu en observant deux poutres similaires à celle de la figure 1.4, dans un milieu aqueux avec un décalage de 50 micromètres. On remarque distinctement les deux images du bord du support et des poutres.

2.2 Quelles informations contient la carte de phase ?

Dans le paragraphe 2.1.3, on a considéré que l'ensemble prisme de Wollaston - objet introduisait, lors de l'aller-retour, un déphasage ϕ entre les deux faisceaux polarisés suivant la direction de décalage du prisme de Wollaston et sa direction perpendiculaire dans le plan du prisme. On cherche ici à détailler l'information contenue dans la carte de phase ϕ à l'origine de la figure d'interférence I qui peut être enregistrée sur la caméra. On se propose donc de décomposer la phase totale en une contribution ϕ_m venant de l'objet, et une contribution ϕ_W due au prisme de Wollaston

$$\phi = \phi_m + \phi_W \quad (1.19)$$

On mène les calculs, dans les parties 2.2.1 et 2.2.2, en supposant une source ponctuelle, et donc un unique faisceau traversant le prisme de Wollaston, sous incidence normale. Dans la partie 2.2.3, les résultats obtenus sont généralisés pour une incidence quelconque dans le plan de symétrie du prisme.

2.2.1 Phase introduite par l'objet

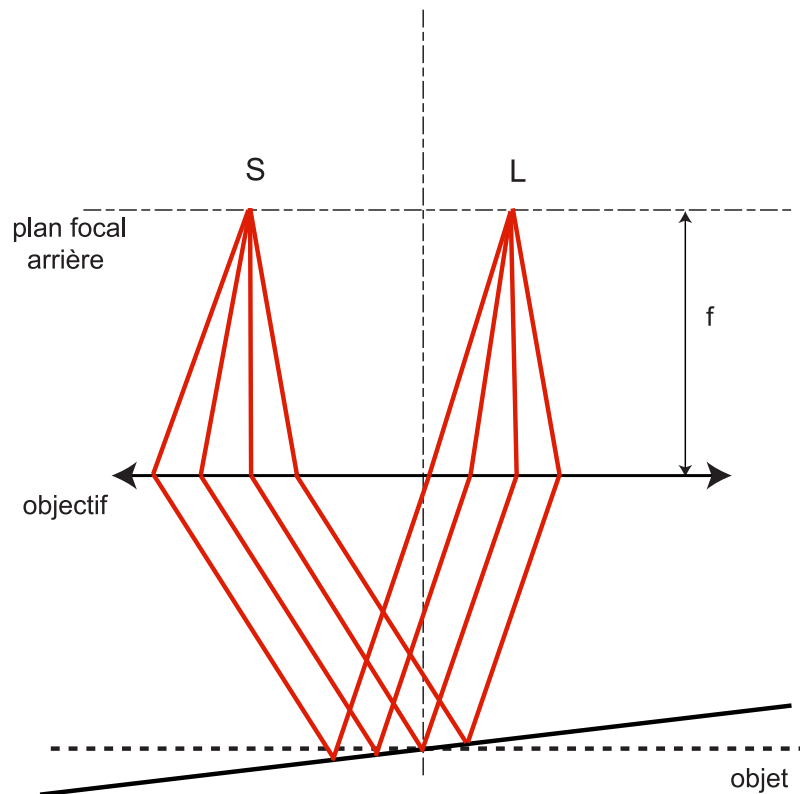


FIG. 1.13: Tracé des rayons issus d'un point source dans le plan focal arrière d'une lentille convergente et du point image dans le même plan.

Phase produite par un plan incliné La figure 1.13 présente le tracé des rayons qui permettent de construire l'image L d'une source S située dans le plan focal arrière d'une lentille convergente. La lumière émerge de la lentille en un faisceau parallèle, et est réfléchi au travers de la lentille par un plan réfléchissant, dépourvu de rugosité. Comme les rayons réfléchis sont parallèles, ils convergent tous au point L situé dans le plan focal arrière. D'après le principe de Fermat, tous ces rayons ont parcouru le même chemin optique. Par suite, si le prisme de Wollaston est positionné de telle sorte que son plan de séparation apparent est confondu avec le plan focal arrière de la lentille, les rayons émergents du prisme de Wollaston au point S sont deux des rayons de la famille tracée sur la figure 1.13. La seule différence de marche introduite par l'objet lors d'un aller-retour est alors introduit à la réflexion, si et seulement si le comportement en réflexion de l'échantillon

est hétérogène. Dans la suite, on considérera le comportement en réflexion des surfaces observées comme homogène, en ne s'intéressant qu'aux effets liés à la topographie de l'objet.

Phase produite par une différence de hauteur La construction précédente est reproduite pour un objet présentant une marche de hauteur Δz sur la figure 1.14. En pointillés

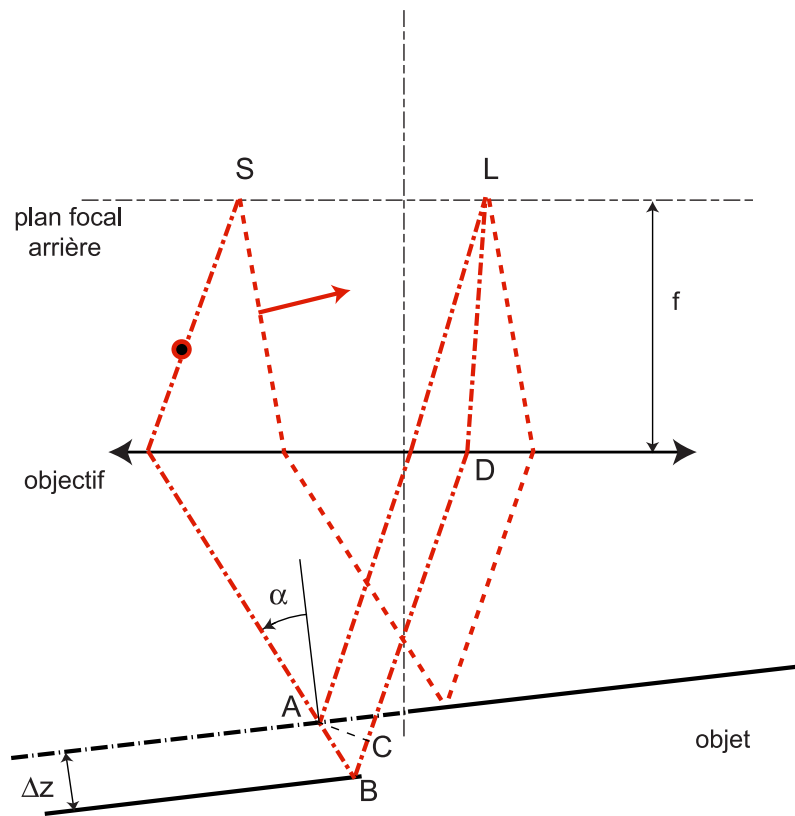


FIG. 1.14: Tracé des rayons issus d'un point source dans le plan focal arrière d'une lentille convergente et du point image dans le même plan, pour un objet présentant une marche.

est tracé le rayon réfléchi dans des conditions similaires à celles de la figure 1.13, c'est-à-dire sans marche. La différence de marche δ_m introduite par la marche est ajoutée en parcourant les segments $[AB]$ et $[BC]$, où C est obtenu par projection orthogonale de A sur $[BD]$. Cette différence de marche s'écrit, dans un milieu d'indice n

$$\begin{aligned}
 \delta_m &= n \times (AB + BC) \\
 &= n \times \left(\frac{\Delta z}{\cos(\alpha)} + \frac{\Delta z \cos(2\alpha)}{\cos(\alpha)} \right) \\
 &= n \times 2\Delta z \cos(\alpha)
 \end{aligned} \tag{1.20}$$

où α est l'angle d'incidence sur l'objet. En première approximation, on peut considérer que α reste faible. On a alors

$$\phi_m = \frac{2\pi\delta_m}{\lambda} \simeq \frac{4\pi n\Delta z}{\lambda} \quad (1.21)$$

Si l'hypothèse précédente est mise en défaut, par exemple si l'on utilise un objectif à forte ouverture numérique, alors l'expression (1.21) peut être remplacée, dans la limite des ouvertures numériques inférieures à 0.3, par l'expression approchée

$$\phi_m = \frac{4\pi n\Delta z}{\iota\lambda} \quad (1.22)$$

où ι est un paramètre à calculer en fonction de l'ouverture numérique. Le calcul correspondant est détaillé dans l'annexe A, et fait intervenir l'ouverture numérique de l'objectif utilisé et la répartition angulaire de puissance lumineuse incidente. Il est usuel de retenir une fonction de la forme $P(\alpha) = (\cos(\alpha))^m$, où m est un exposant dépendant de l'éclairage et de l'objectif. La figure 1.15 montre la valeur de la correction à apporter, en fonction de

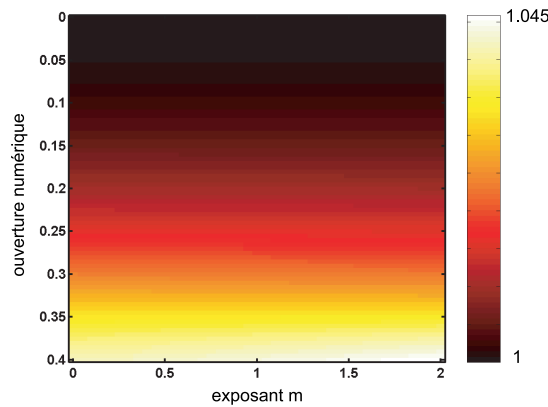


FIG. 1.15: Carte de la correction ι pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.4, et un exposant m variant de 0 à 2.

l'ouverture numérique de l'objectif utilisé et de l'exposant m . Ce calcul est valable si la figure d'interférences couvre moins d'une dizaine de franges. L'influence de m sur cette correction étant négligeable, la donnée de la seule ouverture numérique (si celle-ci est inférieure à 0.3) permet d'effectuer une exploitation simple de la phase ϕ_m .

2.2.2 Phase introduite par le prisme de Wollaston

Fonction de phase du prisme de Wollaston Dans la suite, on appelle $l_n^{TE}(y)$ (resp. $l_n^{TM}(y)$) le chemin optique parcouru par un rayon polarisé TE (resp. TM) lors d'une traversée du prisme de Wollaston quand le rayon, orthogonal à la face d'entrée du prisme, traverse le plan de séparation apparent à l'abscisse y (l'origine sur l'axe y sera précisée

un peu plus loin). Au premier ordre, quand les directions de propagation dans le prisme restent proches de la normale à la face d'entrée, le plan apparent de séparation est presque parallèle aux faces du prisme, et les fonctions $l_n^{TE}(y)$ et $l_n^{TM}(y)$ prennent la forme

$$l_n^{TE}(y) = n_o\left(\frac{h}{2} - y \tan(\theta)\right) + n_E\left(\frac{h}{2} + y \tan(\theta)\right) \quad (1.23)$$

$$l_n^{TM}(y) = n_E\left(\frac{h}{2} - y \tan(\theta)\right) + n_o\left(\frac{h}{2} + y \tan(\theta)\right) \quad (1.24)$$

En première approche, ces fonctions permettent d'estimer la différence de marche introduite par le prisme de Wollaston lors d'un trajet aller-retour.

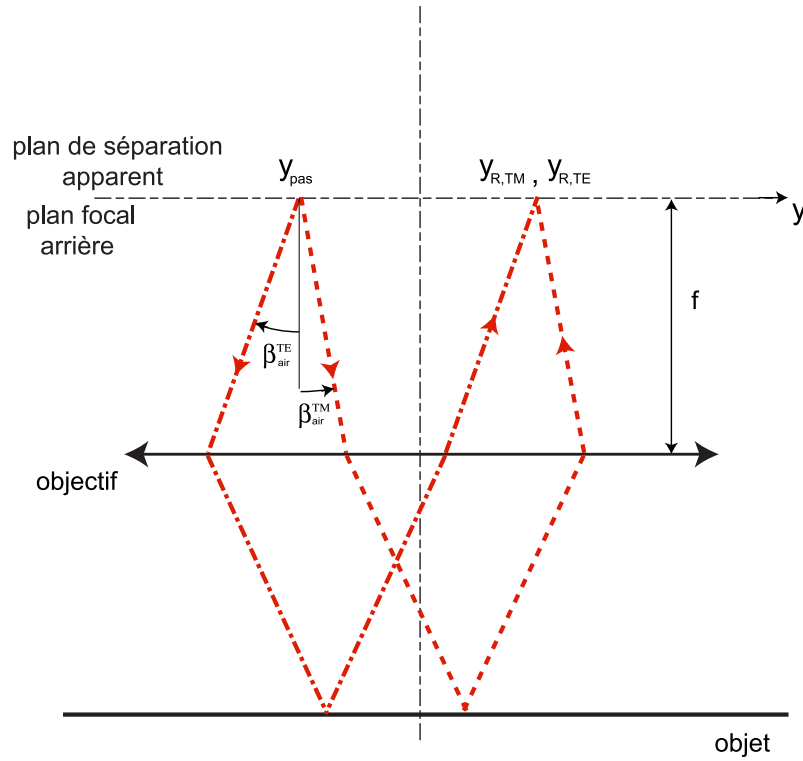


FIG. 1.16: Rayons émergents et incidents sur le prisme de Wollaston, quand le plan apparent de séparation est confondu avec le plan focal arrière de l'objectif.

Le plan de séparation apparent est confondu avec le plan focal arrière La figure 1.16 présente le tracé des rayons issus d'un rayon incident parallèlement à l'axe, quand le plan de séparation apparent du prisme de Wollaston est confondu avec le plan focal arrière de la lentille convergente. Deux rayons émergents du plan de séparation apparent à l'abscisse y_{pas} convergeront, au retour, vers le même point $y_{R,TE} = y_{R,TM}$. Ce point est, par construction, le symétrique d'abscisse y_{pas} par rapport à l'axe de symétrie de la lentille.

(figure 1.17)

$$\begin{aligned}
 l_{ar}^{TE} &\simeq l_n^{TE}(T_w - \tilde{y}_t) + l_n^{TE}(T_w + \tilde{y}_t) \\
 &\simeq n_o\left(\frac{h}{2} - (T_w - \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) + n_E\left(\frac{h}{2} + (T_w - \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) \\
 &\quad + n_E\left(\frac{h}{2} + (T_w + \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) + n_o\left(\frac{h}{2} - (T_w + \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) \quad (1.25)
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 l_{ar}^{TM} &\simeq l_n^{TM}(T_w - \tilde{y}_t) + l_n^{TM}(T_w + \tilde{y}_t) \\
 &\simeq n_E\left(\frac{h}{2} - (T_w - \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) + n_o\left(\frac{h}{2} + (T_w - \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) \\
 &\quad + n_o\left(\frac{h}{2} + (T_w + \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) + n_E\left(\frac{h}{2} - (T_w + \tilde{y}_t)\tan(\theta)\right) \quad (1.26)
 \end{aligned}$$

La différence de marche est donnée par

$$\delta_{W0} = l_{ar}^{TE} - l_{ar}^{TM} = 4(n_E - n_o)T_w \tan(\theta) \quad (1.27)$$

Celle-ci est indépendante de la position y_t à laquelle le rayon incident pénètre dans le prisme, et ne dépend que de la position de l'axe de symétrie de la lentille par rapport au plan médian du prisme de Wollaston T_w . On déduit de l'équation précédente le déphasage introduit par le prisme de Wollaston

$$\phi_{W0} = \frac{2\pi}{\lambda} 4T_w \tan(\theta)(n_E - n_o) \quad (1.28)$$

On utilise cette propriété pour compenser les déphasages uniformes dans le champ.

L'objet est normal à l'axe de la lentille, le plan de séparation apparent est distinct du plan focal de l'objectif Le calcul précédent a été mené en supposant que le plan apparent de séparation du prisme de Wollaston était confondu avec le plan focal arrière de la lentille. Tout écart aux hypothèses ci-dessus va entraîner l'apparition d'un déphasage supplémentaire. Le tracé des rayons correspondants est présenté sur la figure 1.18. Le plan apparent de séparation est translaté de δ_{PAS} parallèlement à l'axe optique par rapport au plan focal arrière de la lentille, et subit un défaut d'orientation α_{PAS} . Dans ce cas, les rayons polarisés TE et TM , passant par la coordonnée y le long du plan de séparation apparent, le retransverse aux coordonnées $y_{R,TE}$ et $y_{R,TM}$ définies par

$$y_{R,TE} = -y \frac{1 + \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TE})}{1 - \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TE})} + 2 \frac{\delta_{PAS}}{\cos(\alpha_{PAS})} \frac{\tan(\beta_{air}^{TE})}{1 - \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TE})} \quad (1.29)$$

$$y_{R,TM} = -y \frac{1 + \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TM})}{1 - \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TM})} + 2 \frac{\delta_{PAS}}{\cos(\alpha_{PAS})} \frac{\tan(\beta_{air}^{TM})}{1 - \tan(\alpha_{PAS}) \tan(\beta_{air}^{TM})} \quad (1.30)$$

Le déphasage correspondant est alors obtenu avec

$$l_{ar}^{TE} \simeq l_n^{TE}(T_w + y) + l_n^{TE}(T_w + y_{R,TE}) \quad (1.31)$$

$$l_{ar}^{TM} \simeq l_n^{TM}(T_w + y) + l_n^{TM}(T_w + y_{R,TM}) \quad (1.32)$$

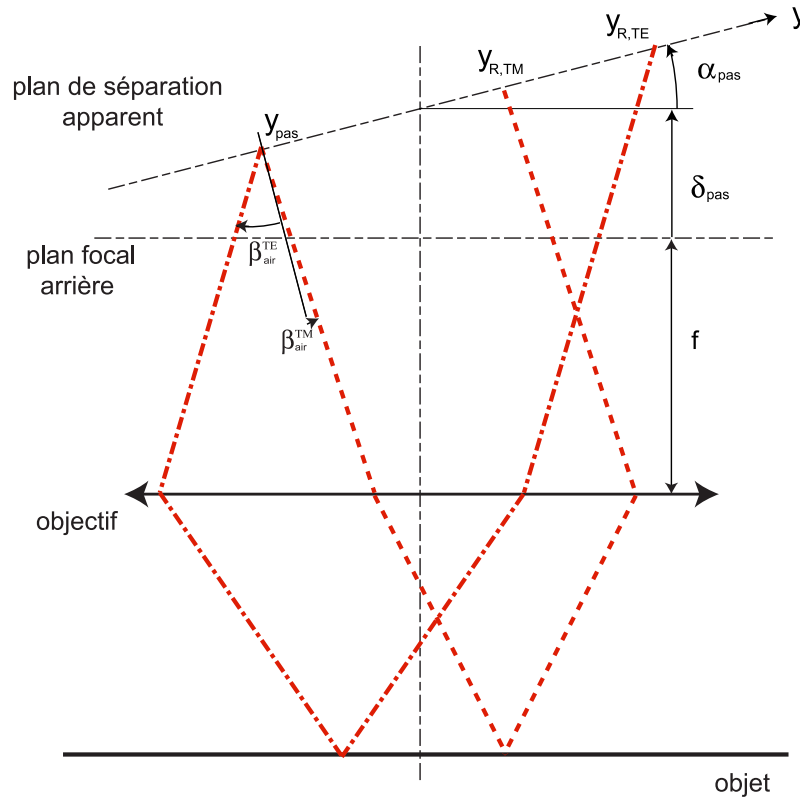


FIG. 1.18: Effet d'un défaut de mise en position du prisme de Wollaston.

La différence de marche est donnée (au premier ordre) par :

$$\delta_{W,pas} = l_{ar}^{TE} - l_{ar}^{TM} = (n_E - n_o) \tan(\theta) (4T_w + 2 [\tan(\beta_{air}^{TM}) + \tan(\beta_{air}^{TE})] (\delta_{PAS} - y\alpha_{PAS})) \quad (1.33)$$

et le déphasage

$$\phi_{W,pas} = \frac{2n\pi\delta_{W,pas}}{\lambda} \quad (1.34)$$

dépend du point d'entrée y sur le prisme.

On remarquera que la contrainte de coïncidence du plan focal arrière de la lentille et du plan apparent de séparation du prisme n'est pas toujours simple à satisfaire. En particulier, lorsqu'on utilise un objectif de microscope, le plan focal arrière est souvent situé à l'intérieur du corps de l'objectif. Il est alors nécessaire d'utiliser des prismes de Wollaston avec un plan apparent de séparation éloigné de la face de sortie du prisme, en général d'environ 20mm pour pouvoir être utilisé avec la majorité des objectifs commerciaux, objectifs à immersion compris. Une méthode de conception de tels prismes est proposée dans l'annexe B, aux paragraphes 2 (pour de faibles angles de séparation) et 3 (pour des angles plus importants).

La normale à la surface varie aux points de réflexion. Au paragraphe précédent, c'est un défaut de positionnement du prisme de Wollaston qui altère la compensation, lors d'un trajet aller-retour, de la partie linéaire du déphasage introduit par le prisme. On montre également qu'un gradient d'orientation de la surface produit le même effet. Ainsi, on

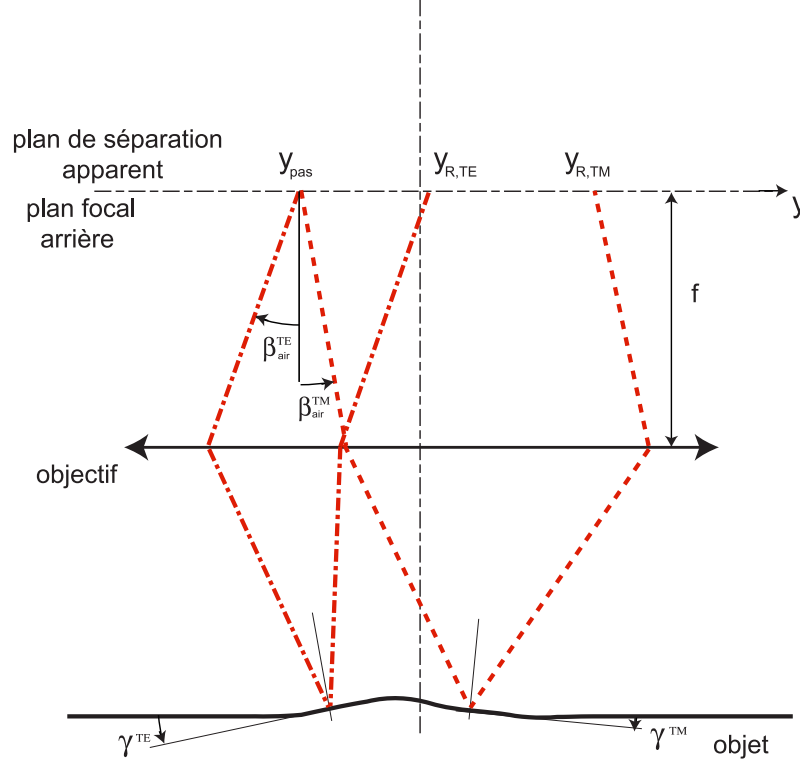


FIG. 1.19: Effet de l'orientation de la normale à la surface sur le tracé des rayons.

suppose l'orientation locale de la surface donnée par l'angle γ^{TE} (resp. γ^{TM}) au point de focalisation du faisceau polarisé TE (resp. TM). Les rayons correspondants à un point d'abscisse y dans le plan de séparation apparent (supposé confondu avec le plan focal de la lentille), le retraversent aux abscisses (figure 1.19)

$$y_{R,TE} = \frac{-y + f \tan(2\gamma^{TE})}{1 + \frac{y}{f} \tan(2\gamma^{TE})} \quad (1.35)$$

$$y_{R,TM} = \frac{-y + f \tan(2\gamma^{TM})}{1 + \frac{y}{f} \tan(2\gamma^{TM})} \quad (1.36)$$

Le déphasage correspondant est alors obtenu avec

$$l_{ar}^{TE} \simeq l_n^{TE}(T_w + y) + l_n^{TE}(T_w + y_{R,TE}) \quad (1.37)$$

$$l_{ar}^{TM} \simeq l_n^{TM}(T_w + y) + l_n^{TM}(T_w + y_{R,TM}) \quad (1.38)$$

La différence de marche est donnée (au premier ordre) par

$$\begin{aligned}\delta_{W,ori} &= l_{ar}^{TE} - l_{ar}^{TM} \\ &= (n_E - n_o) \tan(\theta) \left(4T_w + 2 \left(1 + \left(\frac{y}{f} \right)^2 \right) (f(\gamma_{TE} + \gamma_{TM})) \right)\end{aligned}\quad (1.39)$$

Comme au paragraphe 2.2.1, cette différence de marche dépend de y donc du point de passage du rayon incident. Elle ne peut donc pas être globalement compensée par une translation du prisme de Wollaston. On pourra considérer, au second ordre

$$\phi_{W,ori} \simeq \frac{2n\pi\delta_{W,ori}}{\lambda} \quad (1.40)$$

On remarquera qu'un défaut d'orientation global de l'échantillon ($\gamma_{TE} = \gamma_{TM} \neq 0$) induit alors un déphasage supplémentaire. Il ne s'agit pas d'un déphasage introduit par l'échantillon lui-même, mais d'un défaut de compensation, lors d'un aller-retour de la lumière, du déphasage introduit par le prisme de Wollaston.

Effet de l'orientation de l'objet Au premier ordre, pour un prisme mince (c'est-à-dire pour un angle θ faible), la contribution due à l'orientation de l'objet s'écrit

$$\delta_{W,ori} = 2(n_E - n_o) \left(\frac{y^2}{f} + f \right) \theta (\gamma_{TE} + \gamma_{TM}) \quad (1.41)$$

Elle ne dépend pas explicitement de l'incidence, et donc du point du champ considéré. Cette contribution se décompose en un terme homogène dans le champ $\delta_{W,tilt}$, correspondant à l'orientation globale de l'objet et un terme supplémentaire, lié à la topographie de l'objet

$$\delta_{W,ori} = \delta_{W,tilt} + 2(n_E - n_o) \left(\frac{y^2}{f} + f \right) \theta (\gamma_{TE} - \gamma_{TM}) \quad (1.42)$$

avec

$$\delta_{W,tilt} = 4(n_E - n_o) \left(\frac{y^2}{f} + f \right) \theta \gamma_{TM} \quad (1.43)$$

dans le cas d'un prisme de Wollaston mince. Ces contributions dépendent du point d'entrée y sur le prisme, par conséquent, la figure d'interférences dépend de l'ouverture numérique de l'objectif utilisé.

2.2.3 Evolution de la phase en fonction du point du champ

On a pris en compte jusqu'ici l'ensemble des rayons en incidence normale. Or, si l'on souhaite faire l'image d'objets étendus, le faisceau incident est légèrement divergent (la divergence est habituellement de l'ordre de 10^{-2} radian). Cette incidence est prise en compte dans le calcul présenté dans l'annexe B (paragraphe 1), au travers de nouvelles

fonctions de chemin optique $l^{TE}(y, \alpha_1)$ et $l^{TM}(y, \alpha_1)$. Ces fonctions sont affines par rapport à y

$$l^{TE}(y, \alpha_1) = l_{00}^{TE}(\alpha_1) + y l_{01}^{TE} \quad (1.44)$$

$$l^{TM}(y, \alpha_1) = l_{00}^{TM}(\alpha_1) + y l_{01}^{TM} \quad (1.45)$$

avec

$$l_{00}^{TE}(\alpha_1) = \frac{h}{2} \left(n_o + n_E + \alpha_1 n_1 \theta \left(\frac{n_o}{n_E} - \frac{n_E}{n_o} \right) \right) \quad (1.46)$$

$$l_{00}^{TM}(\alpha_1) = \frac{h}{2} \left(n_o + n_E + \alpha_1 n_1 \theta \frac{n_E}{n_o} \left(\frac{n_o}{n_E} - \frac{n_E}{n_o} \right) \right) \quad (1.47)$$

Effet de la translation du prisme Avec les nouvelles fonctions de chemin optique, δ_{w0} devient

$$\begin{aligned} \delta_{w0} &= \left(\left(-\frac{n_E}{n_o} + \left(\frac{n_E}{n_o} \right)^2 + \frac{n_o}{n_E} - 1 \right) h \alpha_1 n_1 + 4(n_E - n_o) T_w \right) \theta \\ &= (C_n h \alpha_1 n_1 + 4(n_E - n_o) T_w) \theta \end{aligned} \quad (1.48)$$

où C_n est une caractéristique du matériau utilisé pour réaliser le prisme. Si on pose

$$n_E = n_o(1 + \epsilon_n) \quad (1.49)$$

($\epsilon_n \simeq 10^{-2}$ pour le quartz) alors

$$C_n \simeq 2\epsilon_n^2 \quad (1.50)$$

Par conséquent, la différence de marche introduite par le prisme se développe comme suit

$$\delta_{w0} \simeq (4n_o \epsilon_n T_w + 2\epsilon_n^2 h \alpha_1 n_1) \theta \quad (1.51)$$

Le premier terme donne une contribution homogène dans tout le champ d'observation, similaire à celle trouvée dans (1.27), alors que le second donne une contribution linéaire dans le champ suivant la direction de dédoublement, environ deux ordres de grandeur plus faible.

Effet d'un défaut de mise en position du prisme En utilisant les nouvelles fonctions de phase, et en développant au premier ordre par rapport à α_1 , la contribution dans l'ensemble du champ d'un défaut de positionnement (à ajouter aux contributions précédentes) s'écrit

$$\delta_{w,pas} = 4\theta \alpha_1 n_o \epsilon_n (\delta_{PAS} - y \alpha_{PAS}) \quad (1.52)$$

Cette expression peut se déduire de (1.33), en remarquant qu'au premier ordre $\beta_{air}^{TE} + \beta_{air}^{TM} \simeq 2\alpha_1$ (équations (B.22)). Un défaut de positionnement introduit donc une phase supplémentaire, linéaire dans le champ d'observation suivant la direction de dédoublement.

Effet de l'orientation de l'objet On montre, dans l'annexe A (paragraphe 2), que le terme dû à l'orientation de l'échantillon peut s'écrire (dans le cas d'un Wollaston mince)

$$\phi_{W,ori} = \phi_{W,tilt} + 2kn_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f \quad (1.53)$$

La sensibilité de la mesure de phase à l'orientation de la surface dépend donc du couple prisme-objectif. Dans le cas d'un couple (prisme de Wollaston - objectif) quelconque, on pose

$$\phi_{W,ori} = \frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma}(\gamma_{TE} - \gamma_{TM}) + \phi_{W,tilt} \quad (1.54)$$

avec

$$\phi_{W,tilt} = 2 \frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma} \gamma_{TM} \quad (1.55)$$

Le pré-facteur $\frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma}$ est une caractéristique de l'ensemble objectif-prisme de Wollaston. Il peut être obtenu par étalonnage, en inclinant un miroir plan observé avec l'interféromètre de Nomarski. La figure 1.20 présente le résultat d'un tel étalonnage pour un prisme de

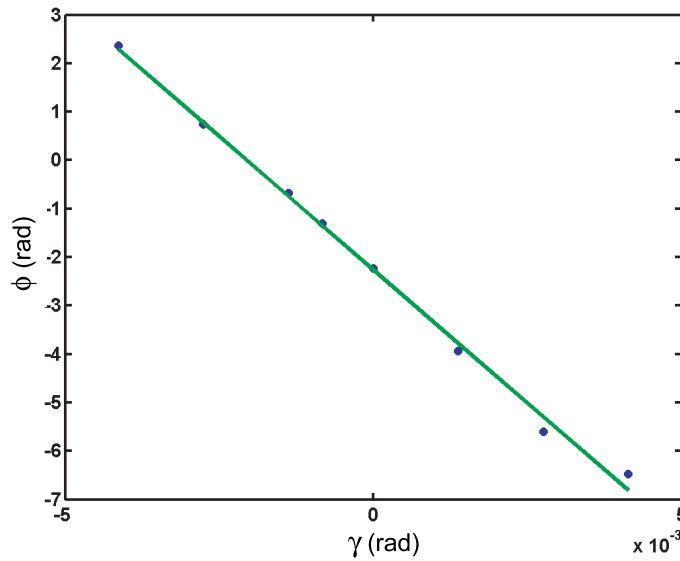


FIG. 1.20: Mesure de la sensibilité d'un ensemble prisme de Wollaston - objectif à immersion à un défaut d'orientation de l'échantillon.

Wollaston en quartz, avec un angle $\theta \simeq 18^\circ$ et un objectif à immersion (eau), de focale 18mm et d'ouverture numérique égale à 0.3. Le caractère linéaire de la réponse est bien vérifié, et on trouve un coefficient

$$2 \frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma} = -1.1 \times 10^3 \quad (1.56)$$

L'intérêt de cette manipulation est qu'elle permet d'obtenir expérimentalement la sensibilité $\frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma}$ à un gradient d'orientation de la normale à la surface, quand celle-ci est courbe.

2.2.4 Résumé des résultats d'intérêt pratique

Finalement, le terme de phase ϕ de l'équation (1.15) se développe sous la forme suivante

$$\phi = \phi_m + \phi_W \quad (1.57)$$

avec ϕ_m dû à l'échantillon, et ϕ_W dû au prisme de Wollaston. Si on utilise un objectif d'ouverture numérique inférieure ou égale à 0.3, et que la figure d'interférences couvre moins d'une dizaine de franges, alors le terme ϕ_m s'écrit

$$\phi_m = \frac{4\pi n \Delta z}{\imath \lambda} \quad (1.58)$$

avec

- n l'indice du milieu dans lequel baigne l'objet ;
- $\Delta z = z(y_{TM}) - z(y_{TE})$, avec $|y_{TM} - y_{TE}| = f |\tan(\beta_{air}^{TM} - \beta_{air}^{TE})|$, f la focale de l'objectif utilisé ;
- $\imath$ est un paramètre de correction, défini par l'ouverture numérique de l'objectif, représenté sur la figure 1.15 ;
- λ la longueur d'onde de la source, supposée monochromatique ;
- un terme lié au gradient d'orientation locale de la surface $\gamma_{TE} - \gamma_{TM}$: la sensibilité est donnée par $\frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma}$.

Le terme ϕ_W est la somme :

- d'un terme homogène dans le champ d'observation, proportionnel au décalage T_w du plan médian du prisme par rapport à l'axe de la lentille ;
- d'un terme homogène dans le champ d'observation, proportionnel à l'inclinaison globale de l'échantillon : la sensibilité $2 \frac{\partial \phi_W}{\partial \gamma}$ est aisément obtenue par étalonnage ;
- d'un terme linéaire dans le champ, suivant la direction de dédoublement, proportionnel aux défauts de mise en position du prisme.

2.3 Technique d'intégration de phase

On obtient dans le plan image de l'objet étudié une figure d'interférences, que l'on peut enregistrer à l'aide d'une caméra CCD. Supposant la forme (1.15) valable, la mesure de la seule figure d'interférence présente un certain nombre d'inconvénients, quand la quantité cherchée est la phase ϕ :

- La sensibilité à une petite variation de phase dépend de la valeur de la phase. Comme l'illustre la figure 1.21, cette sensibilité est nulle près d'un extremum de I , et maximale aux points d'inflexion.
- Le résultat obtenu est une succession de "lignes de niveau", ne permettant pas de donner le signe de la courbure d'une surface par exemple.

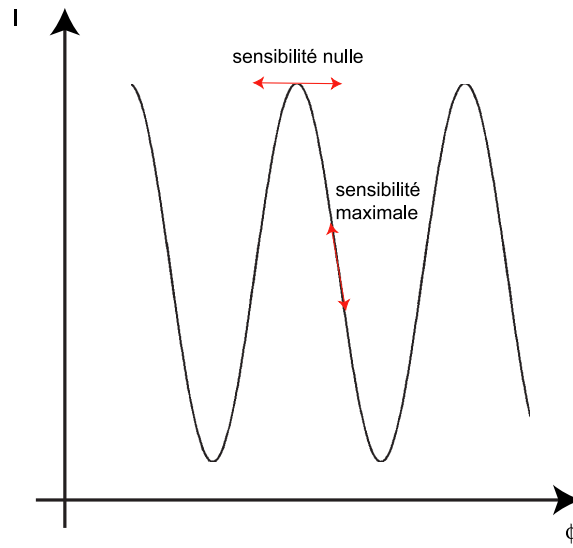


FIG. 1.21: Intensité du signal d'interférence en fonction du déphasage.

2.3.1 Principe

Formellement, le flux reçu par un pixel (repéré par ses coordonnées (l, m) sur la matrice CCD) peut se mettre sous la forme (voir l'équation (1.15))

$$I(l, m, t) = I_0 + A \cos[\phi(l, m) + \psi(t)], \quad (1.59)$$

où $\phi(l, m)$, la grandeur à déterminer, représente la phase optique introduite par l'échantillon et le prisme de Wollaston. $\psi(t)$ représente une phase supplémentaire, homogène dans le champ d'observation et dépendante du temps, qui peut être ajoutée. En enregistrant plusieurs figures d'interférences pour des valeurs de ψ différentes, on peut profiter d'une sensibilité optimale quelle que soit la valeur de la phase à mesurer. Par ailleurs, le sens d'évolution de la phase peut être maintenant connu. On choisit d'introduire la modulation de phase optique par un modulateur photo-élastique intercalé entre polariseur et analyseur, de sorte qu'elle s'écrive

$$\psi_{mod}(t) = \psi_0 \sin(2\pi f_{mod}t + \theta_{mod}). \quad (1.60)$$

On module ainsi la phase à mesurer à une fréquence f_{mod} définie. Les angles ψ_0 et θ_{mod} sont deux paramètres que l'on peut choisir de manière *a priori* quelconque. Ainsi, déterminer ϕ à partir de la mesure de I requiert au moins trois mesures indépendantes (pour déterminer I_0 , $\cos(\phi)$ et $\sin(\phi)$). Par commodité, La procédure d'extraction de ϕ est alors la suivante : si l'on appelle $T = 1/f_{mod}$ la période de la modulation, on acquiert 4 images de la surface pendant la période T , de sorte que chaque image soit le résultat de l'intégration du signal pendant un quart de période. On obtient quatre images E_p , pour $p = 1, 2, 3, 4$

$$E_p = \int_{\frac{(p-1)T}{4}}^{\frac{pT}{4}} I(t) dt. \quad (1.61)$$

En utilisant (1.59), on obtient

$$\begin{aligned}
E_p &= \frac{T}{4}(I_0 + AJ_0(\psi) \cos(\phi)) \\
&+ \frac{TA \cos(\phi)}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{J_{2n}(\psi_0)}{2n} [\sin(np\pi + 2n\theta_{mod}) - \sin(n(p-1)\pi + 2n\theta_{mod})] \\
&- \frac{TA \sin(\phi)}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{J_{2n+1}(\psi_0)}{2n+1} \\
&\times \left(\cos\left(\frac{\pi}{2}(2n+1)(p-1) + (2n+1)\theta_{mod}\right) \right. \\
&\quad \left. - \cos\left(\frac{\pi}{2}(2n+1)p + (2n+1)\theta_{mod}\right) \right)
\end{aligned} \tag{1.62}$$

où J_n est la fonction de Bessel d'ordre n . En formant les combinaisons linéaires

$$\Sigma_s = -(E_1 - E_2 - E_3 + E_4) = \frac{4TA}{\pi} \Gamma_s \sin(\phi) \tag{1.63}$$

$$\Sigma_c = -(E_1 - E_2 + E_3 - E_4) = \frac{4TA}{\pi} \Gamma_c \cos(\phi) \tag{1.64}$$

avec

$$\Gamma_s = \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \frac{J_{2n+1}(\psi_0)}{2n+1} \sin((2n+1)\theta_{mod}) \tag{1.65}$$

$$\Gamma_c = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{J_{4n+2}(\psi_0)}{2n+1} \sin(2(2n+1)\theta_{mod}) \tag{1.66}$$

on peut écrire

$$\tan[\phi] = \frac{\Gamma_s \Sigma_s}{\Gamma_c \Sigma_c} \tag{1.67}$$

On peut alors montrer ([34], annexe C) qu'il existe un couple (ψ_0, θ_{mod}) qui permet de minimiser l'influence d'un bruit gaussien additif en réalisant $\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} = 1$. On obtient alors les paramètres optimaux $\psi_{opt} = 2.45$ rad (pour lequel $J_1(\psi) \simeq J_2(\psi)$) et $\theta_{opt} = 0.98$ rad, qui permettent d'écrire

$$\tan[\phi(l, m)] = \frac{E_1 - E_2 - E_3 + E_4}{E_1 - E_2 + E_3 - E_4}. \tag{1.68}$$

2.3.2 Réalisation pratique

Montages On utilise des modulateurs photo-élastiques pour réaliser la modulation de phase. Un modulateur est composé d'un barreau de silice optiquement isotrope, sur lequel sont collées deux céramiques piezo-électriques (figure 1.22). Le dispositif d'alimentation des céramiques permet de faire résonner le barreau sur son mode propre en traction-compression (l'état de contrainte dans le barreau est uniaxial). Le mode de contrainte présente deux ventres : les céramiques sont collées au niveau de l'un, tandis que le faisceau passe au niveau du second. L'état de contrainte variable dans le temps induit une

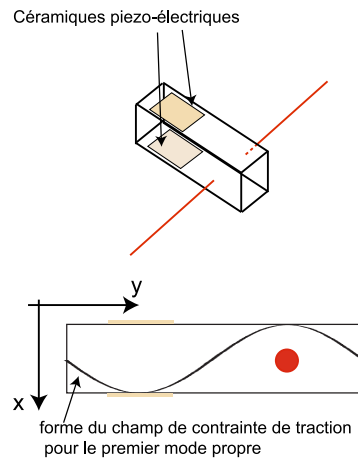


FIG. 1.22: Schéma de principe d'un modulateur photo-élastique.

biréfringence qui va introduire un déphasage supplémentaire lors de la traversée du barreau. On a ainsi réalisé deux montages :

- Dans le montage décrit sur la figure 1.23, le modulateur est traversé deux fois, permettant d'imposer un déphasage supplémentaire d'amplitude plus importante (on doit pouvoir imposer $\psi_0 = 2.45$ rad). Cette disposition, volumineuse, constitue néanmoins un montage très versatile.
- Dans le montage décrit sur la figure 1.24, le modulateur est traversé une fois. Dans cette configuration tous les éléments sont insérés dans un statif de microscope. Le montage obtenu est beaucoup plus compact. Il est donc moins sensible aux vibrations, et permet cependant, comme le précédent, l'utilisation d'une lentille-tube de plus grande distance focale.

Comme on dispose de modulateurs photo-élastiques résonnant à environ 50kHz , on ne peut pas réaliser l'intégration sur un quart de période avec la seule obturation de la caméra. Si f_{CCD} est la fréquence limite d'utilisation de la caméra, alors il faudra éclairer l'objet pendant $\frac{T}{4}$ une fois par période pendant N_c cycles, avec $N_c > \frac{f_{\text{mod}}}{f_{\text{CCD}}}$. Cet éclairage stroboscopique est réalisé à l'aide d'un séquenceur. Ce module est basé sur un processeur logique programmable *Xilinx* associé à une boucle à verrouillage de phase. Il assure la synchronisation des différents signaux :

- Le signal de modulation est généré par une boucle d'auto-oscillation qui alimente les céramiques piezo-électriques collées sur le barreau de modulation. Il sert de signal de référence pour l'ensemble du processus d'acquisition.
- Le signal de commande de l'éclairage de la source : il s'agit d'un signal carré, de rapport cyclique $\frac{1}{4}$ et de même fréquence que le signal de modulation. Du fait des fréquences atteintes, on choisit comme source des diodes électro-luminescentes. Le déphasage entre ces signaux est réglable numériquement sur 8 bits, par pas de 1.4° .
- Le signal *EXSYNC*, permettant de piloter l'obturateur de la caméra, à la fin de chaque séquence.
- Le signal *TRIG* est envoyé au PC assurant l'acquisition des images, pour repérer le

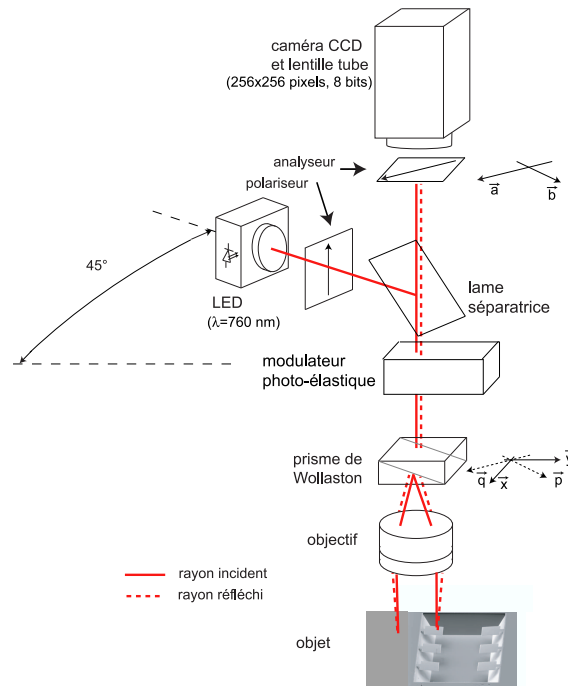


FIG. 1.23: Schéma d'un interféromètre de Nomarski où le modulateur photo-élastique est traversé deux fois.

début d'une série de quatre séquences.

- En utilisant éventuellement, en fonction des caméras, un signal $FVAL$ émis par la caméra pour indiquer qu'une nouvelle intégration peut commencer.

Ces différents signaux, ainsi que les divers retards à prendre en compte (capteur DALSA CA-D1, 8 bits) sont présentés sur la figure 1.25. En pratique, la réalisation de l'éclairage représente la principale difficulté dans la mise en oeuvre de ce montage. Il est en effet difficile, avec les technologies disponibles commercialement, d'avoir des sources incohérentes spatialement à la fois rapides, quasi monochromatiques et suffisamment puissantes pour saturer des caméras avec des nombres de photoporteurs par pixel de plus en plus importants. L'emploi d'une source avec un temps de montée non négligeable devant la période de modulation rend le calcul présenté au paragraphe 2.3.1 caduque. Néanmoins, si les temps de montée caractéristiques de la source restent du même ordre de grandeur que la période de modulation, on peut prendre en compte ce temps de montée et trouver les nouveaux paramètres de modulation ψ_0 et θ_{mod} qui permettent de calculer simplement $\tan[\phi]$ sur le même principe. Le calcul correspondant est détaillé dans l'annexe C.

Réglages Une fois la mise au point sur l'objet effectuée, les seuls réglages à réaliser sont la mise en position du prisme de Wollaston et l'ajustement des paramètres de modulation.

- Le plan de séparation apparent du prisme doit être confondu avec le plan focal

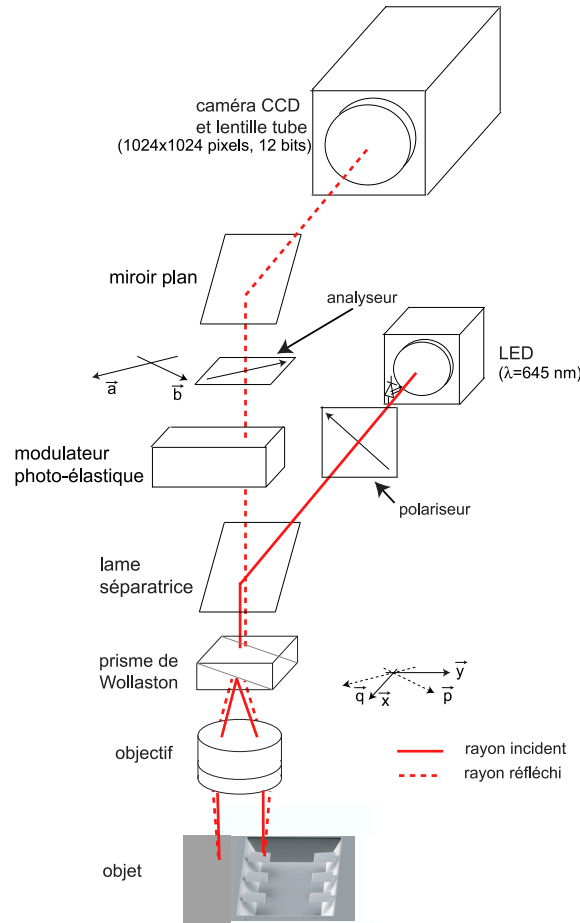


FIG. 1.24: Schéma d'un interféromètre de Nomarski où le modulateur photo-élastique est traversé une fois.

arrière de l'objectif. On a montré dans la partie 2.2.3 qu'un défaut de mise en position introduit une phase supplémentaire, linéaire dans le champ suivant la direction de dédoublement. Le prisme est donc translaté et orienté de manière à minimiser cette composante.

- La principale difficulté pour ajuster les paramètres de modulation est de prendre en compte les divers déphasages introduits dans la chaîne de modulation. Ceux-ci dépendent d'un grand nombre de paramètres, difficiles à évaluer séparément (viscosité de la colle entre les céramiques piezo-électriques et le barreau de modulation, hysteresis des matériaux piezo-électriques, etc). Aussi, on utilise une méthode globale portant sur le signal optique et basée sur l'utilisation de l'indicateur

$$\Upsilon = \Sigma_c^2 + \Sigma_s^2 \quad (1.69)$$

En effet, l'examen des équations (1.65) montre que si $\theta_{mod} = 0$, alors $\Upsilon = 0$. La première phase du réglage consiste donc à chercher la valeur de $\theta_{mod} = \theta_0$ qui

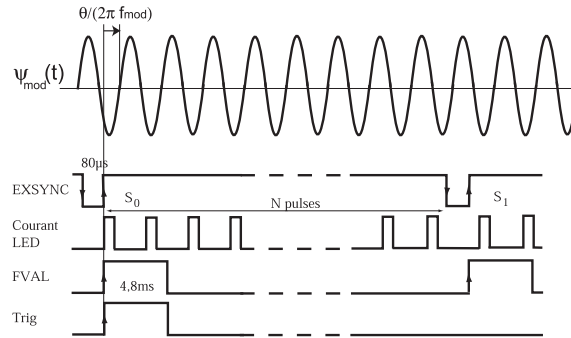


FIG. 1.25: Chronogramme des différents signaux utilisés.

minimise Υ . Cette valeur constitue alors le zéro pour θ_{mod} , incorporant les divers déphasages introduits dans la chaîne de modulation. On peut alors ajuster la valeur optimale $\theta_{mod} = \theta_0 + \theta_{opt}$ et régler l'amplitude de modulation $\psi_0 = \psi_{opt}$. La valeur optimale de celle-ci est obtenue quand $\Gamma_s = \Gamma_c$. On remarque alors que, dans ce cas, Υ ne dépend plus de la phase ϕ (voir les équations (1.63)). Par conséquent, le contraste de Υ est minimal quand $\psi_0 = \psi_{opt}$.

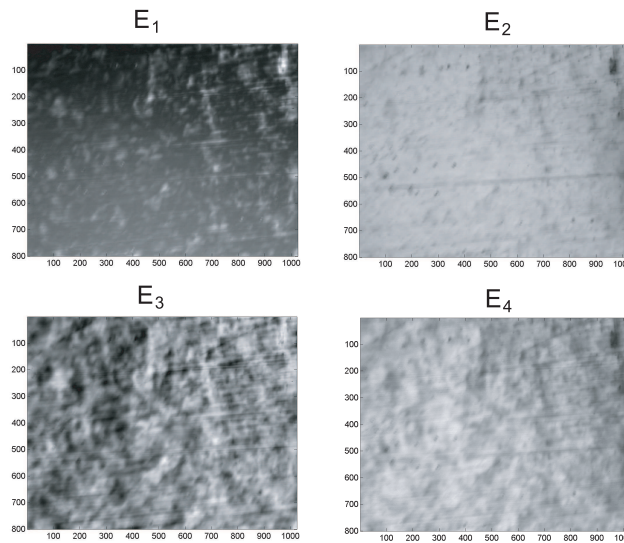


FIG. 1.26: Exemple d'une série de quatre images stroboscopiques obtenues à la surface d'un acier dual phase, après avoir été soumis à un chargement de fatigue.

Carte de phase Pour comparaison avec l'illustration 1.8, la figure 1.26 présente les images stroboscopiques obtenues à la surface d'un acier *dual phase*, après que celui-ci ait été soumis à un chargement de fatigue. On discerne une texture assez marquée à la surface, et la carte de phase obtenue par inversion directe de l'équation (1.68) est présentée sur la figure 1.27. Cette phase, comprise entre $-\pi$ et π , présente des discontinuités, que l'on

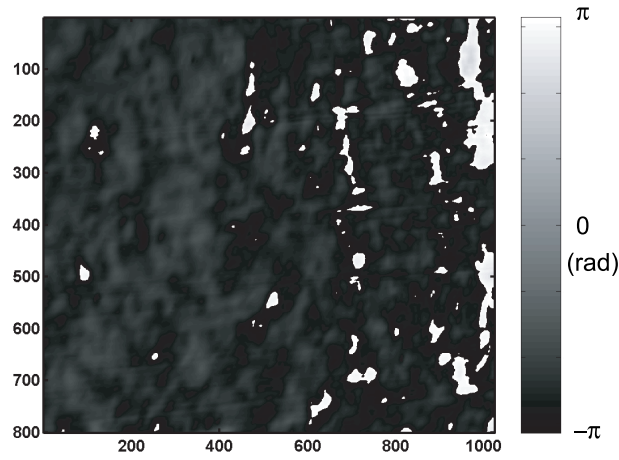


FIG. 1.27: Carte de phase obtenue par inversion directe de l'équation 1.68 pour les images stroboscopiques 1.26.

appelle « sauts de phase », puisque l'information contenue dans les figures d'interférence est liée aux fonctions trigonométriques de la phase cherchée.

2.4 Déplie ment de la carte de phase

2.4.1 Principe

La partie 2.3 a permis de montrer comment obtenir la carte de $\tan[\phi]$ à partir de l'acquisition de 4 images d'interférences pendant une période de modulation de la phase. Le problème consiste alors à obtenir ϕ à partir de $\tan[\phi]$. On l'obtient avec

$$\tan[\phi(l, m)] = \frac{E_1 - E_2 - E_3 + E_4}{E_1 - E_2 + E_3 - E_4} = \frac{Y}{X} \quad (1.70)$$

On déduit alors aisément ϕ_p

$$\phi_p = \arctan2(Y, X) \quad (1.71)$$

où $\arctan2$ est la fonction réciproque de

$$Y = \sin(\phi_p) \quad (1.72)$$

$$X = \cos(\phi_p) \quad (1.73)$$

L'angle ϕ_p , quand il est obtenu avec l'équation (1.71), est par définition sur l'intervalle $[-\pi, \pi]$. Si la phase mesurée s'étend sur un intervalle plus grand que 2π , alors la phase obtenue est dite « pliée ». Le « déplie ment » de la phase ϕ_p consiste alors à ajouter un multiple de 2π à la portion de l'espace comprise entre deux « sauts de phase », afin d'assurer la continuité de la phase « déplie e ». L'application de cette méthode est triviale dans un espace à une dimension, car il n'y a qu'un chemin possible pour joindre deux points

quelconques de cet espace. Par contre, le problème étendu à deux dimensions continue d'être à l'origine d'un grand nombre d'articles (par exemple [35] [36]). La difficulté provient du fait qu'il y a un grand nombre de chemins permettant de relier deux points d'un espace à n dimensions, si $n > 1$. Les techniques proposées peuvent néanmoins être regroupées en deux grandes classes :

- Les méthodes de dépliement local. La plus efficace consiste à repérer des sources de discontinuité, et à assurer le dépliement sur les chemins qui relient ces sources de discontinuité deux à deux. Le choix de ces chemins (« branch-cuts ») est arbitraire : si l'on retient N paires de sources, il y a $N!$ jeux de chemins possibles. Ce type de technique est donc inutilisable si le nombre de sauts de phase est important. On peut citer [35] comme exemple de ces techniques.
- Les méthodes globales. Il s'agit de méthodes basées sur la définition d'un indicateur global, que l'on va chercher à minimiser en ajoutant un multiple de 2π à chaque point de l'espace. La difficulté rencontrée avec les approches locales se retrouve ici dans la définition d'un critère, et notamment dans l'affectation de poids relatifs aux différentes régions. Un bon exemple de ces techniques est présenté dans [36].

Toutes ces techniques reposent sur la donnée d'une phase pliée comme ϕ_p . Cependant, si celle-ci peut présenter des discontinuités, ce n'est *jamais* le cas des fonctions X et Y qui sont obtenues par la technique d'intégration de phase. Ainsi, on propose une technique utilisant au mieux l'information disponible. La figure 1.28 présente un cas typique où

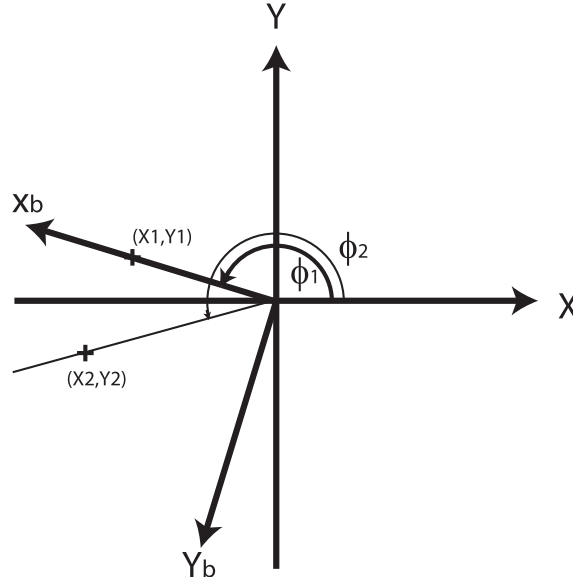


FIG. 1.28: Principe du dépliement de phase.

l'utilisation de la fonction $\arctan2$ produit un saut de phase. Lorsque l'on passe du point 1 au point 2, X est non nul et Y change de signe. La phase retournée par $\arctan2$ passe alors brutalement de $\phi_1 = \pi$ à $\phi_2 = -\pi$. Néanmoins, il est aisé de déduire le véritable saut de phase $\phi_2 - \phi_1$. Si $|\phi_2 - \phi_1| \leq \pi$, alors ce saut peut-être obtenu en écrivant le changement

de base permettant de passer du repère $(\vec{X}, \vec{Y})$ à $(\vec{Xb}, \vec{Yb})$. La valeur du saut s'obtient alors avec

$$\tan[\phi_2 - \phi_1] = \frac{-X_2 \sin(\phi_1) + Y_2 \cos(\phi_1)}{X_2 \cos(\phi_1) + Y_2 \sin(\phi_1)} \quad (1.74)$$

Le couple (X_2, Y_2) est extrait des images stroboscopiques. $\cos(\phi_1)$ et $\sin(\phi_1)$ sont eux calculés à partir de l'image de phase pliée ϕ_p . Le saut de phase est alors obtenu modulo- 2π . L'équation (1.74) permet alors de calculer simplement le gradient d'une carte de phase en un point de coordonnées (l, m) , suivant les dimensions d'espace ou de temps. Dans le cas d'une carte de phase à deux dimensions, le problème du dépliement de phase revient alors à reconstruire un champ de phase quand ces gradients $G_x(l, m)$ et $G_y(l, m)$ sont connus.

2.4.2 Reconstruction du champ de phase

Cas général On cherche à reconstruire le champ scalaire $T(i, j)$ dont les gradients suivant deux directions $G_x(i, j)$ et $G_y(i, j)$ sont obtenus par la mesure. Pour s'accommoder des erreurs et bruits de mesure éventuels, on va chercher le champ T qui vérifie *globalement* les équations

$$\frac{\partial T(i, j)}{\partial x} = G_x(i, j) \quad (1.75)$$

$$\frac{\partial T(i, j)}{\partial y} = G_y(i, j) \quad (1.76)$$

Une formulation faible de ce problème consiste à minimiser l'indicateur η_ϕ par rapport au champ T :

$$\eta_\phi = \sum_{i,j} \left[\left(\frac{\partial T(i, j)}{\partial x} - G_x(i, j) \right)^2 + \left(\frac{\partial T(i, j)}{\partial y} - G_y(i, j) \right)^2 \right] \quad (1.77)$$

Il est important de noter ici que si l'on peut faire une hypothèse sur la forme du champ de phase recherché, par exemple sous la forme d'une décomposition sur une base de champs bien choisis

$$T(i, j) = \sum_s \mu_s T_s(i, j) \quad (1.78)$$

alors cette décomposition doit être introduite à ce niveau. En effet, dans le cas général, on cherche le champ T_{sol} minimisant η_ϕ

$$\frac{\partial \eta_\phi}{\partial T(k, l)} = 0, \forall (k, l). \quad (1.79)$$

Ces conditions se mettent alors sous la forme d'un système linéaire déterminé à une constante additive près, de grande dimension. En ajoutant une contrainte permettant de fixer cette constante additive (par exemple en ajoutant une contrainte de moyenne nulle

du champ), on peut résoudre ce système pour un champ discrétisé par $M \times N$ pixels si la taille du champ est assez faible ($M \times N < 10^4$) avec un algorithme de type gradient conjugué [37]. Si l'on peut utiliser un développement du type (1.78), alors les conditions de minimisation s'écrivent

$$\frac{\partial \eta_\phi}{\partial \mu_s} = 0, \forall s. \quad (1.80)$$

Les inconnues sont alors les paramètres μ_s , réduisant ainsi très largement la taille du système à résoudre.

Algorithme rapide Pour pouvoir traiter de grandes cartes de phase (de l'ordre de 1024×1024 pixels), et en l'absence d'hypothèses a priori sur la forme du champ cherché, on propose de réduire le nombre d'inconnues de la manière suivante : on suppose que les gradients obtenus directement à l'aide de (1.74) ne présentent pas de saut de phase. Alors, le nombre d'inconnues se réduit à une inconnue par ligne et une inconnue par colonne en posant

$$\begin{aligned} \eta_{\phi,r} = & \sum_{i=2, j=2}^{i=M, j=N} \left(T(1, j) - T(i, 1) - \left[\sum_{p=1}^{j-1} G_y(i, p) - \sum_{q=1}^{i-1} G_x(q, j) \right] \right)^2 \\ & + \sum_{j=2}^N \left(T(1, j) - T(1, 1) - \sum_{p=1}^{j-1} G_y(1, p) \right)^2 \\ & + \sum_{i=2}^M \left(T(i, 1) - T(1, 1) - \sum_{q=1}^{i-1} G_x(q, 1) \right)^2 \end{aligned} \quad (1.81)$$

Les inconnues sont alors $T(1, j)$ pour $j \in \{2 \dots N\}$ et $T(i, 1)$ pour $i \in \{2 \dots M\}$. On a donc $M + N - 2$ inconnues au lieu de $M \times N$. La minimisation $\eta_{\phi,r}$ par rapport $T(1, j)$ et $T(i, 1)$ s'écrit sous la forme d'un système linéaire, qu'il est aisé d'inverser pour obtenir une carte de phase. La qualité de la solution peut être évaluée a posteriori en calculant la valeur de $\eta_{\phi,r}$ après minimisation. A titre d'exemple, la figure 1.29 présente le résultat du dépliement de la phase présentée sur la figure 1.27. Les discontinuités ont disparu, fournissant ainsi l'information de phase. Après minimisation, $\eta_{\phi,r} \simeq 10^{-25}$, prouvant ainsi la qualité de la reconstruction.

3 Bruits et erreurs affectant la mesure de phase

3.1 Reproductibilité de la mesure de phase

La mesure de phase peut être soumise à un certain nombre de bruits :

- Le bruit de photons : il est causé par la nature quantique de la lumière. Les sources de lumière réelles étant aléatoires, le nombre de photons qui arrivent sur le capteur CCD pendant des intervalles de temps Δt successifs n'est pas constant, et suit une distribution poissonnienne. La valeur moyenne de cette distribution est sa valeur la plus probable, et l'écart-type de la distribution est égal à la racine de sa moyenne. Ce bruit est une limite physique qu'il n'est pas possible de dépasser, dans des conditions de détection usuelles (sauf à utiliser des sources à un photon envisagées aujourd'hui [38]).

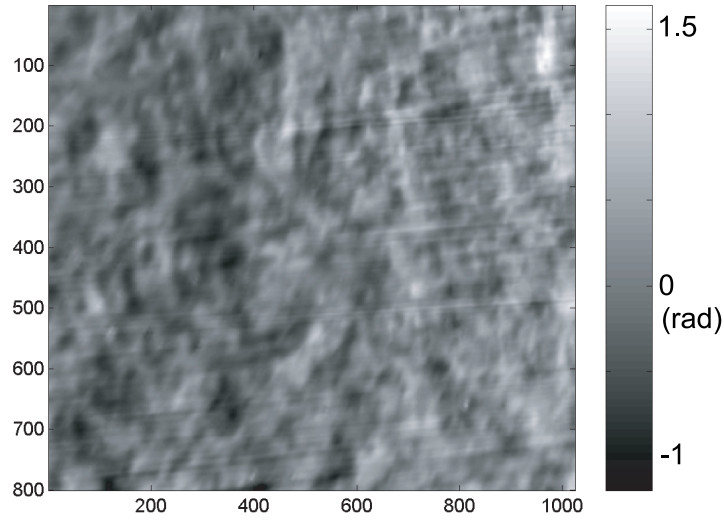


FIG. 1.29: Carte de phase obtenue après dépliement de la carte de phase 1.27.

- Le bruit thermique : Dans un solide macroscopiquement au repos à la température T (le capteur CCD par exemple), chaque porteur de charge du capteur possède une énergie cinétique $\frac{kT}{2}$ (k : constante de Boltzmann, T : température absolue) par degré de liberté. Les fluctuations de position (et donc le courant) qui en découlent constituent le bruit thermique. Si le flux lumineux est suffisant, ce bruit thermique est tout à fait négligeable devant le bruit de photons.
- Les bruits « technologiques » : ils sont dus aux imperfections des systèmes réels (signaux d'horloge de caméra, vibrations...). Comme pour l'interféromètre de Nomarski, les deux bras de l'interféromètre sont très proches, les perturbations d'indice (par exemple) vues par les deux bras seront assez bien corrélées. Par conséquent, ces bruits doivent être très atténués avec ce dispositif. Le bruit « de lecture » est additif. Il est également très faible et négligeable devant les autres bruits dans l'état actuel de la technologie.

Aussi, le bruit dominant est le bruit de photons. Le signal mesuré n_{mes} par un pixel du capteur CCD est soumis à une fluctuation d'amplitude Δn_{mes} . La loi de Poisson donne

$$\Delta n_{mes} \propto \sqrt{N} \quad (1.82)$$

où N est le nombre de photons reçus. Le constructeur des capteurs utilisés garantit la linéarité de la réponse, d'où

$$n_{mes} \propto N \quad (1.83)$$

Par conséquent, la mesure d'une image de phase est entachée d'un bruit

$$\frac{\Delta n_{mes}}{n_{mes}} \propto \frac{\sqrt{N}}{N} \quad (1.84)$$

La figure 1.30 présente une vérification expérimentale de la tendance (1.84). La taille de

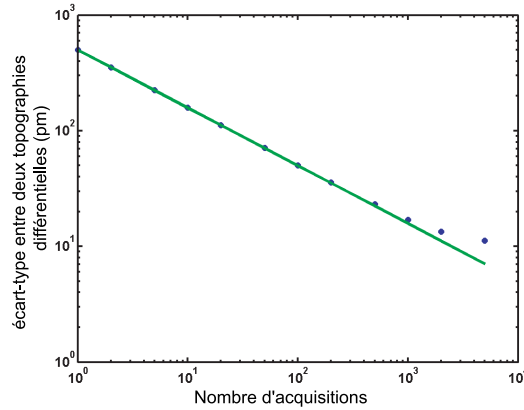


FIG. 1.30: Vérification expérimentale de la dépendance du bruit de mesure au nombre de photons accumulés.

la tache de diffusion est ici de l'ordre de la taille du pixel dans le plan objet. L'écart-type entre deux mesures successives d'une carte de phase décroît bien avec $N^{-\frac{1}{2}}$. L'écart-type minimal obtenu ici est de l'ordre de 0.2 mrad, soit 10 pm. Il est important de noter que dans la partie linéaire de la courbe, le niveau de bruit est piloté par le temps d'acquisition, et on peut donc « choisir » ce niveau de bruit. La figure 1.31 présente la fonc-

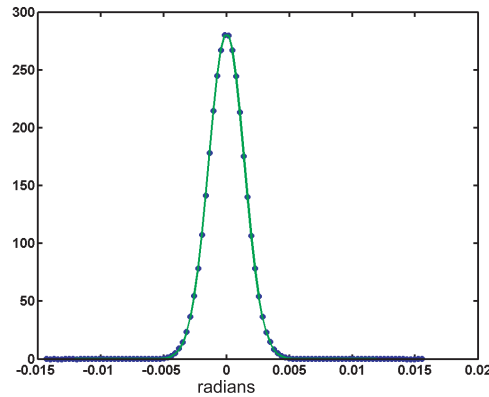


FIG. 1.31: Densité de probabilité mesurée du bruit affectant la mesure de phase (50 accumulations) et modélisation par une distribution gaussienne.

tion de répartition mesurée (cercles) et sa modélisation par une loi de Gauss. L'accord est excellent, ce qui permet de représenter le bruit affectant la mesure de phase comme une variable aléatoire gaussienne, à moyenne nulle, dont l'écart-type dépend du nombre d'accumulations (pour 50 accumulations, cet écart-type est de l'ordre de 2×10^{-3} rad). Par ailleurs, l'autocorrélation des fluctuations est tracée pour 50 accumulations sur la

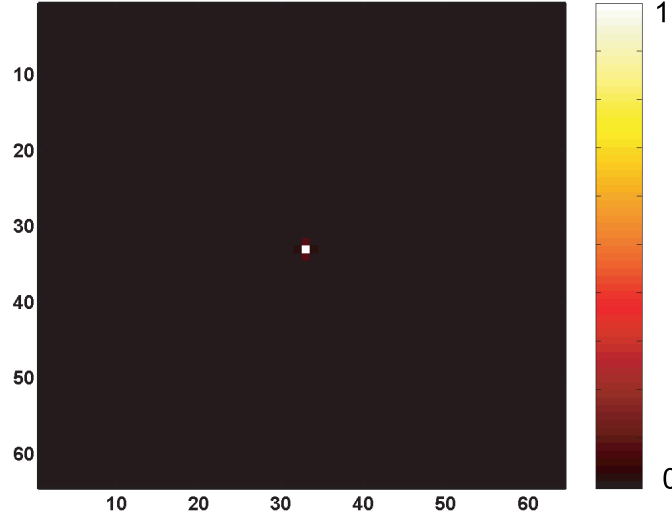


FIG. 1.32: Autocorrélation du champ de fluctuations pour 50 images accumulées (durée $\simeq 1s$).

figure 1.32. Cette fonction d'autocorrélation est un Dirac, le bruit obtenu est donc parfaitement décorrélé entre deux pixels adjacents. Le temps d'accumulation est limité par des dérives lentes du système ou de l'objet, essentiellement d'origine thermique. Ainsi, pour les temps d'exposition longs, le bruit de photons n'est plus le phénomène limitant. On le vérifie notamment sur la figure 1.33 d'autocorrélation du champ de fluctuations pour 5000 images accumulées. Cette fois, le champ de fluctuations présente des corrélations à grande distance, signe d'une dérive globale du système, suspectée sur la figure 1.30. La reproductibilité de la mesure de phase est donc limitée, aux temps d'exposition courts, par le bruit de photons. Nous avons utilisé des capteurs CCD DALSA-CA-D1 (numérisation sur 8 bits, montage décrit sur la figure 1.23) et DALSA-1M30 (numérisation sur 12 bits, montage décrit sur la figure 1.24), dont le constructeur garantit la linéarité jusqu'à des charges de 10^5 et 2.5×10^5 électrons, respectivement. Par conséquent, rapporté à un pas de quantification, le niveau de fluctuation induit par le bruit de photons s'écrit (près de la saturation)

$$\begin{aligned} \sqrt{N} \times \frac{2^b}{N} &= 0.8 \text{ pas (DALSA-CA-D1)} \\ &= 8 \text{ pas (DALSA-1M30)} \end{aligned} \quad (1.85)$$

Dans les deux cas, ce bruit est suffisant pour s'affranchir de l'erreur de quantification. En effet, la fonction $\varepsilon_q(x) = x - A(x)$, où $A(x)$ représentant la fonction « arrondi », est tracée sur l'étendue d'un pas de quantification sur la figure 1.34. L'origine est placée au centre du pas de quantification, les deux valeurs possibles, après numérisation, se situant à $x = -\frac{1}{2}$ et $x = \frac{1}{2}$. Du fait de l'existence des fluctuations, on fait l'hypothèse d'ergodicité du phénomène, et on remplace les moyennes temporelles par des moyennes sur les

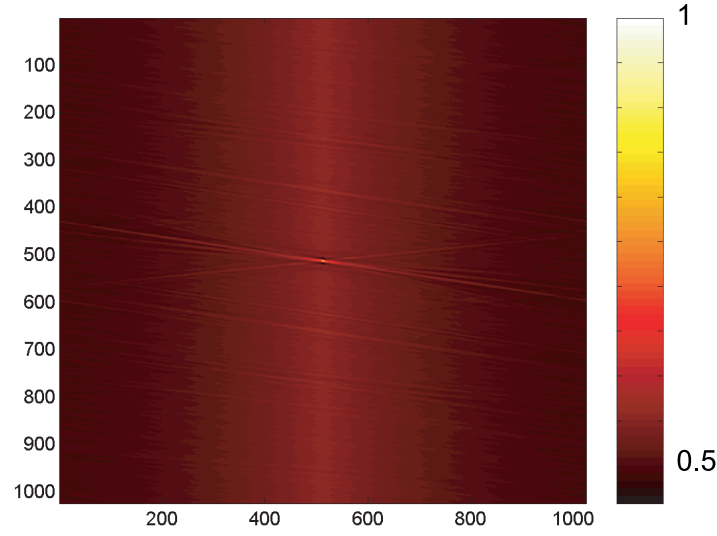


FIG. 1.33: Autocorrélation du champ de fluctuations pour 5000 images accumulées (durée $\simeq 100$ s).

configurations du système, c'est-à-dire sur les valeurs x prises par la charge électrique d'un pixel. On suppose ici qu'elle peut varier de manière continue, ce qui est relativement raisonnable puisque x peut prendre en fait $\frac{N}{2b}$ valeurs distinctes sur l'intervalle $[-\frac{1}{2} \dots \frac{1}{2}]$. On suppose enfin que x suit une distribution uniforme sur l'intervalle. On a alors

$$\langle \epsilon_q(x) \rangle = 0 \quad (1.86)$$

$$\begin{aligned} \langle \epsilon_q^2(x) \rangle &= \int_{-\frac{1}{2}}^0 \left(\frac{1}{2} + x\right)^2 dx + \int_0^{\frac{1}{2}} \left(-\frac{1}{2} + x\right)^2 dx \\ &= \frac{1}{12} \end{aligned} \quad (1.87)$$

On en déduit

$$\langle A(x) \rangle = \langle x \rangle - \langle \epsilon_q(x) \rangle = \langle x \rangle \quad (1.88)$$

$$\langle A^2(x) \rangle = \langle x^2 \rangle - 2\langle x\epsilon_q(x) \rangle + \langle \epsilon_q^2(x) \rangle = \langle x^2 \rangle + \frac{1}{6} \quad (1.89)$$

Par conséquent, l'écart-type sur la valeur du signal numérisé (comptée en pas de quantification), dû à l'erreur de quantification est donné par

$$\sigma_q^2 = \langle A^2(x) \rangle - \langle A(x) \rangle^2 = \frac{1}{6} + \langle x^2 \rangle - \langle x \rangle^2 = \frac{1}{6} + \sigma_x^2 \quad (1.90)$$

Par conséquent, si à la mesure se superpose un bruit d'écart-type σ_x supérieur à $\sqrt{\langle \epsilon_q^2(x) \rangle} = \frac{1}{2\sqrt{3}} \simeq 0.3$ pas, alors une moyenne temporelle du signal permet de s'affranchir des erreurs

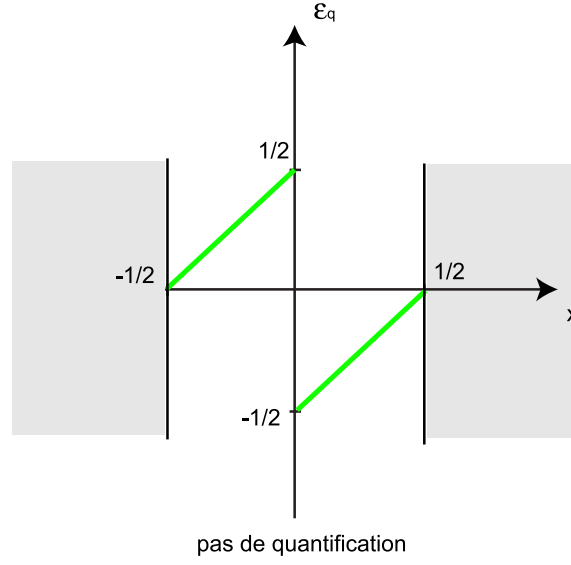


FIG. 1.34: Tracé de la fonction ε_q sur un pas de quantification.

de quantification. Les deux montages réalisés satisfont cette condition, d'après (1.85). L'écart-type sur la valeur discrétisée σ_q vaut alors

$$\sigma_q = \sigma_x \sqrt{1 + \frac{1}{6\sigma_x^2}} \quad (1.91)$$

où σ_x représente le bruit de photons. On en déduit

$$\begin{aligned} \sigma_q &\simeq 1.12\sigma_x(\text{DALSA-CA-D1}) \\ &\simeq 1.001\sigma_x(\text{DALSA-1M30}) \end{aligned} \quad (1.92)$$

3.2 Justesse de la mesure de phase

Puisque les images stroboscopiques ne sont pas corrompues par les erreurs de quantification, les sources d'erreur (en dehors de celles signalées au paragraphe 2.2.1) lors de la mesure de la phase découlent éventuellement d'un défaut de réglage des paramètres de modulation ψ_0 et θ_{mod} , qui ne satisferaient plus la condition $\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} = 1$ (voir partie 2.3.1). A partir des équations (1.65), on écrit le développement limité à l'ordre 1 du rapport $\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c}$ au voisinage du point optimal

$$\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} \simeq 1 - 0.86(\psi - \psi_{opt}) + 2.01(\theta_{mod} - \theta_{opt}) \quad (1.93)$$

Une erreur sur les paramètres de modulation implique une erreur $\delta\phi$ (supposée petite) sur la phase mesurée

$$\begin{aligned}\tan(\phi + \delta\phi) &= \frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} \tan(\phi) \\ &\simeq \tan(\phi) + \delta\phi(1 + \tan^2(\phi))\end{aligned}\quad (1.94)$$

On obtient alors $\delta\phi$

$$\delta\phi \simeq \frac{\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} - 1}{2} \sin(2\phi) \quad (1.95)$$

Si $\frac{\Gamma_s}{\Gamma_c} = 1$, alors $\delta\phi = 0$. En utilisant le développement (1.93)

$$\delta\phi \simeq \frac{-0.86(\psi - \psi_{opt}) + 2.01(\theta_{mod} - \theta_{opt})}{2} \sin(2\phi) \quad (1.96)$$

Si on suppose que la principale erreur de réglage porte sur θ_{mod} , qui ne peut être réglé que par valeur discrète, par pas de 1.4° , alors une erreur $|\theta_{mod} - \theta_{opt}| \simeq 10^{-2}$ rad limite la justesse de la mesure de phase

$$\delta\phi \simeq 10^{-2} \sin(2\phi) \quad (1.97)$$

où $\delta\phi$ est donné en radian. Pour un objet présentant peu de variation de phase, on aura donc intérêt à se placer au voisinage d'un multiple de $\frac{\pi}{2}$ pour minimiser l'effet d'une erreur de réglage.

4 Mesure de champs de déplacements hors-plan

4.1 Principe

On a vu dans la partie 2 que l'interféromètre de Nomarski nous permet d'obtenir une carte de phase liée à la topographie de l'objet. Ce signal de phase est la somme d'une contribution liée aux variations d'altitude, suivant la direction normale au plan de l'échantillon, et d'une contribution liée aux variations d'orientation de la normale à la surface. Le signal de phase prend donc la forme (en supposant l'interféromètre correctement réglé)

$$\begin{aligned}\phi &= \phi_0 + \frac{4\pi n}{\lambda} \left(z\left(x + \frac{d}{2}\right) - z\left(x - \frac{d}{2}\right) \right) + \frac{\partial\phi_W}{\partial\gamma} (\gamma_{TE} - \gamma_{TM}) \\ &= \phi_0 + \frac{4\pi n}{\lambda} \left(z\left(x + \frac{d}{2}\right) - z\left(x - \frac{d}{2}\right) \right) + \frac{\partial\phi_W}{\partial\gamma} \left(\frac{\partial z}{\partial x}\left(x + \frac{d}{2}\right) - \frac{\partial z}{\partial x}\left(x - \frac{d}{2}\right) \right) \\ &= \phi_0 + \Phi\left(x + \frac{d}{2}\right) - \Phi\left(x - \frac{d}{2}\right) \\ &= \phi_0 + \Delta\Phi\end{aligned}\quad (1.98)$$

En supposant que la normale à la surface est donnée par la pente locale, Φ est l'information sur la topographie mesurée

$$\Phi(x) = \frac{4\pi n}{i\lambda} z(x) + \frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma} \frac{\partial z}{\partial x}(x) \quad (1.99)$$

On dispose donc d'une information sur la variation de topographie entre deux points, distants de d . Deux choix sont alors possibles. On choisit une valeur de d petite, c'est-à-dire de l'ordre de la taille de la tache de diffraction. On obtient alors un signal lié aux hautes fréquences spatiales, ce qui en fait un outil pour mesurer la rugosité d'un échantillon poli [29]. L'exploitation quantitative d'informations à plus basse fréquence spatiale est alors rendue difficile par la combinaison de deux limitations :

- L'intégration de ce signal nécessite de prendre en compte le caractère fini du décalage d entre les deux faisceaux. De la même manière que pour l'exploitation de résultats de shearographie, l'approximation qui consiste à assimiler l'information de topographie obtenue à la pente locale de la surface introduit des erreurs qui peuvent être conséquentes [39] ;
- Ces informations aux grandes longueurs de variations sont absentes de l'image de phase obtenue, puisqu'une valeur de d faible joue le rôle d'un filtre passe-haut pour la topographie.

Par conséquent, comme on cherche à mesurer une quantité cinématique significative pour des objets dont la dimension caractéristique est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, on choisit d'utiliser les valeurs de décalage les plus grandes possibles, afin d'atteindre directement le déplacement relatif de deux points de l'objet, distants de d . Si le décalage d est plus grand que la plus grande dimension de l'objet, alors l'exploitation de la mesure de phase est directe : la topographie différentielle est alors la différence entre la topographie de l'objet et celle du substrat sur lequel il est attaché. Sinon, il faut prendre explicitement en compte la valeur du décalage pour exploiter la carte de phase. La figure 1.35 présente un exemple de topographie différentielle obtenue en observant deux leviers de 70 micromètres de long, avec une valeur de d légèrement supérieure. On observe ainsi la différence de topographie entre les poutres et le plan du substrat adjacent, dont on aperçoit la trace, superposée aux leviers. En choisissant de décomposer $z(x)$ sur une base de fonctions dérivables :

$$z(x) = \sum_s \mu_s z_s(x) \quad (1.100)$$

alors Φ se décompose

$$\Phi(x, t) = \sum_s \mu_s(t) \left(\frac{4\pi n}{i\lambda} z_s(x) + \frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma} \frac{\partial z_s}{\partial x}(x) \right) \quad (1.101)$$

$$= \sum_s \mu_s(t) \Phi_s(x, t) \quad (1.102)$$

Par conséquent, si la surface décrite par $z(x)$ à l'instant t subit un déplacement hors-plan $w(x)$, alors la surface est décrite à l'instant $t + dt$ par

$$z(x) + w(x) = \sum_s \mu_{s, t+dt} z_s(x) \quad (1.103)$$

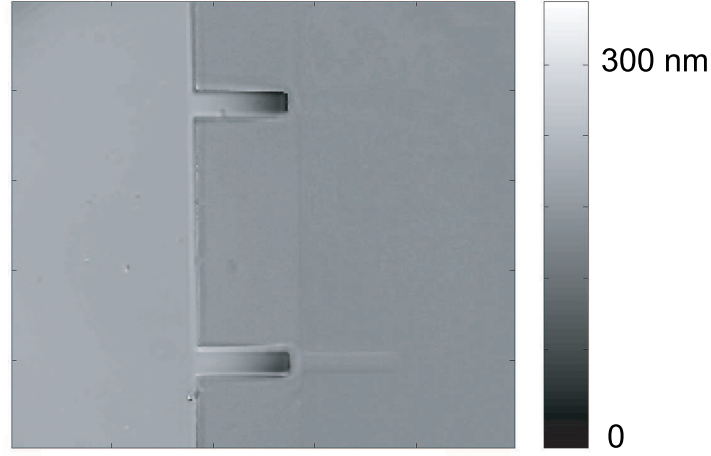


FIG. 1.35: Exemple de topographie différentielle obtenue avec d supérieur à la longueur des leviers.

avec

$$\mu_{s,t+dt} = \mu_{s,t} + v_s \quad (1.104)$$

$$w(x) = \sum_s v_s z_s(x) \quad (1.105)$$

La variation de phase correspondante s'écrit alors

$$\Phi(x, t + dt) - \Phi(x, t) = \sum_s v_s(t) \left(\frac{4\pi n}{\lambda} z_s(x) + \frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma} \frac{\partial z_s}{\partial x}(x) \right) = \sum_s v_s(t) \Phi_s(x, t) \quad (1.106)$$

Par conséquent, la mesure du champ de déplacement hors-plan à partir de la variation de phase entre deux états (avant et après déformation) nécessite la connaissance des deux coefficients numériques intervenant dans (1.106).

4.2 Justesse et reproductibilité de la mesure de déplacement hors-plan

4.2.1 Justesse de la mesure

La justesse de la mesure de déplacement hors-plan dépend de la justesse de la mesure de phase (partie 3.2) d'une part, et de la justesse des coefficients $\frac{4\pi n}{\lambda}$ et $\frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma}$ d'autre part. L'indice du milieu, considéré comme homogène, peut être mesuré par ailleurs, à l'aide d'un réfractomètre. L'annexe D présente les valeurs obtenues avec les solutions utilisées dans ce travail, pour une longueur d'onde de 633 nm, à une température de 25°C. La justesse du coefficient $\frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma}$ dépend directement du nombre de points pris pour

l'étalonnage. Finalement, la mesure de déplacement hors-plan dépend également de la mesure du décalage introduit par le prisme de Wollaston, si celui-ci est inférieur à la dimension de l'objet. Cette sensibilité dépend alors du rapport entre le décalage introduit et les longueurs caractéristiques des fonctions $z_s(x)$ utilisées pour décrire la topographie.

4.2.2 Projection des champs de déplacements sur une base de champs cinématiquement admissibles

Une infinité de choix est possible pour la base des fonctions $z_s(x)$, et celui-ci sera guidé par les applications visées. Si l'on souhaite utiliser les champs de déplacements obtenus pour traiter du comportement mécanique de structures (poutres, plaques) alors on pourra choisir une base de type éléments finis (fonctions polynômiales par morceaux). On pourrait, en d'autres circonstances, utiliser des fonctions de Fourier, des ondelettes, des fonctions de Bessel, etc.

4.2.3 Reproductibilité de la mesure de déplacement

En pratique, la mesure de déplacement se fait en cherchant la projection sur la base des fonctions Φ_s , déduite de la base des fonctions z_s . Quelle que soit la base choisie, le problème consiste à trouver les paramètres v_s minimisant

$$\eta_s = \sum \left(\Delta\Phi(x) - \sum_s v_s \Phi_s(x) \right)^2 \quad (1.107)$$

où $\Delta\Phi(x)$, définie au paragraphe 4.1, représente la différence de phase mesurée. On a montré au paragraphe 3.1 que $\Delta\Phi(x)$ est soumis à un bruit de moyenne nulle, décorrélé spatialement et d'écart-type contrôlé par le temps d'acquisition. On suppose donc qu'à chaque pixel x , $\Delta\Phi(x)$ est vu avec un bruit gaussien $b(x)$, additif, de moyenne nulle, et de variance σ^2 . L'indicateur défini par (1.107) se réécrit

$$\eta_s = (\mathcal{P}v - \mathbf{p})^t (\mathcal{P}v - \mathbf{p}) \quad (1.108)$$

où chaque colonne de $\mathcal{P}$ représente une fonction $\Phi_s(x)$, et v est la projection recherchée. Aussi, les conditions de stationnarité de η_s s'écrivent

$$\mathcal{P}^t \mathcal{P}v = \mathcal{P}^t \mathbf{p} \quad (1.109)$$

Si $\Delta\Phi(x)$ est soumis à un bruit de mesure, alors on peut formellement l'écrire

$$\mathbf{p} = \mathbf{p}_0 + \mathbf{b} \quad (1.110)$$

$\mathbf{p}_0$ est alors la différence de phase idéale, en l'absence de bruit. La partition correspondante sur les projections s'écrit

$$v_m = v_0 + \delta v \quad (1.111)$$

avec

$$\mathcal{P}\mathbf{v}_0 = \mathbf{p}_0 \quad (1.112)$$

L'équation de projection (1.109) se réduit alors à

$$\mathcal{P}^t \mathcal{P} \delta \mathbf{v} = \mathcal{P}^t \mathbf{b} \quad (1.113)$$

et la valeur minimale $\eta_{s,min}$ de l'indicateur η_s est donnée par

$$\eta_{s,min} = \mathbf{b}^t \mathbf{b} - \delta \mathbf{v}^t \mathcal{H} \delta \mathbf{v} \quad (1.114)$$

où on a posé

$$\mathcal{H} = \mathcal{P}^t \mathcal{P} \quad (1.115)$$

En utilisant alors une description statistique de $\mathbf{b}$, on dérive une description de $\delta \mathbf{v}$ et de $\eta_{s,min}$. On a

$$E[\eta_{min}] = E[\mathbf{b}^t \mathbf{b}] - E[\delta \mathbf{v}^t \mathcal{H} \delta \mathbf{v}] \quad (1.116)$$

où $E[\cdot]$ est l'espérance de la variable aléatoire $\cdot$. Si N_p est le nombre de points de mesure, alors $E[\mathbf{b}^t \mathbf{b}] = N_p \sigma^2$ puisque le bruit affectant la mesure est décorrélé en espace. En injectant (1.113),

$$E[\delta \mathbf{v}^t \mathcal{H} \delta \mathbf{v}] = E[\mathbf{X}^t \mathcal{H}^{-1} \mathbf{X}] \quad (1.117)$$

avec $\mathbf{X} = \mathcal{P}^t \mathbf{b}$. Avec cette définition, on a

$$X_i = \sum_{x=1}^{x=N_p} \Phi_i(x) b(x) = \sum_{x=1}^{x=N_p} x_i(x) = \langle \Phi_i, b \rangle \quad (1.118)$$

Comme $b(x)$ est décorrélé, la covariance est obtenue en fonction des fonctions de forme Φ_s

$$\begin{aligned} E[X_i X_j] &= \sum_{x=1}^{x=N_p} E[x_i(x) x_j(x)] \\ &= \sum_{x=1}^{x=N_p} \int_{-\infty}^{\infty} \Phi_i(x) \Phi_j(x) \frac{x^2}{\sigma \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma^2}\right) dx \\ &= \sigma^2 \langle \Phi_i, \Phi_j \rangle \\ &= \sigma^2 \Xi_{ij} \end{aligned} \quad (1.119)$$

Si on appelle N_{ddl} le nombre de paramètres $\mathbf{v}_s$ à identifier, on en déduit

$$\begin{aligned} E[\eta_{s,min}] &= \sigma^2 (N_p - \mathcal{H}^{-1} : \mathcal{H}) \\ &= \sigma^2 (N_p - N_{ddl}) \end{aligned} \quad (1.120)$$

Par conséquent, la valeur de l'indicateur après minimisation est une mesure du niveau de bruit affectant les mesures, si la base de fonctions retenue est satisfaisante pour décrire le champ de déplacement à mesurer.

5 Mesure d'un champ de déplacement plan

5.1 Principe

5.1.1 Mesure de déplacement plan

Le niveau de reproductibilité atteint avec les interféromètres proposés permet de discerner sans difficulté la rugosité de surfaces comme celle de films d'or évaporés-condensés. Cette rugosité est alors un marqueur de la surface. Mesurer le déplacement de zones choisies doit donc permettre de mesurer le déplacement dans son plan de l'objet. C'est le principe de la vélocimétrie de particules pour la mesure de champs de déplacements en mécanique des fluides [40], qui a été appliqué à la mécanique des solides au début des années 1980 [41]. La technique était alors utilisée sur des images obtenues par interférométrie de speckle, la figure de speckle, due à la rugosité de la surface observée, étant alors le marqueur lié à la surface. La technique a alors été successivement améliorée [42], afin de pouvoir être utilisée avec une grande variété de marqueurs, naturels (*i.e.*, la texture naturelle de la surface observée) ou artificiels (par exemple un mouchetis de peinture déposé à la surface de l'objet). Si on note ce marqueur bidimensionnel $f(\mathbf{x})$ avant déformation et $g(\mathbf{x})$ après déformation, on cherche le champ $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ tel que

$$g(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (1.121)$$

Le champ $\mathbf{u}$ cherché est alors la solution du problème de minimisation de la fonctionnelle

$$\vartheta(\mathbf{u}(\mathbf{x})) = \int_{\Omega} (g(\mathbf{x}) - f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})))^2 d\mathbf{x} \quad (1.122)$$

Si $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ est petit devant la longueur de variation caractéristique du marqueur f , alors on peut écrire un développement limité à l'ordre 1 :

$$\vartheta(\mathbf{u}(\mathbf{x})) = \int_{\Omega} (g(\mathbf{x}) - f(\mathbf{x}) - \mathbf{u}(\mathbf{x}) \nabla f(\mathbf{x}))^2 d\mathbf{x} \quad (1.123)$$

Si l'on suppose $\mathbf{u}$ constant sur le domaine Ω , alors la stationnarité de 1.122 peut se réécrire comme la maximisation de

$$\int_{\Omega} g(\mathbf{x} - \mathbf{v}) f(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \quad (1.124)$$

L'équation (1.124) peut alors être résolue très rapidement dans l'espace de Fourier, puisque (1.124) est le produit d'intercorrélation

$$\begin{aligned} \langle f, g \rangle(\mathbf{v}) &= \int f(\mathbf{x}) g(\mathbf{x} - \mathbf{v}) d\mathbf{x} \\ &= \int f(\mathbf{x}) f(\mathbf{x} + \mathbf{u} - \mathbf{v}) d\mathbf{x} \\ &= \langle f, f \rangle(\mathbf{v} - \mathbf{u}) \end{aligned} \quad (1.125)$$

Comme $\langle f, f \rangle(\mathbf{v})$ est par construction maximum en $\mathbf{v} = \mathbf{0}$, le profil d'intercorrélation présente un maximum en $\mathbf{v} = \mathbf{u}$. C'est cette propriété que l'on exploite pour retrouver $\mathbf{u}$ à partir de la mesure de f et g . La description du champ à mesurer a également été étendue et enrichie : si les premiers algorithmes permettaient de mesurer des champs de déplacements continus par morceaux, des développements récents proposent d'enrichir la description du champ à mesurer : le champ de déplacement plan peut être recherché sur une base de Fourier [43], ou sur une base adaptée aux phénomènes observés. Par exemple, pour déterminer la ténacité d'un matériau fragile, on peut mesurer l'ouverture de la fissure [44], ou chercher le champ de déplacement en pointe de fissure sur une base de fonctions construite autour des champs solution du problème d'une fissure en traction dans un massif infini [45]. Quand la qualité des images utilisées est faible (par exemple extraites d'une vidéo) une définition multi-échelle des champs est utilisée [46]. Quelle que soit la base choisie, l'équation (1.122) montre que la mesure de $\mathbf{u}$ n'est possible que si $\nabla f \neq \mathbf{0}$. D'une manière générale, ce sont les propriétés du marqueur f qui vont déterminer la qualité de la mesure du déplacement $\mathbf{u}$. En particulier, $\nabla f(\mathbf{x})$ apparaît comme le vecteur sensibilité de la méthode.

5.1.2 Sur l'utilisation de la topographie différentielle comme marqueur

L'idée d'utiliser la rugosité d'échantillons de taille micrométrique comme marqueur pour une technique de corrélation est due à Vendroux *et al.* [47], qui ont utilisé un microscope à effet tunnel pour obtenir cette topographie. Avec l'interféromètre de Nomarski, les composants sont ajustés afin que la direction du décalage introduit par le prisme de Wollaston soit parallèle à une direction du capteur CCD (*e.g.*, l). L'information recueillie est discrète, de sorte que la transformée de Fourier $\tilde{Z}$ de la topographie $z(l, m)$ est donnée par

$$\tilde{Z}(k, m) = \sum_{l=1}^N z(l, m) \exp \left[-2j\pi \frac{(k-1)(l-1)}{N} \right]. \quad (1.126)$$

Par conséquent, la transformée de Fourier $\tilde{P}$ du signal de topographie $\Phi(l, m)$ est donnée par

$$\begin{aligned} \tilde{P}(k, m) &= \frac{4\pi n}{i\lambda} \tilde{Z}(k, m) + \frac{\partial \phi_w}{\partial \gamma} \left(2j \frac{(k-1)}{N} \right) \tilde{Z}(k, m) \\ &= \left(\frac{4\pi n}{i\lambda} + 2j \frac{(k-1)}{N} \right) \tilde{Z}(k, m) \end{aligned} \quad (1.127)$$

et la transformée de Fourier $\tilde{S}$ du signal de topographie différentielle $S(l, m)$

$$S(l, m) = \phi_0 + \Phi\left(l + \frac{d}{2}, m\right) - \Phi\left(l - \frac{d}{2}, m\right) \quad (1.128)$$

est donnée par

$$\tilde{S}(k, m) = 2j\tilde{P}(k, m) \sin \left[\pi d \frac{(k-1)}{N} \right] = \tilde{P}(k, m) \tilde{H}(k, m). \quad (1.129)$$

Certaines fréquences spatiales sont absentes de l'image observée et celles-ci ne dépendent que du décalage introduit. Ainsi, une mesure de composantes du champ de déplacement $\mathbf{u}$ à ces fréquences spatiales est impossible. Puisque le marqueur f ne les contient pas, elles sont également absentes du terme $\nabla f(\mathbf{x})$, de sorte qu'un champ de déplacement périodique à cette même fréquence ne modifie pas le marqueur observé (voir l'équation (1.122)). Ces fréquences spatiales absentes interdisent par ailleurs une détermination directe de $\tilde{P}(k, m)$ à partir de $\tilde{S}(k, m)$: le problème est mal-posé au sens de Hadamard [48]. On a donc développé un moyen expérimental qui permet d'obtenir les informations manquantes, afin de rendre possible la mesure de toutes les composantes du champ de déplacement.

5.2 Reconstruction du signal de topographie

5.2.1 Reconstruction dans l'espace de Fourier

Un moyen de fournir plus d'informations pour décrire la topographie est de former deux images de celle-ci avec deux décalages différents. Pour chaque fréquence spatiale, on reconstruit la transformée de Fourier $\tilde{P}(k, m)$ du signal de topographie à partir de l'image dans laquelle l'information, à la fréquence considérée, est *a priori*, la moins affectée par le bruit de mesure.

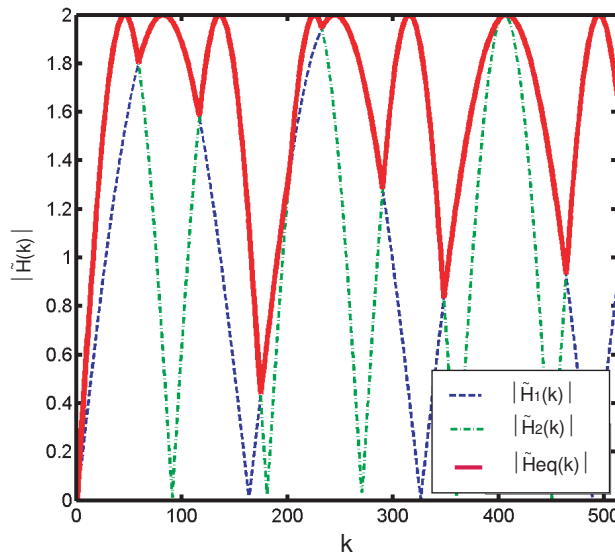


FIG. 1.36: Norme de la fonction de transfert pour deux systèmes avec deux décalages différents et pour le système équivalent.

On forme deux topographies différentielles $\tilde{S}_1(k, m)$ et $\tilde{S}_2(k, m)$ de la même topographie avec deux décalages d_1 et d_2 . Les fonctions de transfert sont respectivement $\tilde{H}_1(k, m)$

et $\tilde{H}_2(k, m)$. Pour résoudre le problème inverse, on définit (figure 1.36)

$$\tilde{H}_{eq}(k, m) = \sup_{|\cdot|} [\tilde{H}_1(k, m), \tilde{H}_2(k, m)] \quad (1.130)$$

On en déduit les ensembles K_1 et K_2

$$\begin{aligned} K_1 &= \{k_1 | \tilde{H}_{eq}(k_1, m) = \tilde{H}_1(k_1, m)\} \\ K_2 &= \{k_2 | \tilde{H}_{eq}(k_2, m) = \tilde{H}_2(k_2, m)\} \end{aligned} \quad (1.131)$$

Comme $\tilde{H}_{eq}(k, m) \neq 0, \forall k \neq 1$, il vient

$$\tilde{P}(k, m) = \begin{cases} \frac{\tilde{S}_1(k, m)}{\tilde{H}_{eq}(k, m)} & \forall k \in K_1, \\ \frac{\tilde{S}_2(k, m)}{\tilde{H}_{eq}(k, m)} & \forall k \in K_2. \end{cases}$$

Si les décalages introduits par les prismes de Wollaston sont supposés connus, on déduit la signature de la topographie recherchée $\Phi(l, m)$ par transformée de Fourier inverse, à un ensemble de constantes additives près. Ces constantes sont déterminées soit par des connaissances a priori sur l'objet [39], soit par une nouvelle mesure avec un décalage dans la direction perpendiculaire. On dispose alors d'une mesure du gradient de la topographie suivant deux directions, $\frac{\partial f_{exp}(l, m)}{\partial l}$ et $\frac{\partial f_{exp}(l, m)}{\partial m}$. La topographie $\Phi(l, m)$ s'obtient alors de la même manière que dans la partie 2.4.2.

5.2.2 Choix du couple de décalages

Le couple de décalages est choisi sur des critères liés d'une part à la fonction de transfert $\tilde{H}_{eq}$ (valeur moyenne, valeur pour les faibles k), d'autre part à des contraintes technologiques sur la géométrie des prismes de Wollaston. Dans la suite, les angles de séparation des prismes utilisés sont de $2,11 \times 10^{-5}$ rad et $1,06 \times 10^{-3}$ rad, soit 1,41 et 70,6 pixels, respectivement avec des pixels de 12 micromètres de côté dans le plan image et une lentille tube de 800 mm de focale. Ce sont ces prismes dont le calcul est présenté dans l'annexe B (paragraphe 2 et 3).

5.3 Mesure de champs de déplacements plan

On présente sur la figure 1.37 un essai de validation de cette mesure de déplacement plan sur une surface d'or observée avec un grandissement $\times 22$. La reproductibilité des topographies différentielles utilisées est de l'ordre de 100 pm. Cette reproductibilité est estimée en supposant que le retrait et la mise en place des prismes de Wollaston n'introduit pas d'erreurs supplémentaires. Pour une zone de mesure de 1024×1024 pixels, l'erreur peut être décomposée en une incertitude (écart quadratique moyen) attribuée à la procédure de corrélation de l'ordre de $2,8 \times 10^{-2}$ pixel (*i.e.*, 15nm) et une erreur systématique de 0,14 pixel (*i.e.*, 75nm) par rapport à la droite "idéale", de l'ordre de grandeur du jeu dans le dispositif permettant d'imposer le déplacement.

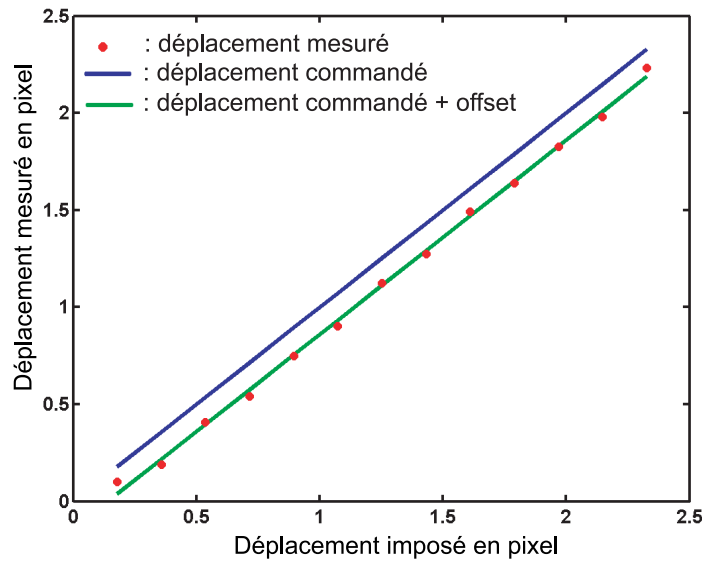


FIG. 1.37: Validation de la mesure de déplacement plan : déplacement mesuré en fonction du déplacement imposé.

5.4 Estimation du rôle du marqueur dans la mesure du champ de déplacement

Si les techniques de corrélation d'images numériques sont largement diffusées dans les laboratoires de mécanique, l'évaluation du rôle des différents paramètres reste discutée, et leur estimation se fait souvent en utilisant des images de test générées numériquement. On teste alors autant les algorithmes que les paramètres physiques intervenant dans la formation des images (voir [50], [51], [52]). Afin d'estimer la qualité des résultats obtenus, on propose une estimation des performances limites que l'on peut obtenir, à partir de la description statistique de la formation des images, présentée au paragraphe 3.1.

5.4.1 Modélisation de l'ensemble marqueur-système d'imagerie

Une matrice CCD est un capteur matriciel plan, dont chaque pixel effectue une intégration du signal qu'il reçoit sur sa surface sensible (discrétisation spatiale). On s'intéresse donc ici autant aux propriétés du marqueur qu'à celles du dispositif imageur et à leur influence sur la mesure d'un déplacement plan. On suppose ici que la tache de diffusion n'est pas sur-échantillonnée, de sorte que c'est le détecteur qui définit la discrétisation latérale. A partir des propriétés statistiques des topographies différentielles mesurées à l'aide de l'interféromètre de Nomarski, on propose une procédure d'estimation des performances d'un ensemble marqueur-système d'imagerie pour la mesure d'un champ de déplacement plan. On se restreint au cas unidimensionnel. Par conséquent, le marqueur sera noté $f(x)$, où x est une variable d'espace scalaire. On note p la dimension physique d'un pixel, de sorte que le pixel n couvre une zone allant de $x = np$ à $x = (n + 1)p$. Par

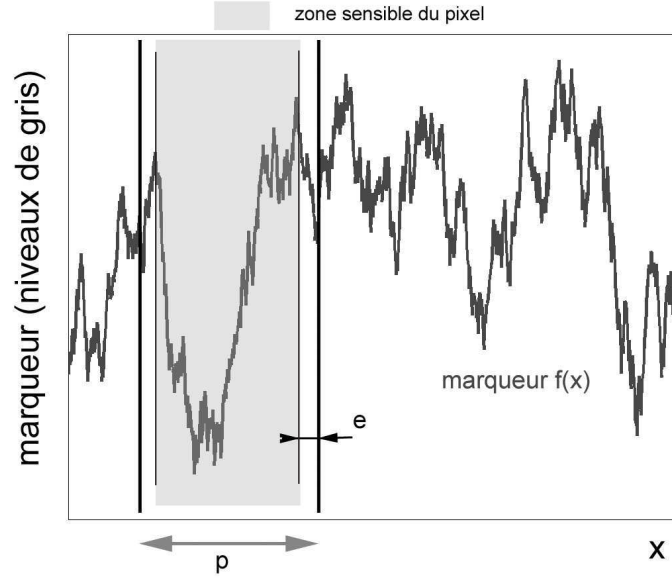


FIG. 1.38: Ensemble marqueur-système d'imagerie : géométrie du problème et variables associées.

construction, les zones sensibles des pixels sont rarement jointives (il faut loger la connectique, évacuer la chaleur...). On suppose que cette zone sensible est centrée par rapport au pixel, et qu'elle s'étend entre l'abscisse $x = np + e$ et $x = (n + 1)p - e$ (figure 1.38). La variable donnée par les fabricants de matrice CCD pour décrire cette surface sensible, le facteur de remplissage ϕ_r , est reliée aux variables que nous avons définies

$$\phi_r = \frac{p - 2e}{p} \quad (1.132)$$

Le processus de discrétisation est à l'origine d'une perte importante d'information. En effet, un pixel CCD effectue une intégration sur l'ensemble de sa surface des photons qu'il reçoit. Ce n'est pas le marqueur lui même qui est vu, mais sa moyenne sur la surface sensible du capteur. D'autre part, la reproductibilité de la mesure limite la plus petite variation de phase $\delta\phi_{min}$ qu'il est possible de détecter. Il est alors nécessaire de choisir un critère qui permet de définir $\delta\phi_{min}$, qui sera de l'ordre de grandeur de l'écart-type de la variable aléatoire traduisant le bruit de mesure sur la phase. On fait le choix de considérer comme discernables deux densités de probabilités dont les gaussiennes sont égales à mi-hauteur (voir figure 1.39). Dans ce cas

$$\begin{aligned} \delta\phi_{min} &= \sigma\sqrt{2\ln 2} \\ &\simeq 1,17\sigma \end{aligned} \quad (1.133)$$

On cherche le plus petit déplacement d tel que

$$\frac{1}{p - 2e} \left| \int_{np+e}^{(n+1)p-e} f(x)dx - \int_{np+e}^{(n+1)p-e} f(x+d)dx \right| \geq \delta\phi_{min} \quad (1.134)$$

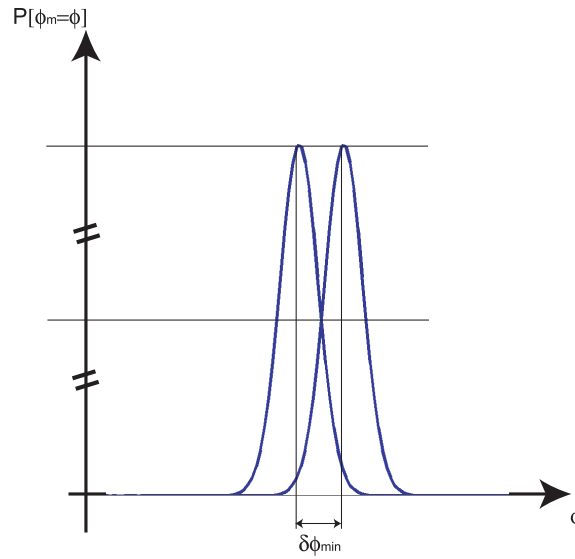


FIG. 1.39: Ensemble marqueur-système d'imagerie : définition de la plus petite variation de topographie détectable.

Au premier ordre en d , cela revient à estimer la probabilité

$$P \left\{ \left| [f(x)]_{np+e}^{(n+1)p-e} \right| \geq \frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d} \right\} \quad (1.135)$$

Soit alors $T(x)$ la fonction définie à partir de $f(x)$ par

$$T(x) = f\left(x + \frac{p-2e}{2}\right) - f\left(x - \frac{p-2e}{2}\right) \quad (1.136)$$

Le problème revient alors à chercher la probabilité

$$P \left\{ \left| [f(x)]_{np+e}^{(n+1)p-e} \right| \geq \frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d} \right\} = P \left\{ T(x) \in \left] -\infty, -\frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d} \right] \right\} + P \left\{ T(x) \in \left[\frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d}, \infty \right[\right\} \quad (1.137)$$

Si on appelle $\psi(y)$ la fonction de répartition de la fonction $T(x)$

$$\psi(y) = P \{ T(x) \in]-\infty, y] \} \quad (1.138)$$

alors le problème revient à estimer η

$$\eta_\psi(d) = \psi\left(-\frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d}\right) + 1 - \psi\left(\frac{(p-2e)\delta\phi_{min}}{d}\right) \quad (1.139)$$

5.4.2 Calcul de la fonction $\psi(y)$

On peut décomposer la fonction $T(x)$ en une série de cosinus

$$T(x) = \sum_k c_k \cos(\omega_k x + \theta_k) = \sum_k T_k(x) \quad (1.140)$$

Les coefficients θ_k et c_k se déduisent des coefficients de Fourier de $T(x)$. Eux-mêmes se déduisent des coefficients de Fourier de $f(x)$

$$\tilde{T}(\lambda) = 2j\tilde{F}(\lambda) \sin(\pi\lambda(p - 2e)) \quad (1.141)$$

Si appelle $\psi_k(y)$ la fonction de répartition de la fonction $T_k(x)$

$$\psi_k(y) = P\{T_k(x) \in]-\infty, y]\} \quad (1.142)$$

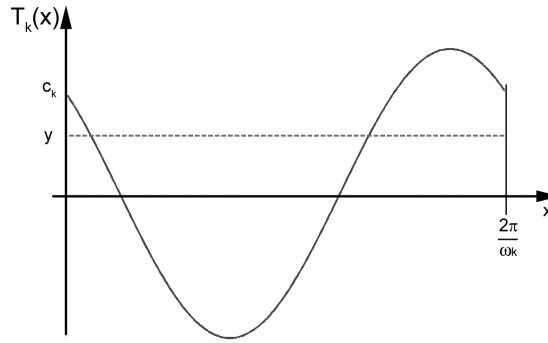


FIG. 1.40: Variables pour le calcul de $\psi_k(y)$.

On peut alors distinguer 3 situations :

– $\frac{2\pi}{\omega_k} \ll (p - 2e)$. On intègre alors un grand nombre de périodes, et on en déduit que

$$P\{T_k(x) \leq y\} = \begin{cases} = 1 - \frac{\cos^{-1}(\frac{y}{c_k})}{\pi} & \text{si } y \in [-c_k, c_k] \\ = 0 & \text{si } y \leq -c_k \\ = 1 & \text{si } y \geq c_k \end{cases}$$

– $\frac{2\pi}{\omega_k} \approx (p - 2e)$. On intègre une période, le calcul précédent est encore valable.

– $\frac{2\pi}{\omega_k} \gg (p - 2e)$. Le calcul de la probabilité s'effectue maintenant sur une petite partie de la période du signal, et le résultat dépend fortement de θ_k . Pour simplifier le problème, on suppose une densité de probabilité uniforme pour $\cos(\theta_k)$ sur l'intervalle $[-1, 1]$. Cette répartition correspond à une densité de probabilité uniforme pour le décalage par rapport à l'origine sur $[0, \frac{2\pi}{\omega_k}]$. Par conséquent, calculer la fonction de répartition moyenne sur les θ_k revient à calculer la fonction de répartition non pas sur l'intervalle $[0, (p - 2e)]$, mais sur l'intervalle $[0, \frac{2\pi}{\omega_k}]$. On est donc de nouveau dans le cas précédent. Par conséquent

$$P\{T_k(x) \leq y\} \begin{cases} = 1 - \frac{\cos^{-1}(\frac{y}{c_k})}{\pi} & \text{si } y \in [-c_k, c_k] \\ = 0 & \text{si } y \leq -c_k \\ = 1 & \text{si } y \geq c_k \end{cases}$$

Dans ce cas, on a effectué une moyenne sur les configurations locales du marqueur. Aussi, ce dernier terme peut être à l'origine de variations locales du plus petit déplacement visible.

En conclusion, on obtient une forme unique pour la fonction de répartition

$$\Psi_k(y) \begin{cases} = 1 - \frac{\cos^{-1}(\frac{y}{c_k})}{\pi} & \text{si } y \in [-c_k, c_k] \\ = 0 & \text{si } y \leq -c_k \\ = 1 & \text{si } y \geq c_k \end{cases}$$

A partir de l'expression de la fonction de répartition $\Psi_k(y)$, on peut déduire la densité de probabilité $\zeta_k(y)$

$$\zeta_k(y) = \frac{\partial \Psi_k(y)}{\partial y} \quad (1.143)$$

$$\zeta_k(y) \begin{cases} = \frac{1}{\pi c_k \sqrt{1 - (\frac{y}{c_k})^2}} & \text{si } y \in]-c_k, c_k[\\ = 0 & \text{si } y < -c_k \\ = 0 & \text{si } y > c_k \end{cases}$$

Cette fonction $\zeta_k(y)$ n'est pas continue, mais son support est borné. Pour revenir à la densité de probabilité associée à la fonction $T(x)$, il faut rappeler que la densité de probabilité associée à la somme de deux variables aléatoires indépendantes est égale au produit de convolution des densités de probabilité associées à chacune des variables. En pratique, ce produit de convolution pourra être calculé dans l'espace de Fourier. Si $\tilde{\Psi}(\lambda)$ est la transformée de Fourier de $\Psi(y)$, et $\tilde{\zeta}_k(\lambda)$ la transformée de Fourier de $\zeta_k(y)$, alors

$$\tilde{\Psi}(\lambda) = \prod_k \tilde{\zeta}_k(\lambda) \quad (1.144)$$

Par définition, on a

$$\begin{aligned} \tilde{\zeta}_k(\lambda) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \zeta_k(y) \exp(-2j\pi\lambda y) dy \\ &= \int_{-c_k}^{+c_k} \frac{\exp(-2j\pi\lambda y)}{\pi c_k \sqrt{1 - (\frac{y}{c_k})^2}} dy \end{aligned} \quad (1.145)$$

Si on pose $b = \frac{y}{c_k}$, alors

$$\begin{aligned} \tilde{\zeta}_k(\lambda) &= \frac{1}{\pi} \int_{-1}^1 \frac{\exp(-2j\pi c_k \lambda b)}{\sqrt{1 - b^2}} db \\ &= \frac{2}{\pi} \int_0^1 \frac{\cos(-2\pi c_k \lambda b)}{\sqrt{1 - b^2}} db \\ &= J_0(2\pi\lambda c_k) \end{aligned} \quad (1.146)$$

On en déduit :

$$\tilde{\Psi}(\lambda) = \prod_k J_0(2\pi\lambda c_k) \quad (1.147)$$

La transformée inverse est effectuée numériquement.

5.4.3 Application au cas de films d'or

Les films évaporés-condensés ont été largement étudiés, par diverses techniques expérimentales, notamment du fait de leur importance en optique et de leur caractère fractal discuté [49]. Comme il est nécessaire d'utiliser une description du marqueur à une échelle plus fine

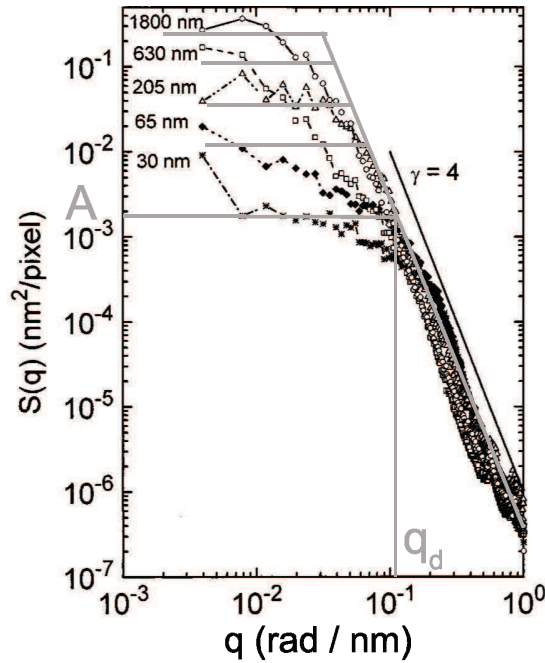


FIG. 1.41: Spectre de la rugosité d'une surface d'or obtenu par Oliva *et al.* [49] en microscopie à effet tunnel et modèle associé, tiré de [49].

que celle à laquelle s'effectue la mesure de déplacement, on utilise un spectre déduit de ceux obtenus par Oliva *et al.* [49] en microscopie à effet tunnel et présenté sur la figure 1.41. Ils sont modélisés par deux droites dans un diagramme log-log. En retraçant les spectres obtenus, on s'aperçoit que les paramètres A et q_d définis sur la figure 1.41 sont des fonctions simples du temps de croissance du film (voir les figures 1.42 et 1.43). On peut donc représenter le spectre d'une surface d'or comme une fonction du temps de croissance du film. En utilisant les paramètres optimaux du capteur CCD DALSA-1M30 ($\phi = 1$ et $\delta\phi_{min} = 2 \times 10^{-3}$ rad) ainsi que ceux d'une couche d'or de 450 nm, on obtient la caractéristique tracée sur la figure 1.44. On remarque que $\eta_\psi(d)$ présente un seuil pour les valeurs de d inférieures à $d_{seuil} = 0.5nm$. Indépendamment du mode de traitement du profil d'intercorrélacion, ce déplacement seuil apparaît comme le

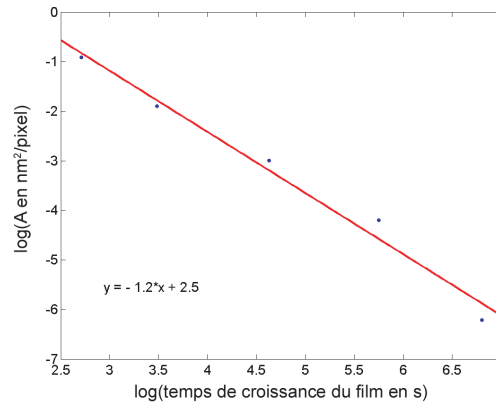


FIG. 1.42: Evolution du paramètre A en fonction du temps de croissance du film d'or.

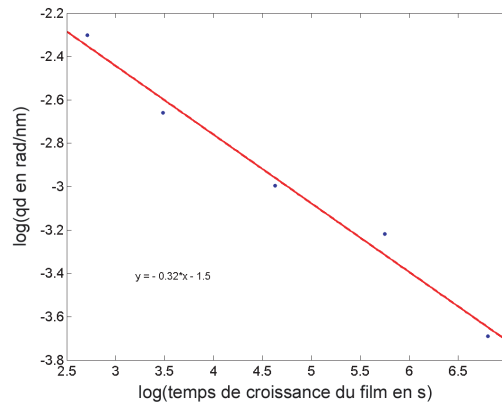


FIG. 1.43: Evolution du paramètre q_d en fonction du temps de croissance du film d'or.

plus petit déplacement qui pourra être perçu par le système imageur. On peut également définir un autre critère, $d_{0.5}$, défini comme le déplacement du marqueur correspondant à $\eta_\psi(d_{0.5}) = 0.5$. Dans cette application, $d_{0.5} \simeq 1.6\text{nm}$. Si maintenant on se place dans les conditions de l'expérience présentée en 5.3, alors on obtient la caractéristique tracée sur la figure 1.45. Les déplacements caractéristiques sont un ordre de grandeur plus élevés, avec $d_{\text{seuil}} = 2.5\text{nm}$ et $d_{0.5} \simeq 11\text{nm}$. Ces valeurs, même si elles sont du même ordre de grandeur, restent bien inférieures aux erreurs estimées en 5.3. Ce résultat suggère qu'un autre phénomène limite les performances de la technique utilisée.

6 Pour conclure : les moyens de mesure disponibles

Dans cette partie, on a présenté et qualifié un dispositif interférométrique basé sur l'interféromètre de Nomarski. Les topographies différentielles obtenues permettent, par différence, de mesurer un champ de déplacement hors-plan, avec une reproductibilité

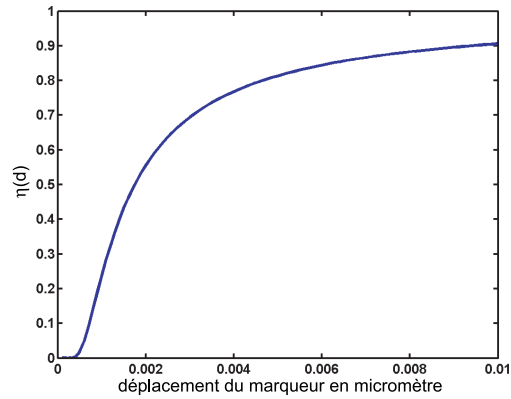


FIG. 1.44: Probabilité $\eta_{\psi}(d)$ qu'un déplacement d soit détecté sur un pixel, quand l'écart-type du bruit affectant les topographies différentielles vaut $15\mu m$.

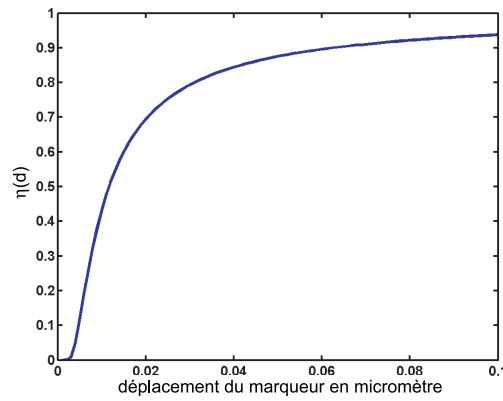


FIG. 1.45: Probabilité $\eta_{\psi}(d)$ qu'un déplacement d soit détecté sur un pixel, quand l'écart-type du bruit affectant les topographies différentielles vaut $100\mu m$.

de l'ordre de 10 pm. En particulier, on a montré que le bruit affectant cette mesure se modélise par une distribution gaussienne, décorrélée en espace, dont l'écart-type est piloté par le temps d'acquisition.

En reconstruisant la topographie de la surface à partir de deux topographies différentielles, on a montré que l'on pouvait utiliser la rugosité de surface comme un marqueur dans une procédure d'intercorrélation, permettant ainsi de mesurer un champ de déplacement plan. Si les performances attendues ne sont pas encore atteintes, cette technique n'en n'est pas moins prometteuse et sa faisabilité a été prouvée.

« Lorsqu'un théoricien trouve un résultat nouveau personne n'y croit, sauf lui ! Lorsqu'un expérimentateur trouve un résultat nouveau tout le monde y croit, sauf lui ! »

« Mécanique des matériaux solides », Jean Lemaitre et Jean-Louis Chaboche,
Dunod.

Chapitre 2

Identification de distributions de chargement et de raideurs à partir de mesures de champ de déplacements

Dans ce second chapitre, on développe une procédure d'identification à partir de champs de déplacements pour déterminer le champ de propriétés élastiques caractérisant une structure et le champ de chargement qui y est appliqué.

Si théorie et expérience ont été les deux mamelles de l'épistémologie du vingtième siècle, alors s'atteler à résoudre un problème d'identification équivaut à choisir de s'asseoir au milieu d'un champ miné. Il est pourtant indéniable que l'apparition de caméras (visible et infrarouge) -relativement- peu onéreuses a permis le développement de mesures de champs en mécanique. Les informations obtenues sont alors en général assez redondantes pour que l'on espère en déduire des données suffisamment fiables. On peut alors inverser la tendance générale qui consiste à présenter l'expérience comme le valet de la théorie, la première n'étant là que pour valider ou infirmer la seconde. Un ensemble d'expériences pourrait donc, à terme, permettre de construire une modélisation. Quoi qu'il en soit, on ne fait pas d'expériences que dans le but de modéliser un phénomène. On les pratique également pour se faire la main, pour se rassurer et s'approprier les phénomènes sollicités. Aussi, une méthode d'identification ne doit pas filtrer la multitude des effets qui pourraient être observés, pour n'en retenir que ceux qui conviennent au modèle, qu'il soit à identifier ou à construire. L'emploi d'une méthode d'identification doit donc rester

ouverte à la surprise, et préserver la sérendipité ¹ propre à l'expérience.

1 Problème standard

On rappelle dans cette partie les équations et les méthodes standard de résolution des problèmes d'élasto-statique.

1.1 Description

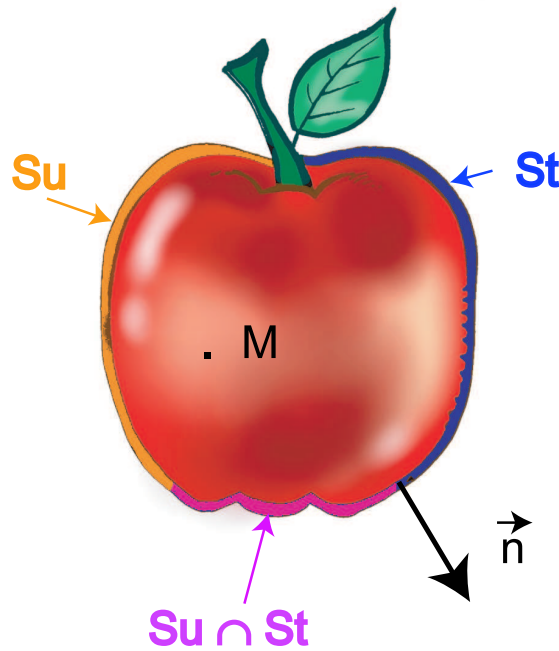


FIG. 2.1: Description du problème direct standard.

Le problème standard de la mécanique est décrit sur la figure 2.1. On considère un domaine Ω borné de l'espace. Chaque point M de Ω est repéré par ses coordonnées $\mathbf{x}$. Le comportement du matériau est supposé connu en tout point par la donnée de son potentiel (thermodynamique) d'état et son potentiel de dissipation. On se place dans le cas de l'élasticité linéaire, de sorte que la connaissance du potentiel d'état est suffisante. Le champ de propriétés élastiques $C(\mathbf{x})$ est supposé connu en tout point $\mathbf{x}$ de Ω . Les frontières de Ω , dont l'orientation locale est donnée par la normale $\mathbf{n}$, sont décomposées suivant les deux partitions :

¹Ce mot vagabond n'est plus et pas encore dans nos dictionnaires. De l'ancien français il est passé dans la langue anglaise et est en cours de ré-introduction, notamment dans le vocabulaire des historiens des sciences. Il désigne ces petits hasards de l'expérimentation qui suscitent des pistes inattendues ou des idées nouvelles.

- S_u est la portion de la surface où les déplacements $\mathbf{u}_d$ sont imposés ;
- S_t est la portion de la surface où les efforts $\mathbf{T}_d$ sont imposés ;
- leur intersection $S_u \cap S_t$ est considérée a priori comme non vide. Deux cas de figures sont alors possibles :
 - Les conditions sont mixtes sur $S_u \cap S_t$, c'est-à-dire que les efforts sont imposés uniquement suivant les directions où l'on n'impose pas de déplacement ;
 - Les conditions sont surabondantes, c'est-à-dire que l'on impose le déplacement et l'effort suivant une même direction.

Par ailleurs, l'ensemble du volume Ω est soumis à une densité d'efforts $\mathbf{f}(\mathbf{x})$. L'équilibre local de la structure s'écrit (en statique)

$$\operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})) + \mathbf{f}(\mathbf{x}) = \mathbf{0} \quad (2.1)$$

$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$ est la contrainte de Cauchy. Sur le bord

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})\mathbf{n} = \mathbf{T}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_t \quad (2.2)$$

Le problème consiste alors à trouver les champs $(\mathbf{u}(\mathbf{x}), \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}))$, tels que

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \quad (2.3)$$

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in \mathcal{S}_{\mathcal{AD}} \quad (2.4)$$

avec

$$\mathcal{U}_{\mathcal{AD}} = \{ \mathbf{u}(\mathbf{x}) \in H^1(\Omega) \mid \mathbf{u}(\mathbf{x}) = \mathbf{u}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_u \} \quad (2.5)$$

$$\mathcal{S}_{\mathcal{AD}} = \{ \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in H^1(\Omega) \mid \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})\mathbf{n} = \mathbf{T}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_t, \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})) + \mathbf{f}(\mathbf{x}) = \mathbf{0} \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega \} \quad (2.6)$$

en vérifiant la loi de comportement

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathcal{C}(\mathbf{x})\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega \quad (2.7)$$

En hypothèse des petites perturbations, le tenseur linéarisé des déformations est donné par

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) = \frac{1}{2} (\nabla \mathbf{u} + \nabla \mathbf{u}^t) \quad (2.8)$$

A l'exception du dernier cas de conditions aux limites (conditions surabondantes), on peut démontrer l'existence et l'unicité de la solution. En effet, si les conditions sont surabondantes, il n'existe de solution que si ces conditions sont compatibles, c'est-à-dire, par exemple, si le déplacement imposé $\mathbf{u}_d$ est le déplacement résultant de l'application des efforts $\mathbf{T}_d$.

1.2 Solutions exactes

Il n'y a en général pas de solution exacte au problème représenté par les équations (2.5) et (2.7) ; à part pour une classe de problèmes en élasticité plane (contrainte ou déformation plane) pour lesquels on peut obtenir un ensemble de solutions soit en utilisant directement une base de fonctions biharmoniques, soit en cherchant les champs de déplacements solution comme dérivant de potentiels complexes (potentiels de Kolossoff-Mushkelichvili [53]).

1.3 Formulations variationnelles

Dans le cas général on utilisera une forme faible des équations d'équilibre. Le principe des travaux virtuels est alors strictement équivalent à la forme locale de l'équilibre :

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \forall \tilde{\boldsymbol{\sigma}} \in \mathcal{S}_{\mathcal{AD}} \\ \int_{\Omega} \tilde{\boldsymbol{\sigma}} : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{\Omega} \mathbf{f} \cdot \mathbf{u}^* dV + \int_{S_t} \mathbf{T}_d \cdot \mathbf{u}^* dS + \int_{S_u} \tilde{\mathbf{T}} \cdot \mathbf{u}_d dS \end{cases} \quad (2.9)$$

On remarquera que cette équation est vérifiée, même si les champs $\tilde{\boldsymbol{\sigma}}$ et $\mathbf{u}^*$ ne sont pas associés, c'est-à-dire ne vérifient pas la relation de comportement (2.7). Si on postule que l'équation (2.7) est vérifiée, alors (2.9) se met sous la forme

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \tilde{\boldsymbol{\sigma}} = \mathcal{C} \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] \\ \int_{\Omega} \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] : \mathcal{C} : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{\Omega} \mathbf{f} \cdot \mathbf{u}^* dV + \int_{S_t} \mathbf{T}_d \cdot \mathbf{u}^* dS \end{cases} \quad (2.10)$$

On peut également utiliser une forme faible associée à la relation de comportement. Le potentiel thermodynamique Ψ (densité d'énergie libre de Helmholtz) associé à l'élasticité s'écrit

$$\Psi(\boldsymbol{\varepsilon}) = \frac{1}{2} \boldsymbol{\varepsilon} : \mathcal{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \quad (2.11)$$

Sa transformée (partielle) de Legendre-Fenchel $\Psi^*(\boldsymbol{\sigma})$ est alors définie par

$$\begin{aligned} \Psi^*(\boldsymbol{\sigma}) &= \sup_{\boldsymbol{\varepsilon}} ([\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon}] - \Psi(\boldsymbol{\varepsilon})) \\ &= \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma} : \mathcal{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} \end{aligned} \quad (2.12)$$

et correspond à sa densité d'enthalpie libre de Gibbs. Le résidu de Legendre-Fenchel, est défini comme

$$\eta_{\Psi}(\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}) = \Psi(\boldsymbol{\varepsilon}) + \Psi^*(\boldsymbol{\sigma}) - \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon} \quad (2.13)$$

avec $\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon}$ le produit scalaire associé à l'énergie élastique. On remarquera ici que ce résidu est défini pour tout champ $\boldsymbol{\sigma}$, indépendamment de son appartenance à $\mathcal{S}_{\mathcal{AD}}$. De par la définition de la transformée de Legendre-Fenchel, on a directement

$$\eta_{\Psi}(\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}) \geq 0 \quad \forall (\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}) \quad (2.14)$$

et en particulier, si $\boldsymbol{\sigma}$ et $\boldsymbol{\varepsilon}$ sont associés par la loi de comportement élastique,

$$\eta_{\Psi}(\mathcal{C} : \boldsymbol{\varepsilon}, \boldsymbol{\varepsilon}) = 0 \quad (2.15)$$

Pour prendre en compte la symétrie du problème entre les deux champs, on définit alors

$$2\Delta_{\Psi}(\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}) = \int_{\Omega} \eta_{\Psi}(\mathcal{C} : \boldsymbol{\varepsilon}, \mathcal{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}) dV + \int_{\Omega} \eta_{\Psi}(\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}) dV \quad (2.16)$$

$\Delta_\Psi(\sigma, \varepsilon)$ est l'erreur en relation de comportement calculée à l'échelle de la structure. La résolution de $\Delta_\Psi(\sigma, \varepsilon) = 0$ impose donc que la relation de comportement soit vérifiée, sans imposer nécessairement l'équilibre. On introduit alors le principe des travaux virtuels (2.9) dans l'équation (2.16), pour obtenir

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \forall \tilde{\sigma} \in \mathcal{S}_{\mathcal{AD}} \\ \Delta_t(\tilde{\sigma}, \mathbf{u}^*) \end{cases} = \frac{1}{2} \int_{\Omega} \tilde{\sigma} : C^{-1} : \tilde{\sigma} dV - \int_{S_u} \tilde{\mathbf{T}} \cdot \mathbf{u}_d dS + \frac{1}{2} \int_{\Omega} \varepsilon[\mathbf{u}^*] : C : \varepsilon[\mathbf{u}^*] dV - \int_{\Omega} \mathbf{f} \cdot \mathbf{u}^* dV - \int_{S_t} \mathbf{T}_d \cdot \mathbf{u}^* dS \quad (2.17)$$

Δ_t se décompose alors

$$\Delta_t(\tilde{\sigma}, \mathbf{u}^*) = \Delta_\sigma(\tilde{\sigma}) + \Delta_u(\mathbf{u}^*) \quad (2.18)$$

avec

$$\Delta_\sigma(\tilde{\sigma}) = \frac{1}{2} \int_{\Omega} \tilde{\sigma} : C^{-1} : \tilde{\sigma} dV - \int_{S_u} \tilde{\mathbf{T}} \cdot \mathbf{u}_d dS \quad (2.19)$$

$$\Delta_u(\mathbf{u}^*) = \frac{1}{2} \int_{\Omega} \varepsilon[\mathbf{u}^*] : C : \varepsilon[\mathbf{u}^*] dV - \int_{\Omega} \mathbf{f} \cdot \mathbf{u}^* dV - \int_{S_t} \mathbf{T}_d \cdot \mathbf{u}^* dS \quad (2.20)$$

La fonctionnelle à deux champs $\Delta_t(\tilde{\sigma}, \mathbf{u}^*)$ se décompose en deux fonctionnelles découplées indépendantes $\Delta_\sigma(\tilde{\sigma})$ et $\Delta_u(\mathbf{u}^*)$. Leur somme étant minimale à la solution (c'est-à-dire quand les champs sont à la fois admissibles et associés), il en découle que, séparément, $\Delta_\sigma(\tilde{\sigma})$ et $\Delta_u(\mathbf{u}^*)$ sont minimales à la solution. Si on appelle σ_s et $\mathbf{u}_s$ les champs solutions, alors on a les bornes :

$$\Delta_\sigma(\sigma_s) \leq \Delta_\sigma(\tilde{\sigma}) \quad \forall \tilde{\sigma} \in \mathcal{S}_{\mathcal{AD}} \quad (2.21)$$

$$\Delta_u(\mathbf{u}_s) \leq \Delta_u(\mathbf{u}^*) \quad \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \quad (2.22)$$

On dit que σ_s minimise l'énergie complémentaire Δ_σ , et que $\mathbf{u}_s$ minimise l'énergie potentielle Δ_u . On obtient une solution approchée du problème en cherchant la décomposition du champ de déplacement (par exemple) sur une base prédéterminée, en minimisant Δ_u par rapport aux composantes du champ de déplacement sur cette base. C'est le principe de base de la méthode des éléments finis, repris pour les poutres d'Euler-Bernoulli dans l'annexe E. La qualité du résultat peut alors être contrôlée en calculant Δ_t et ses contributions locales [73].

2 Problèmes d'identification

2.1 Contexte

On a rappelé dans la partie 1.1 du chapitre 1 que les premiers essais mécaniques à l'échelle de la centaine de micromètres ont consisté à reproduire à cette échelle les essais

macroscopiques standardisés [55], [56], [57]. Cette approche limite toutefois la diminution des échelles caractéristiques des objets sollicités. En effet, dans le procédé décrit sur la figure 1.1 du chapitre 1, c'est l'étape de photolithographie qui limite la précision des dimensions des objets. En effet, dans l'étape d'insolation, c'est la lumière qui assure le transfert des motifs du masque. Ainsi, la diffraction de la lumière sur les bords du masque va limiter la précision du masque transmis. La tolérance sur les dimensions sera donc définie par la longueur d'onde utilisée, et est typiquement de l'ordre du micromètre. Par conséquent, en réduisant les dimensions de l'objet, on augmente la tolérance dimensionnelle relativement aux dimensions de l'objet. Les hypothèses d'homogénéité nécessaires à l'exploitation des essais standards ne sont donc plus vérifiées. On a montré dans le chapitre 1 l'utilisation de techniques interférométriques pour obtenir une mesure de champ de déplacements, plan et hors-plan. Si l'on dispose alors, *a priori*, de toute l'information nécessaire, il reste à trouver une technique permettant l'identification de propriétés mécaniques avec un essai hétérogène. Par ailleurs, l'étape de gravure induit toujours une rigidification des extrémités encastrées, comme montré sur les figures 1.4 et 1.5 du chapitre 1. Ces modifications de raideur, structurelles, ont également été observées sur des poutres encastrées aux deux extrémités. Par conséquent, les champs de propriétés à identifier peuvent être hétérogènes.

Une mesure de champ de déplacements, si elle présente l'avantage de fournir les informations nécessaires à l'identification d'un champ de propriétés, introduit une contrainte supplémentaire. En effet, le champ d'observation ne doit pas être occulté, ce qui interdit l'utilisation d'un chargement extérieur au wafer par contact, sauf à travailler dans la configuration proposée par Espinosa *et al.* [59]. La zone observée est alors différente de celle sur laquelle s'effectue le chargement. Les solutions électrostatiques représentent une classe de solutions très populaire, que l'actionneur complet soit intégré au wafer [60], ou découplé. Dans ce dernier cas, l'objet lui-même est recouvert d'une couche métallique, qui joue le rôle d'une armature de condensateur. On peut alors voir apparaître une hétérogénéité de chargement, due aux singularités géométriques de l'objet sollicité (effets de pointe, notamment). Par ailleurs, si l'on veut se servir de cet objet comme d'un capteur de son environnement, l'homogénéité du chargement ne peut pas être postulée, de sorte que dans toutes ces configurations, le chargement pourra être hétérogène. Cette hétérogénéité n'est pas connue *a priori*, si bien que la méthode d'identification devra également permettre l'identification d'un chargement hétérogène.

2.2 Méthodes d'identification

De manière symétrique au problème standard d'élastostatique décrit dans la partie 1, les problèmes d'identification se résument, connaissant un champ de déplacement mesuré $\mathbf{u}_m(\mathbf{x}) \simeq \mathbf{u}(\mathbf{x})$, en un nombre fini de points $\mathbf{x}$, à trouver les champs $(C(\mathbf{x}), \mathbf{T}_d(\mathbf{x}))$ vérifiant l'équilibre local de la structure et la loi de comportement (éventuellement paramétrée) postulée. On suppose donc l'existence d'un champ $\mathbf{u}(\mathbf{x})$, dont une estimation est donnée

par la mesure $\mathbf{u}_m(\mathbf{x})$, avec (en l'absence de forces volumiques)

$$\operatorname{div}(C : \varepsilon[\mathbf{u}]) = \mathbf{0} \quad (2.23)$$

$$C : \varepsilon[\mathbf{u}](\mathbf{x})\mathbf{n} = \mathbf{T}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_t \quad (2.24)$$

Ce problème général est souvent simplifié :

- en postulant une forme particulière pour le tenseur d'élasticité (symétrie et variations spatiales), qui ne dépend plus alors que d'un nombre fini de paramètres $\mathbf{k}$;
- en imposant une contrainte sur la distribution d'efforts $\mathbf{T}_d$, dont une projection est parfois mesurée.

Les différentes méthodes existantes se distinguent alors par le type de relation utilisé pour vérifier l'équilibre et la loi de comportement (formes faibles ou exactes) et par l'identification ou non de l'écart entre les champs $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ et $\mathbf{u}_m(\mathbf{x})$. Cet écart dérive généralement du choix de la base fonctionnelle retenue pour décrire l'ensemble $\mathcal{S}_{\mathcal{AD}}$. Si cette base choisie ne représente pas exactement le champ mesuré, alors il existe un écart entre le champ de déplacement mesuré et le champ de déplacement solution du problème direct correspondant, que l'on appelle problème direct associé à la solution du problème d'identification.

2.2.1 Recalage de modèles à partir d'un écart sur les déplacements

La structure étant décrite à l'aide d'un nombre fini de paramètres $\mathbf{k}$, une première classe de méthodes regroupe toutes les techniques qui consistent à comparer le champ de déplacement issu de l'expérience $\mathbf{u}_m$ au résultat d'un calcul par éléments finis $\mathbf{u}_c(\mathbf{k}, \mathbf{T}_d)$. Ce dernier champ est, en général, obtenu pour une valeur donnée des paramètres $\mathbf{k}$ et avec la valeur mesurée de la projection des efforts $\mathbf{T}_d$. Tout le problème consiste alors à définir une distance entre la solution et le champ mesuré. La solution la plus simple consiste à minimiser un écart quadratique, avec un éventuel terme de régularisation $\mathcal{R}$

$$e_{\text{recalage}} = \frac{1}{2} \sum (\mathbf{u}_m - \mathbf{u}_c(\mathbf{k}, \mathbf{T}_d))^t (\mathbf{u}_m - \mathbf{u}_c(\mathbf{k}, \mathbf{T}_d)) + \lambda \mathcal{R}(\mathbf{k}) \quad (2.25)$$

La minimisation de cet écart pour les paramètres $\mathbf{k}$ fournit un jeu de paramètres solution. Dans la forme 2.25, la signification physique du paramètre λ est difficile à établir, son choix [48] devant amener à la stabilité de la solution vis-à-vis d'une perturbation sur les mesures. En général, le champ mesuré n'est pas statiquement admissible au sens du modèle éléments finis, de sorte que même si le modèle retenu pour décrire la structure est raisonnable, e_{recalage} n'est pas nul après minimisation. Au minimum, l'équilibre et la relation de comportement sont vérifiés sous leur forme faible (calcul par éléments finis) et on obtient un champ de déplacement statiquement admissible $\mathbf{u}_c$, proche du champ mesuré $\mathbf{u}_m$.

2.2.2 La méthode des champs virtuels

La méthode des champs virtuels a été initialement proposée dans [61] pour identifier des propriétés homogènes de composites en élasticité anisotrope [62]. Le principe repose

sur l'utilisation directe de l'équation (2.9). En posant

$$\tilde{\sigma} = C : \varepsilon[\mathbf{u}_m] \quad (2.26)$$

(2.9) devient

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \tilde{\sigma} = C \varepsilon[\mathbf{u}_m] \\ \int_{\Omega} \varepsilon[\mathbf{u}_m] : C : \varepsilon[\mathbf{u}^*] dV = \int_{\Omega} \mathbf{f} \cdot \mathbf{u}^* dV + \int_{S_t} \mathbf{T}_d \cdot \mathbf{u}^* dS \end{cases} \quad (2.27)$$

En décomposant le tenseur d'élasticité

$$C = \sum_k Q_k C_k \quad (2.28)$$

où les Q_k sont les paramètres matériau à identifier, il est possible d'écrire autant d'équations indépendantes qu'il y a d'inconnues, en choisissant les champs virtuels $\mathbf{u}^*$ pour obtenir un système linéaire bien conditionné. Il est également possible de choisir les champs test $\mathbf{u}^*$ de sorte que l'on ne fait apparaître qu'une constante Q_k dans chaque équation. Ces champs test sont alors appelés « champs virtuels spéciaux » [63]. La technique a été appliquée à l'identification de propriétés élastiques anisotropes [64] [65], ainsi qu'à une loi de comportement élastique non-linéaire [66]. De par l'utilisation de l'équation (2.9), l'équilibre est vérifié sous sa forme faible, alors que la loi de comportement est vérifiée localement, avec l'hypothèse (2.26). Cette méthode d'identification s'apparente alors à une méthode de Ritz pour le problème direct. On remarquera cependant que le champ de contrainte déterminé à partir de (2.26) n'est en général pas en équilibre. Aussi, aucun indicateur n'est utilisé pour identifier l'écart entre les champs $\mathbf{u}$ et $\mathbf{u}_m$, même si un écart à l'équilibre est proposé, pour les cas non-linéaires, dans [63]. Pour palier cette sensibilité, les champs virtuels sont choisis de manière à minimiser l'influence d'un bruit de mesure sur les paramètres identifiés [67].

2.2.3 Méthode de l'écart à la réciprocité

Pour définir une fonctionnelle caractérisant l'écart à la réciprocité, il faut imaginer le même corps Ω , caractérisé par deux champs de raideur C_1 et C_2 . Soient alors deux champs de déplacements $\mathbf{u}_1$ et $\mathbf{u}_2$ tels que

$$\text{div}(C_1 : \varepsilon[\mathbf{u}_1]) = \mathbf{0} \quad (2.29)$$

$$C_1 : \varepsilon[\mathbf{u}_1](\mathbf{x})\mathbf{n} = \mathbf{T}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_t \quad (2.30)$$

et

$$\text{div}(C_2 : \varepsilon[\mathbf{u}_2]) = \mathbf{0} \quad (2.31)$$

$$C_2 : \varepsilon[\mathbf{u}_2](\mathbf{x})\mathbf{n} = \mathbf{T}_d \quad \forall \mathbf{x} \in S_t \quad (2.32)$$

alors, on peut réécrire l'équation (2.9) en remplaçant,

$$\tilde{\sigma} = C_1 \varepsilon[\mathbf{u}_1] \quad (2.33)$$

avec $\mathbf{u}_2$ comme champ virtuel d'une part, et en remplaçant

$$\tilde{\sigma} = C_2 \varepsilon[\mathbf{u}_2] \quad (2.34)$$

avec $\mathbf{u}_1$ comme champ virtuel d'autre part. On obtient alors [68]

$$\int_{S_u \cap S_t} \mathbf{u}_2 \cdot \mathbf{T}_d - \mathbf{u}_d \cdot (C_2 : \varepsilon[\mathbf{u}_2](\mathbf{x})\mathbf{n}) dS = \int_{\Omega} \nabla \mathbf{u}_1 : (C_1 - C_2) : \nabla \mathbf{u}_2 dV = R(C_1 - C_2, \mathbf{u}_1, \mathbf{u}_2) \quad (2.35)$$

Si l'intersection $S_u \cap S_t$ est non vide, alors le choix d'un champ virtuel $\mathbf{u}_2$ permet de calculer le membre de gauche de (2.35), donnant ainsi une information sur le champ C_1 cherché. Cette méthode, introduite par Bui *et al.* [69], a été appliquée à l'identification de propriétés élastiques ou la localisation de fissures [68].

2.2.4 Méthodes dérivant de solutions exactes

Dans le cas où le problème direct supposé reproduire le champ de déplacements mesuré admet une solution analytique, cette solution permet de définir un ensemble fonctionnel pour le champ de déplacement solution, les paramètres élastiques et de chargement donnant alors la projection du champ de déplacement mesuré sur cette base. L'équilibre comme la relation de comportement sont alors vérifiées exactement en tout point. Ce type de technique a été exploité par exemple dans [70]. En traitant dans ce cadre le problème d'indentation de Flamant, les auteurs montrent que l'on peut obtenir la valeur absolue des propriétés élastiques à partir de la seule mesure d'un champ de déplacement. D'autres applications récentes, traitant des champs en pointe de fissure [71] ou du déplacement autour de singularités géométriques dans un essai de traction [72] ont également démontré les multiples applications potentielles de ces méthodes.

2.2.5 L'erreur en relation de comportement

La fonctionnelle (2.16) définit l'erreur en relation de comportement $\Delta\Psi(\sigma, \varepsilon)$. Cet indicateur, initialement proposé dans [73] et [74] a d'abord été appliqué à la validation de calculs vibratoires par éléments finis. Si le champ C est alors connu, son identification à partir de champs mesurés requiert la réécriture de l'équation (2.16)

$$\Delta\Psi(\sigma, \varepsilon, C) = \int_{\Omega} \eta_{\Psi}(C : \varepsilon, C^{-1} : \sigma) dV + \int_{\Omega} \eta_{\Psi}(\sigma, \varepsilon) dV \quad (2.36)$$

Dans le cas de l'élasticité linéaire, cette expression se réduit

$$\Delta\Psi(\sigma, \varepsilon, C) = \int_{\Omega} (\sigma - C : \varepsilon) : C^{-1} : (\sigma - C : \varepsilon) dV \quad (2.37)$$

ou, sous une forme symétrisée,

$$\Delta\Psi(\sigma, \varepsilon, C) = \int_{\Omega} (C^{-\frac{1}{2}}\sigma - C^{\frac{1}{2}} : \varepsilon) : (C^{-\frac{1}{2}}\sigma - C^{\frac{1}{2}} : \varepsilon) dV \quad (2.38)$$

On remarquera que l'équation n'intègre aucune contrainte concernant l'équilibre de la structure. Aussi, c'est le choix d'espaces fonctionnels adéquats qui va permettre ici de satisfaire l'équilibre, en calculant σ par éléments finis. Les conditions d'équilibre se traduisent donc lors de la minimisation par un multiplicateur de Lagrange associé au champ σ . Diverses stratégies sont aussi possibles pour définir le champ ε , qui peut dériver exactement du champ mesuré, ou, s'il est considéré comme non fiable, dériver d'un champ approchant le champ mesuré. En supposant de nouveau que le tenseur d'élasticité se décompose suivant (2.28), le problème d'identification se rapporte à la minimisation de (2.36) par rapport aux paramètres C_k , les champs σ et ε étant soumis à des contraintes variables suivant les études. Cette méthode a d'abord été appliquée au recalage de modèles dynamiques [75], éventuellement avec un terme de distance aux mesures [76]. En statique, Geymonat *et al.* [77] ont démontré qu'en l'absence de distance aux mesures, $\Delta_\Psi(\sigma, C)$ est séparément convexe et ont appliqué ce résultat à l'identification de propriétés élastiques avec un échantillon soumis à un chargement homogène. En ajoutant un terme de distance aux mesures, Calloch *et al.* [78] ont utilisé cette approche pour identifier un champ de propriétés homogène à partir d'un essai hétérogène. D'une manière générale, la loi de comportement est ici toujours vérifiée sous sa forme faible, alors que la vérification de l'équilibre d'une part, et de la compatibilité avec les mesures d'autre part dépendent des espaces fonctionnels choisis.

2.2.6 L'écart à l'équilibre

En introduisant la forme faible des équations d'équilibre (2.9) dans l'erreur en relation de comportement (2.16), on a décomposé cette dernière en énergies potentielle et complémentaire. La minimisation de ces énergies est la base des méthodes de résolution par éléments finis, la relation de comportement comme l'équilibre étant alors vérifiées sous leur forme faible. Si la plupart des méthodes décrites se réfèrent en pratique à un modèle éléments finis, celui-ci sert exclusivement au calcul d'une base de champs décrivant σ . On peut donc imaginer mêler plus intimement cette méthode de résolution du problème direct avec les équations que doit vérifier la solution du problème d'identification. Dans la méthode de l'écart à l'équilibre [79], la structure est représentée via une discrétisation par éléments finis, et les conditions d'équilibre sont écrites comme la minimisation de l'énergie potentielle de la structure. Si le champ de déplacement mesuré est décomposé sur une base de fonctions de forme

$$\mathbf{u}^* = \sum_i \phi_i(\mathbf{x}) u_i \quad (2.39)$$

alors la minimisation s'écrit

$$\frac{\partial \Delta_u(\mathbf{Q}, \mathbf{u})}{\partial \mathbf{u}} = \mathbf{0} \quad (2.40)$$

Contrairement à la résolution d'un problème direct, les déplacements nodaux sont alors supposés connus (*i.e.*, mesurés) alors que les propriétés élastiques sont les inconnues à déterminer. Ces idées ont également été développées en élasticité anisotrope par Hori

[81]. En supposant que les propriétés élastiques sont constantes par élément et que les nœuds internes de la structure ne subissent aucun chargement extérieur, Claire *et al.* [80] ont montré que le système linéaire d'équations obtenu se met sous la forme

$$\mathcal{M}\mathbf{Q} = \mathbf{0} \quad (2.41)$$

et est, en général, largement sur-déterminé. Les propriétés élastiques sont alors obtenues, et la démarche est très robuste par rapport au bruit de mesure. Dans ce cas, la sur-détermination du système permet de définir un écart à la solution sur les équations d'équilibre. Le vecteur solution $\mathbf{Q}_{\text{sol}}$ vérifie

$$\mathcal{M}\mathbf{Q}_{\text{sol}} = \mathbf{F}_r \quad (2.42)$$

définissant ainsi un indicateur de la qualité de l'identification. Ce résidu représente le chargement mécanique qu'il faut rajouter sur la structure pour que celle-ci soit en équilibre si l'on suppose que le champ de déplacement mesuré est le champ réel. Par conséquent, cet indicateur représente l'écart entre le champ mesuré et le champ solution du problème direct associé à la solution.

2.3 Vers une classification des méthodes d'identification

Afin de pouvoir comparer les diverses méthodes d'identification proposées dans la littérature, on propose de retenir les trois critères suivants :

- l'équilibre est vérifié sous sa forme exacte ou affaiblie ;
- la relation de comportement est vérifiée sous sa forme exacte ou affaiblie ;
- l'écart entre le champ mesuré et le champ solution du problème direct associé à la solution est estimé.

On peut alors résumer la discussion précédente avec le graphique présenté sur la figure 2.2.

Les méthodes basées sur l'utilisation de solutions analytiques sont les seules qui imposent (ou permettent) de vérifier exactement à la fois les équations d'équilibre et de comportement. A priori, ce genre de technique semble adapté à l'identification d'un nombre limité de paramètres, et doit donc permettre de traiter le cas de matériaux homogènes ou dont les évolutions spatiales sont décrites avec un faible nombre de paramètres. La distance aux mesures est donnée directement par le résidu de la projection des champs de déplacements mesurés sur la base de fonctions du problème. Cette distance aux mesures porte ici exclusivement sur la cinématique.

Les méthodes des champs virtuels (MCV) et de l'écart à la réciprocité utilisent une forme exacte de la relation de comportement, associée à une forme faible des équations d'équilibre. Dans ces deux cas, l'utilisation d'un nombre d'équations (mêmes optimales) égal au nombre de paramètres à identifier ne permet pas forcément de s'affranchir d'un bruit de mesure.

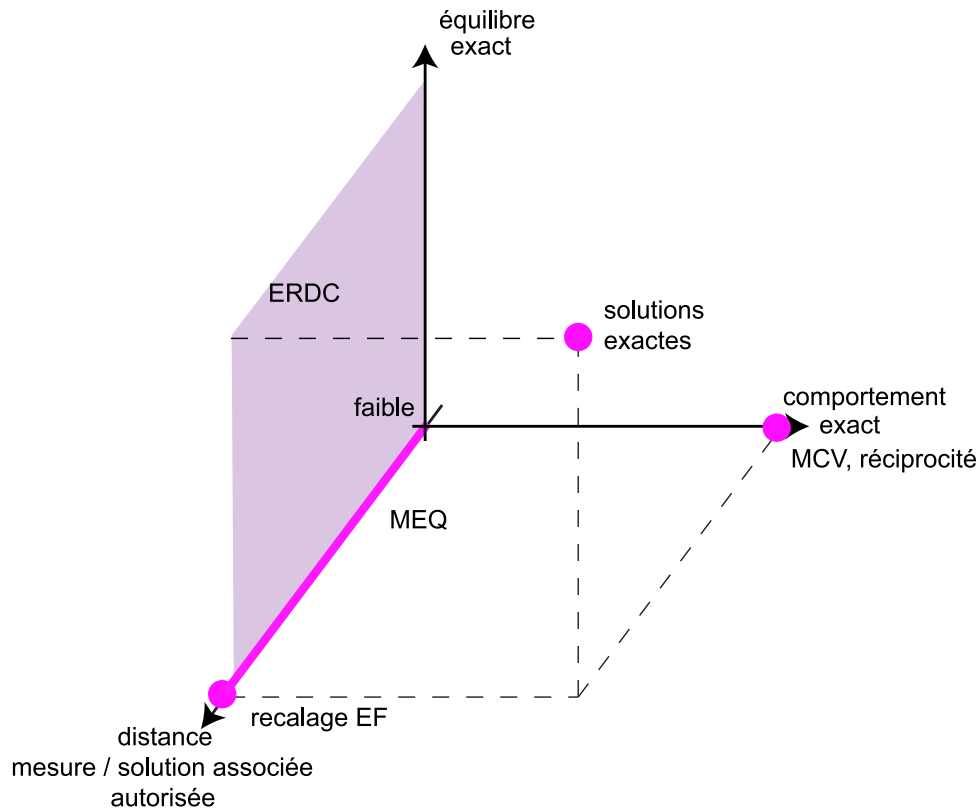


FIG. 2.2: Comparaison des méthodes d'identification dans la littérature.

Pour les méthodes de recalage utilisant un critère en déplacement, le problème direct associé est résolu par éléments finis, de sorte que la base des champs solutions vérifie les équations d'équilibre et la loi de comportement sous leur forme faible. Comme pour les méthodes utilisant une base obtenue avec des solutions analytiques, on doit se limiter ici à un faible nombre de paramètres à identifier, ce qui permet de s'affranchir d'un bruit de mesure. Là encore, la distance aux mesures porte exclusivement sur la cinématique.

Les méthodes basées sur l'erreur en relation de comportement n'imposent de vérifier que la relation de comportement sous sa forme faible. La vérification des autres équations (équilibre, distance aux mesures) ne dépend que du choix des espaces fonctionnels choisis. Ces méthodes occupent donc tout un plan de l'espace représenté sur la figure 2.2.

La méthode de l'écart à l'équilibre apparaît alors comme un cas particulier de l'erreur en relation de comportement, pour lequel on imposerait une forme faible de l'équilibre explicitement, sans recourir à un calcul par éléments finis. La distance entre le champ mesuré et le champ associé à la solution est d'autant mieux estimée que le système des équations d'équilibre est sur-déterminé. Cette méthode occupe donc l'axe vérifiant l'équilibre et le comportement sous leur forme faible, la position occupée sur cet axe dépendant de la sur-détermination introduite par les équations d'équilibre. Dans le cas où le nombre

de paramètres à identifier devient égal au nombre de degrés de liberté, il n'est plus possible avec les techniques de résolution usuellement employées d'identifier un écart aux mesures, ce qui rend la méthode très sensible au bruit de mesure.

3 Identification simultanée du chargement et des propriétés élastiques

On a vu dans la partie 2.1 que l'utilisation d'un chargement sans contact pour solliciter des MEMS impose de devoir identifier l'hétérogénéité du champ de chargement pour pouvoir quantifier un champ de propriétés élastiques. Le nombre de paramètres à identifier augmente alors sensiblement. Aussi, on propose un développement spécifique de la méthode de l'écart à l'équilibre dans le cas où le système formé par les équations d'équilibre n'est plus sur-déterminé.

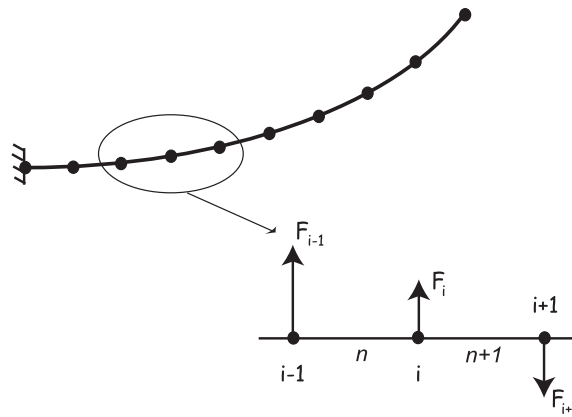


FIG. 2.3: Modèle de poutre hétérogène.

Bien que les idées qui vont être développées sont valables pour toute (micro-)structure, on traite dans cette partie du cas de poutres. Une poutre d'Euler-Bernoulli est discrétisée avec N éléments. α représente le niveau de discrétisation de la poutre en posant $N = 2^\alpha$ éléments. Le champ de propriétés élastiques est supposé hétérogène, et est représenté par un champ de contraste $\mathbf{C}$ multiplicatif, de sorte que EIC_n est la rigidité de flexion de l'élément n , $n \in \{1 \dots N\}$. La poutre est soumise à un champ de forces nodales $\mathbf{F}$, de sorte que F_m est la force appliquée sur le nœud m , $m \in \{1 \dots N\}$ (figure 2.3). Si le chargement nodal et le champ de propriétés élastiques sont connus, le problème direct consiste à trouver le champ de déplacement nodal $\mathbf{U} = (\mathbf{v}, \theta)$, avec $\mathbf{v}$ le champ de déplacement hors-plan, et θ le champ des rotations des sections droites. L'objectif est de résoudre le problème d'identification, c'est-à-dire de trouver les champs de raideur et de chargement quand le champ de déplacement hors-plan $\mathbf{z}$ est connu (mesuré), tout comme sa projection sur une base cinématiquement admissible $\mathbf{U}$.

3.1 Méthode d'identification

On suppose que le niveau de discrétisation α choisi est susceptible de décrire le comportement de la poutre. Les quantités mesurées sont les champs de déplacements nodaux, qui sont déduits de la mesure du champ de déplacement hors-plan sur un grand nombre de points par une projection sur une base de champs compatibles avec les fonctions de forme retenues dans le modèle éléments finis (voir paragraphe 4 du chapitre 1). La longueur de l'élément est notée l . L'équilibre de chaque nœud du maillage est écrit comme la stationnarité de l'énergie potentielle de la structure

$$E_p = \frac{EI}{2} \sum_{n=1}^N C_n f(v_{n-1}, v_n, \theta_{n-1}, \theta_n) - \sum_{m=1}^N F_m v_m \quad (2.43)$$

avec EI la rigidité de flexion, et

$$f(v_{n-1}, v_n, \theta_{n-1}, \theta_n) = \frac{12}{l^3} (v_n - v_{n-1})^2 + \frac{4}{l} (\theta_n^2 + \theta_{n-1}^2 + \theta_{n-1} \theta_n) + \frac{12}{l^2} (v_{n-1} \theta_{n-1} + v_{n-1} \theta_n - v_n \theta_{n-1} - v_n \theta_n) \quad (2.44)$$

Il vient alors, pour le nœud n ,

$$\begin{aligned} \frac{\partial E_{p_{n,n+1}}}{\partial v_i} &= \frac{EI}{2} \{C_n g^- + C_{n+1} g^+\} - F_i = 0 \\ \frac{\partial E_{p_{n,n+1}}}{\partial \theta_i} &= \frac{EI}{2} \{C_n h^- + C_{n+1} h^+\} = 0 \end{aligned} \quad (2.45)$$

avec

$$\begin{aligned} g^-(v_i, v_{i-1}, \theta_i, \theta_{i-1}) &= \frac{24}{l^3} (v_i - v_{i-1}) - \frac{12}{l^2} (\theta_{i-1} + \theta_i) \\ g^+(v_i, v_{i+1}, \theta_i, \theta_{i+1}) &= \frac{24}{l^3} (v_i - v_{i+1}) + \frac{12}{l^2} (\theta_i + \theta_{i+1}) \\ h^-(v_i, v_{i-1}, \theta_i, \theta_{i-1}) &= \frac{12}{l^2} (v_{i-1} - v_i) + \frac{4}{l} (\theta_{i-1} + 2\theta_i) \\ h^+(v_i, v_{i+1}, \theta_i, \theta_{i+1}) &= \frac{12}{l^2} (v_i - v_{i+1}) + \frac{4}{l} (2\theta_i + \theta_{i+1}) \end{aligned} \quad (2.46)$$

où $\mathbf{v}$ et $\boldsymbol{\theta}$ sont les composantes du champ de déplacement nodal $\mathbf{U}_m$. Ici, le champ de chargement $\mathbf{F}$ est inconnu, tout comme le champ de contraste $\mathbf{C}$. Les conditions d'équilibre donnent $2(N+1)$ équations à $2(N+1)$ inconnues. A l'échelle α , le système de $2^{\alpha+1}$ équations s'écrit

$$\mathcal{M}\mathbf{L} = \mathbf{0} \quad (2.47)$$

avec le vecteur des paramètres à déterminer

$$\mathbf{L}^t = [C_1, F_1, C_2, F_2, \dots, C_{2^\alpha}, F_{2^\alpha}] \quad (2.48)$$

$\mathcal{M}$ est construite à partir des champs de déplacements nodaux, de la longueur de l'élément et des diverses hypothèses de modélisation. $\mathbf{L} = \mathbf{0}$ est la solution triviale. Comme le problème est résolu sous l'hypothèse des petites perturbations, le comportement de la structure est supposé linéaire. Si $\mathbf{X}$ est une solution, alors $h\mathbf{X}$ est également une solution $\forall h \in \mathbb{R}^*$. Par conséquent, on utilise une décomposition en valeur singulière de la matrice $\mathcal{M}$

$$\mathcal{M} = \mathcal{H} \mathcal{J} \mathcal{K}^t \quad (2.49)$$

Par définition, $\mathcal{J}$ est une matrice diagonale, $\mathcal{H}$ and $\mathcal{K}$ sont des matrices orthogonales. Les éléments diagonaux de $\mathcal{J}$ sont les valeurs singulières de $\mathcal{M}$. Les colonnes de $\mathcal{K}$ (resp. $\mathcal{H}$) sont les vecteurs singuliers droits (resp. gauche) [37]. La solution non-triviale $\mathbf{L}$ est le vecteur singulier droit associé à la plus petite valeur singulière de $\mathcal{M}$, qui devrait valoir 0, à la précision de la machine près. Aussi, la solution s'exprime

$$\mathbf{L} = \vartheta \mathbf{v}_0 \quad (2.50)$$

où $\mathbf{v}_0$ est la colonne de $\mathcal{K}$ (le vecteur singulier droit) correspondant à la plus petite valeur singulière [37]. Le signe de ϑ est choisi en imposant que l'énergie élastique totale de la structure doit être positive : $E_s > 0$. Le chargement mécanique et les propriétés élastiques sont identifiées à une constante multiplicative près (son signe est néanmoins défini), puisque seules des données cinématiques sont prises en compte. Dans la suite, on appellera contrastes de chargement et de propriétés élastiques les résultats correspondants. En pratique, les algorithmes de décomposition en valeur singulière ne permettent d'assurer qu'une précision absolue sur les valeurs singulières et les vecteurs singuliers. Aussi, il peut être préférable d'utiliser un algorithme comme celui proposé par Demmel *et al.* [82], appelé décomposition de Jacobi unilatérale. La version de cet algorithme qui a été implémentée est décrite dans l'annexe F.

3.2 L'effet d'un bruit de mesure sur les champs identifiés

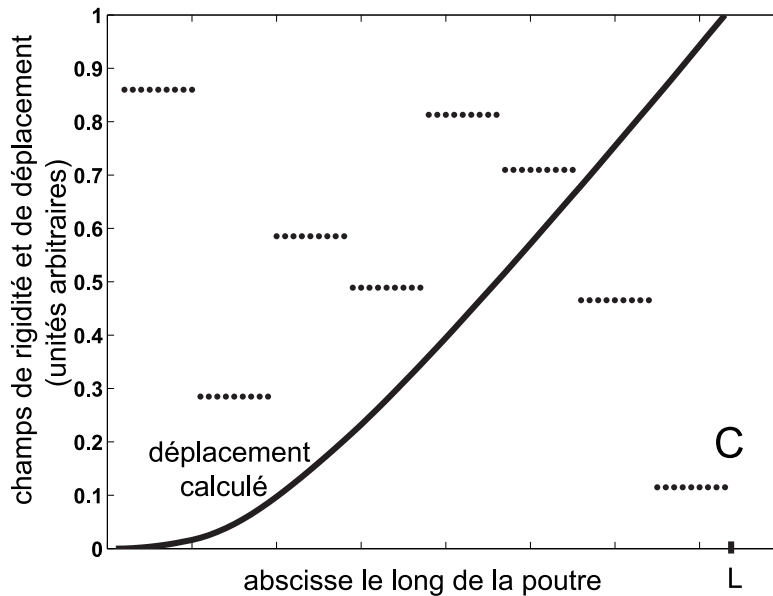


FIG. 2.4: Champ de rigidité et déformée de la poutre test.

Les résultats suivants sont obtenus avec une poutre discrétisée avec 2^α éléments. La rigidité de flexion est homogène par élément, et le champ de contraste est obtenu par des tirages successifs d'une variable aléatoire de densité de probabilité uniforme sur l'intervalle

[0.1 ... 0.9] (figure 2.4). Le chargement mécanique consiste en un champ de forces nodales homogènes. Le champ de déplacement $\mathbf{z}$ est calculé, puis dégradé à l'aide d'un bruit gaussien décorrélié en espace, similaire au bruit affectant les dispositifs expérimentaux décrits en 3.1 du chapitre 1. Pour quantifier l'erreur commise sur les champs recherchés, on introduit l'erreur RMS η sur le champ $\mathbf{Z}$ (avec $\mathbf{Z} = \mathbf{C}$ ou $\mathbf{F}$) définie par

$$\eta(\mathbf{Z}) = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \left(\frac{Z_{id}(k)}{Z_{imp}(k)} - 1 \right)^2 \quad (2.51)$$

L'influence de ce bruit ajouté aux « mesures » obtenues par éléments finis sur la qualité de l'identification est évaluée en moyennant l'indicateur η pour 100 tirages de bruit aléatoire, avec un rapport bruit / signal imposé. Le résultat de ces simulations est présenté

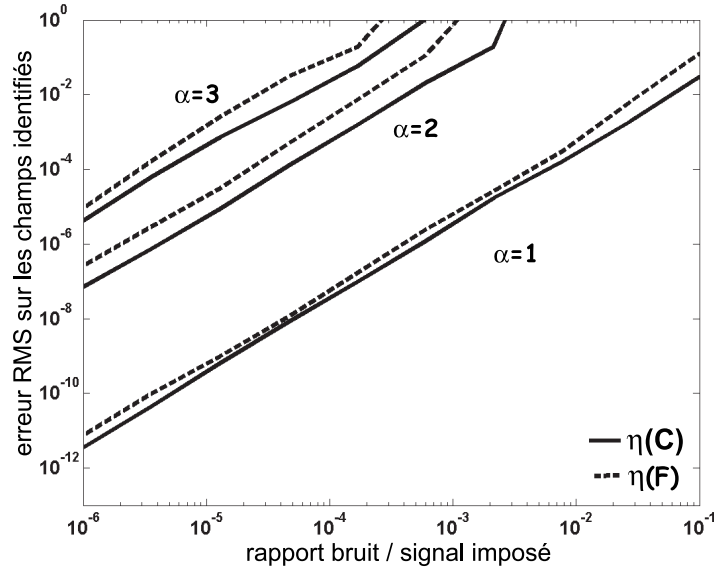


FIG. 2.5: Evolution des erreurs $\eta(C)$ et $\eta(F)$ en fonction du niveau de bruit pour différents niveau de discrétisation.

sur la figure 2.5. Quand le rapport bruit / signal tend vers 0, les erreurs d'identification s'annulent, prouvant ainsi le raisonnement développé au paragraphe 3.1. Pour un niveau de discrétisation donné, le champ de chargement identifié est plus sensible au bruit de mesure que le champ de rigidité. Ces simulations permettent également d'estimer le niveau de discrétisation acceptable pour un rapport bruit / signal donné. Ainsi, quand ce rapport atteint 1%, on ne peut dépasser 2 éléments, introduisant ainsi une erreur de quelques pourcents sur les champs identifiés. Le niveau de bruit acceptable décroît à 0.1% si l'on souhaite utiliser une discrétisation à 4 éléments. On peut définir ainsi, pour chaque niveau de discrétisation et pour une tolérance sur les champs identifiés imposée, le niveau de bruit acceptable sur les mesures. Quelques valeurs caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 2.1.

	$\alpha = 1$	$\alpha = 2$	$\alpha = 3$
$\sqrt{\eta(\mathbf{C})} = 10^{-2}$	6×10^{-3}	4.2×10^{-5}	4.6×10^{-6}
$\sqrt{\eta(\mathbf{C})} = 10^{-3}$	5×10^{-4}	4.2×10^{-6}	4.5×10^{-7}
$\sqrt{\eta(\mathbf{C})} = 10^{-4}$	5×10^{-5}	5×10^{-7}	4.6×10^{-8}

TAB. 2.1: Valeurs du rapport bruit / signal acceptables pour un niveau de discrétisation et une erreur admissible donnés.

3.3 Qualification a posteriori de la qualité de la solution

Quand la solution exacte est inconnue, il est nécessaire de définir un indicateur d'erreur adapté. Si la décomposition en valeurs singulières est réalisée avec un algorithme assurant une erreur relative acceptable sur le résultat, il est raisonnable de calculer l'écart à l'équilibre $\mathbf{F}_r$ défini comme le résidu de l'équation (2.47)

$$\mathcal{M} \mathbf{v}_0 = \mathbf{F}_r \quad (2.52)$$

Ce résidu est un estimateur de l'erreur locale. Pour donner une mesure de la qualité de l'identification, on peut définir l'estimateur global W_r comme le travail de l'écart à l'équilibre dans le champ de déplacement local $\mathbf{U}_{m\pm}$ (c'est-à-dire le champ de déplacement mesuré duquel est soustrait, à un nœud donné, le déplacement de corps rigide des éléments adjacents)

$$W_r = \sum_i |F_r(i) U_{m\pm}(i)| \quad (2.53)$$

Comme cet indicateur inclut une échelle de contrainte, il doit être comparé à l'énergie élastique de la structure E_s

$$w_r = \frac{W_r}{E_s} \quad (2.54)$$

L'indicateur w_r est alors indépendant de l'échelle de contrainte, et mesure la qualité globale de l'identification. Cet indicateur est lié à l'erreur RMS η commise sur les champs, comme le montre la figure 2.6 avec le contraste de propriétés élastiques. On obtient des résultats identiques avec le contraste de chargement, si bien que w_r est considéré comme un indicateur global de la qualité de l'identification, utilisable pour évaluer la qualité des résultats obtenus quand le modèle de structure choisi pour la construction de la matrice $\mathcal{M}$ est adéquat. La relation entre l'erreur commise η et l'indicateur w_r est bijective, de sorte que si le modèle choisi est suffisant, la valeur de w_r est une mesure des erreurs d'identification. Il convient de souligner ici que ce raisonnement, comme les calculs menés au paragraphe 3.2, ne sont valables que si le modèle choisi pour décrire la structure est satisfaisant pour décrire les mesures. Cette hypothèse n'est plus vérifiée si, par exemple, la discrétisation choisie est trop grossière ou si le chargement mécanique est mal décrit.

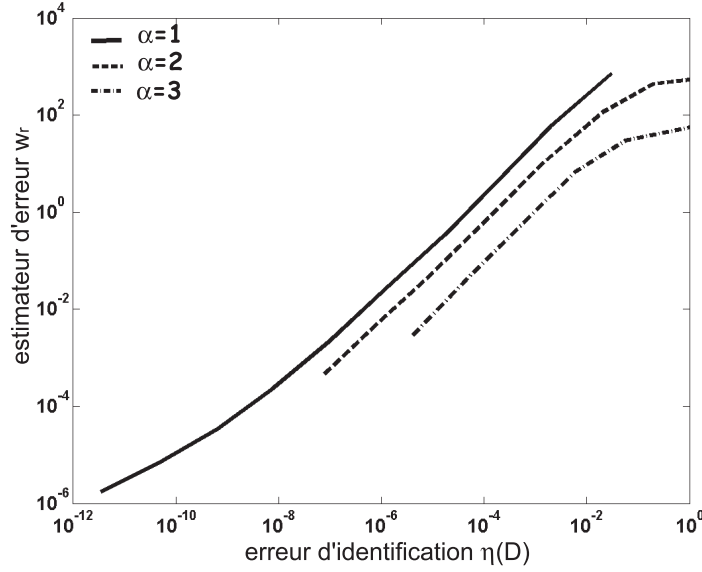


FIG. 2.6: Evolution de l'indicateur w_r en fonction de l'erreur commise sur le champ $\eta(C)$ pour différents niveaux de discrétisation.

4 Application à des résultats expérimentaux obtenus avec un chargement électrostatique

4.1 Chargement électrostatique

Le dispositif utilisé exploite le fait que les MEMS utilisés sont recouverts d'une couche d'or, conductrice, qui peut constituer une armature d'un condensateur. L'autre armature est une tôle d'aluminium emboutie rapportée au-dessus de la matrice des microleviers. Elle comporte un trou de 0.6 mm de diamètre, permettant le passage du faisceau du microscope (figure 2.7). Si on impose une différence de potentiel $V_1 - V_2$ entre les armatures d'un condensateur, il apparaît entre elles un champ électrique $\mathbf{E} = -\nabla V$. $\mathbf{E}$ est orthogonal à la surface, et on note E_{surf} sa norme. Chaque armature porte une charge surfacique $\pm\sigma_{el}$ définie par

$$\sigma_{el} = E_{surf} \epsilon_{air}, \quad (2.55)$$

où ϵ_{air} est la constante diélectrique du milieu. Les armatures vont s'attirer, quel que soit le signe de $(V_1 - V_2)$. Si l'on considère un élément de surface dS , la force dF élémentaire exercée sur celui-ci est

$$dF = \frac{\sigma_{el}^2}{2\epsilon_{air}} dS. \quad (2.56)$$

La surface du conducteur étant une surface équipotentielle, le champ électrique et la force dF sont normaux à la surface. On peut donc assimiler ce chargement à un champ de

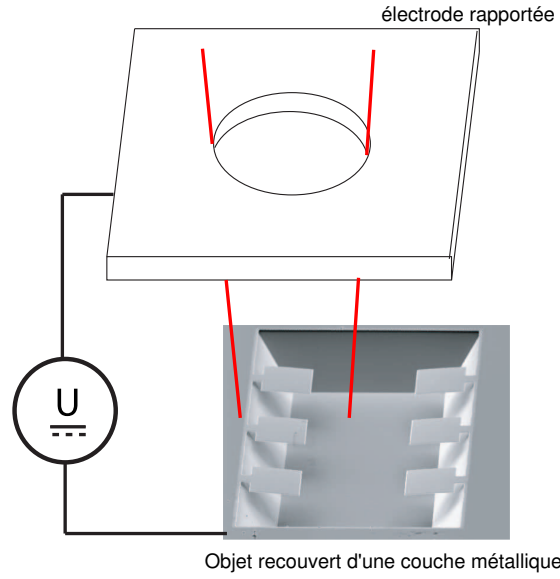


FIG. 2.7: Dispositif de chargement électrostatique.

pression

$$p = \frac{\sigma_{el}^2}{2\epsilon_{air}}. \quad (2.57)$$

Dans le cas d'un condensateur plan, cette pression est homogène sur la quasi-totalité de l'armature. Comme une des armatures est ici l'objet lui-même, on s'attend à une hétérogénéité du champ de pression due aux multiples effets de bord et de coin. En effet, près d'une singularité géométrique, le champ électrique devient singulier, entraînant une singularité du champ de pression. L'identification d'un champ de propriétés élastiques requiert donc l'identification simultanée du champ de chargement.

4.2 Identification simultanée des contrastes de pression et de propriétés élastiques

La méthode décrite au paragraphe 3.1, validée à l'aide de données simulées au paragraphe 3.2, est maintenant appliquée à des champs de déplacements obtenus expérimentalement. Le chargement mécanique est imposé à l'aide du dispositif présenté sur la figure 2.7 ($|V_1 - V_2| = 800$ V, entre-fer d'environ 1 mm), et le champ de déplacement hors-plan est mesuré comme décrit dans le paragraphe 4 du chapitre 1. On se place dans des conditions d'acquisition qui assurent une reproductibilité de la mesure de l'ordre de 100 pm (voir la figure 1.30). Le champ observé couvre la totalité d'un levier ainsi qu'une partie du support. On utilise le modèle associé décrit sur la figure 2.8. Les équations 2.45

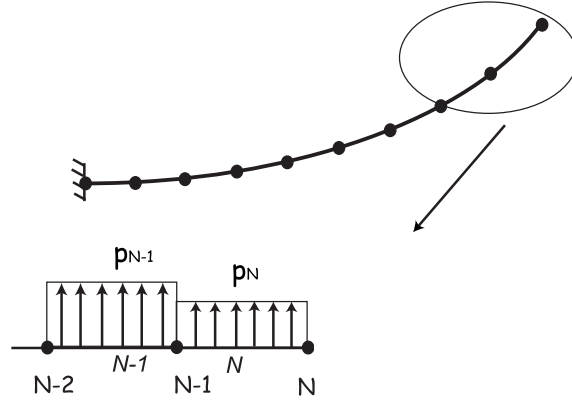


FIG. 2.8: Modèle retenu pour décrire la poutre sous un chargement électrostatique.

prennent donc la forme :

$$\begin{aligned} \frac{\partial E_{p_{n,n+1}}}{\partial v_i} &= \frac{EI}{2} \{C_n g^- + C_{n+1} g^+\} - F_i(p_n, p_{n+1}) = 0 \\ \frac{\partial E_{p_{n,n+1}}}{\partial \theta_i} &= \frac{EI}{2} \{C_n h^- + C_{n+1} h^+\} - M_i(p_n, p_{n+1}) = 0 \end{aligned} \quad (2.58)$$

Les forces nodales équivalentes F_i et les couples nodaux M_i dépendent des pressions agissant sur les nœuds adjacents (équivalence énergétique). Comme le montre la figure 2.5, c'est le niveau de bruit qui limite le niveau de discrétisation « raisonnable ». La figure 2.9

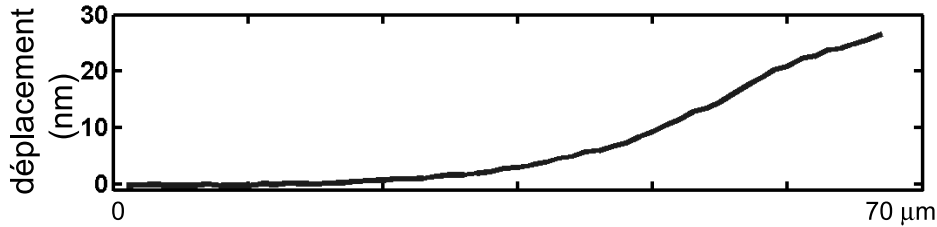


FIG. 2.9: Champ de déplacement obtenu avec une différence de potentiel de 800V.

présente un champ de déplacement typique obtenu avec un chargement électrostatique. Le déplacement maximum est d'environ 30 nm, de sorte que le rapport bruit / signal est légèrement inférieur à 1%. On doit donc limiter la discrétisation à deux éléments, afin d'obtenir une erreur RMS sur les champs η de l'ordre de 10^{-5} (figure 2.5). On s'attend alors à une valeur de w_r de l'ordre de 10^{-2} (figure 2.6), si la description retenue est adéquate.

La figure 2.10 présente les contrastes identifiés (normés par leur moyenne) à partir du champ de déplacement présenté sur la figure 2.9 et du modèle décrit sur la figure 2.8. On obtient une raideur nettement plus importante près de la partie encastree du levier, comme les figures 1.4 et 1.5 le laissent à penser. On remarque également que la pression identifiée

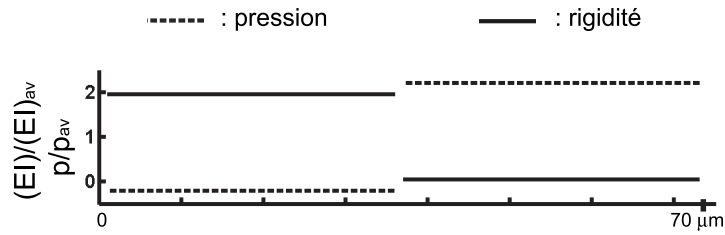


FIG. 2.10: Contrastes de raideur et de pression obtenus avec le champs de déplacement présenté sur la figure 2.9 et le modèle décrit sur la figure 2.8.

près de la zone encastrée du levier est répulsive, ce qui est contraire à ce qui est attendu. En particulier, l'indicateur w_r atteint la valeur de 2.8, démontrant ainsi la mauvaise qualité de l'identification. En comparant cette valeur avec celle attendue si le modèle retenu est adéquat (de l'ordre de 10^{-2}), on peut conclure que le modèle décrit sur la figure 2.8 n'est pas satisfaisant. On peut également s'en convaincre en comparant, sur la figure 2.11, le

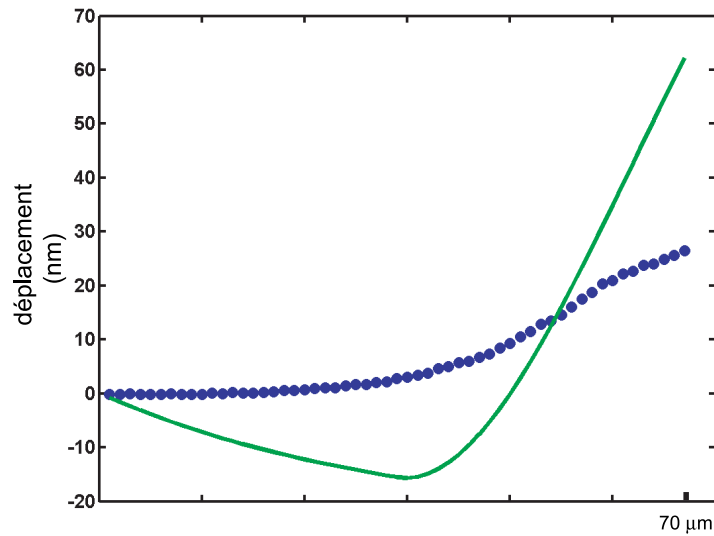


FIG. 2.11: Champs de déplacements expérimental (points) et calculé (trait continu) à partir des résultats de l'identification avec le modèle décrit sur la figure 2.8.

champ de déplacement mesuré avec le champ calculé à partir des contrastes identifiés en utilisant le modèle décrit sur la figure 2.8. Le mode de corps rigide laissé libre en rotation est identifié au sens des moindres carrés.

5 Discrimination et identification de modèles

L'analyse du champ de déplacement obtenu (figure 2.9) montre une modification de la courbure de la poutre près de son extrémité. On peut donc penser que les effets de bord ne sont pas décrits de manière satisfaisante par le modèle présenté sur la figure 2.8. L'idée

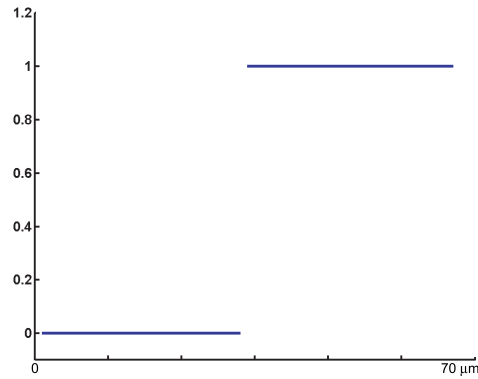


FIG. 2.12: Contribution de chacun des éléments à l'indicateur w_r .

que l'erreur vient d'une mauvaise modélisation des effets près de l'extrémité du levier est également confirmée par la contribution de chacun des éléments à l'indicateur w_r , tracée sur la figure 2.12. En effet, la quasi-totalité de la contribution provient du dernier élément. Une voie pour améliorer la qualité de l'identification est de remarquer que la

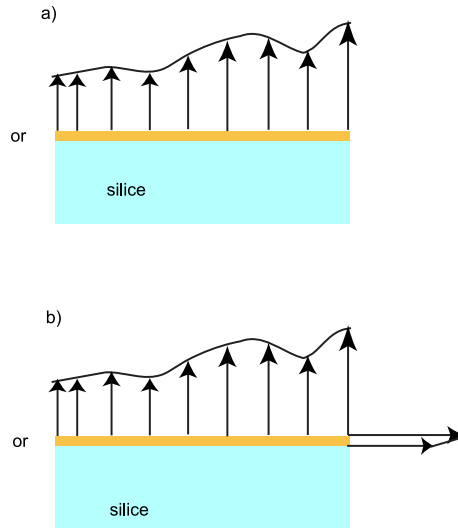


FIG. 2.13: Hypothèses sur le champ de pression près de l'extrémité du levier : a) hypothèse correspondant au modèle décrit sur la figure 2.8 ; b) Prise en compte des surfaces métalliques latérales.

pression électrostatique s'applique non seulement sur la face supérieure de la poutre, mais

également sur les faces latérales de la couche métallique (figure 2.13). En particulier, cela se traduit à l'extrémité de la poutre par un couple supplémentaire agissant sur le dernier nœud du maillage. On modifie donc légèrement le modèle utilisé précédemment,

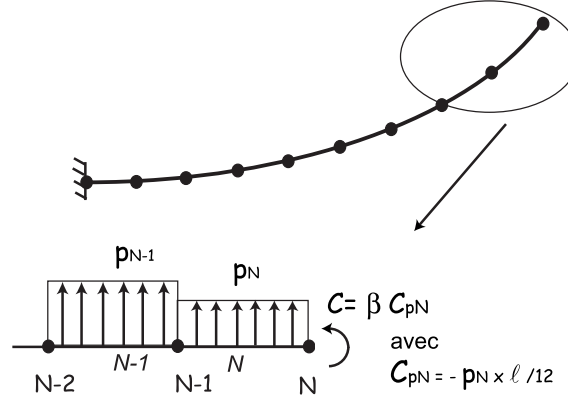


FIG. 2.14: Modèle amélioré pour décrire la poutre sous un chargement électrostatique.

comme indiqué sur la figure 2.14. Le moment additionnel est représenté par le paramètre sans dimension β , qui est le rapport entre ce couple C dû à la pression électrostatique agissant sur les faces latérales, et le couple nodal C_{pN} appliqué sur le nœud à l'extrémité du maillage pour représenter la pression électrostatique p_N agissant sur la face supérieure du levier. Avec les fonctions de forme utilisées,

$$C_{pN} = -p_N \frac{l}{12} \quad (2.59)$$

où l est la longueur de l'élément utilisé. Tout le problème consiste alors à identifier le paramètre β , alors que le système précédemment utilisé (2.47) était déjà juste déterminé, interdisant l'identification directe d'un paramètre supplémentaire.

5.1 Effet d'une erreur de modélisation

Dans les parties 3.1, 3.2 et 3.3, on a considéré que la forme du chargement appliqué est bien connue. Ces hypothèses sont utilisées pour construire la matrice $\mathcal{M}$. L'effet d'un écart à ces hypothèses est évalué à l'aide de données simulées, avec une démarche similaire à celle utilisée au paragraphe 3.2. On applique alors un moment C_N au nœud extrémité, proportionnel à la force nodale F_N (voir figure 2.15)

$$C_N = \beta_{sol} F_N \quad (2.60)$$

L'objectif est ici d'étudier les effets d'une erreur de modélisation, représentée par une erreur sur le paramètre $\beta \neq \beta_{sol}$, sur la procédure d'identification présentée au paragraphe 3.1.

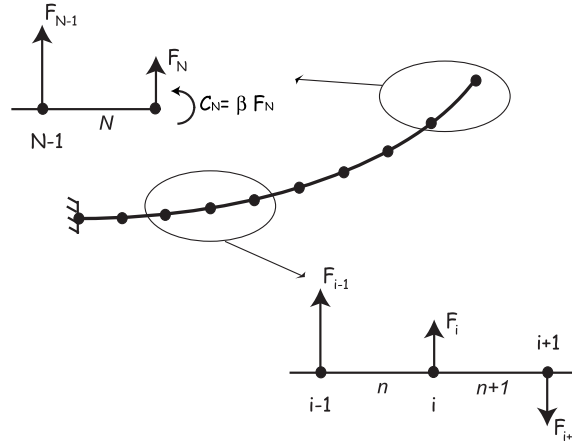


FIG. 2.15: Modèle utilisé pour tester l'influence d'une erreur de modélisation.

A rapport bruit / signal identique, une erreur de modélisation modifie l'écart à l'équilibre

$$\mathbf{F}_r(\delta\mathbf{U}, \beta) = \mathbf{F}_{ru}(\delta\mathbf{U}) + \mathbf{F}_{rm}(\beta) \quad (2.61)$$

Celui-ci s'exprime, à proximité de la solution, comme la somme d'un terme $\mathbf{F}_{ru}$, dû au bruit de mesure, et d'un terme $\mathbf{F}_{rm}$ dû à une erreur de modélisation. Aussi, la minimisation de w_r par rapport au paramètre de modélisation β et au bruit de mesure nécessite la partition de $\mathbf{F}_r$ selon l'équation (2.61).

Il est possible d'obtenir de manière semi-analytique le jacobien de l'écart à l'équilibre par rapport au champ de déplacement (annexe G, paragraphe 1)

$$\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} \quad (2.62)$$

On montre également que ce jacobien ne possède qu'une direction non-singulière $\mathbf{U}_p$ près de la solution (annexe G, paragraphe 2). Quand le champ de déplacement mesuré subit une perturbation $\delta\mathbf{U}$, l'écart à l'équilibre $\mathbf{F}_r$ sera donc modifié proportionnellement à la projection $\delta\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$. Aussi, lorsque l'on traite le cas d'un unique paramètre de modélisation, l'écart à l'équilibre dépend à proximité de la solution de deux paramètres scalaires, $\beta - \beta_{sol}$ et $\delta\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$. On peut donc tracer une carte de la norme de l'écart à l'équilibre au voisinage de la solution en fonction d'une perturbation sur la mesure $\delta\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ et d'une erreur de modélisation $\beta - \beta_{sol}$. Un exemple est présenté sur la figure 2.16.

5.2 Critère statique

On remarque sur la figure 2.16 une direction particulière, notée λ . Le gradient de la norme de l'écart à l'équilibre est nul suivant cette direction du plan $(\beta, \delta\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p)$. En particulier, définir la solution comme vérifiant la seule condition d'admissibilité statique $\|\mathbf{F}_r\| = 0$ fournit toute une droite solution, parallèle à λ . Ainsi, l'utilisation du seul critère statique est insuffisante pour identifier le paramètre de modélisation β .

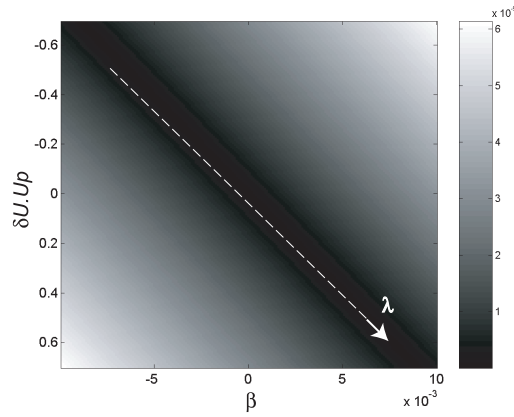


FIG. 2.16: Norme de l'écart à l'équilibre à proximité de la solution, en fonction d'une perturbation sur la mesure et d'une erreur de modélisation.

5.3 Critère cinématique

Afin de restreindre l'espace admissible pour les solutions, on cherche à donner une description plus fine du champ de déplacement mesuré. On montre dans l'annexe H que l'on peut déduire (analytiquement) une description statistique du résultat de la projection présentée au paragraphe 4.2.3 du chapitre 1 connaissant une description statistique du bruit affectant les mesures, telle que celle obtenue au paragraphe 3.1 du même chapitre. En particulier, il est possible d'en déduire une description statistique de $\kappa = \delta \mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$, où $\delta \mathbf{U}$ est le résultat de la projection du bruit $\mathbf{b}$ affectant la mesure de phase. L'annexe H présente notamment le calcul de $E[\kappa^2]$ et de $E[(\kappa^2 - E[\kappa^2])^2]$. La densité de probabilité (gaussienne) de κ^2 est ainsi décrite. Par conséquent, la probabilité de trouver la « vraie » valeur de $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ à la distance κ de $\mathbf{U}_{\text{mes}}^t \mathbf{U}_p$ est décrite par la donnée de la densité de probabilité de la variable κ^2 . La figure 2.17 présente la densité de probabilité de trouver

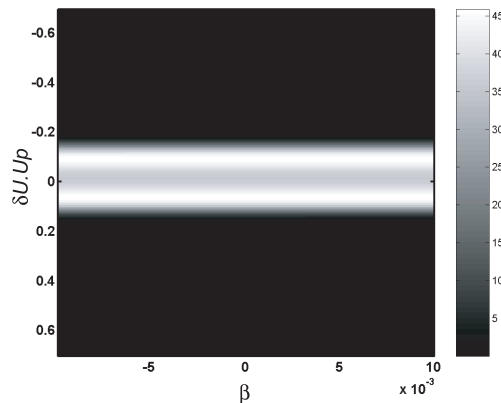


FIG. 2.17: Densité de probabilité de trouver la valeur de $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ à distance de $\mathbf{U}_{\text{mes}}^t \mathbf{U}_p$.

la valeur de $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ à distance de $\mathbf{U}_{\text{mes}}^t \mathbf{U}_p$. Dans le repère centré sur la valeur mesurée

$\mathbf{U}_{\text{mes}}^t \mathbf{U}_p$, cette densité de probabilité s'exprime par

$$P [\delta \mathbf{U}^t \mathbf{U}_p \in [\kappa, \kappa + d\kappa]] = \frac{1}{C_\kappa} \exp - \frac{(\kappa^2 - \sigma_\kappa^2)^2}{4\sigma_\kappa^4} \quad (2.63)$$

où C_κ est une constante de normalisation telle que

$$\int_{-\infty}^{\infty} P [\delta \mathbf{U}^t \mathbf{U}_p \in [\kappa, \kappa + d\kappa]] d\kappa = 1 \quad (2.64)$$

et σ_κ est déterminé dans l'annexe H. σ_κ évolue linéairement avec le niveau de bruit sur les mesures σ , et dépend des fonctions de forme utilisées. Ce calcul n'est valable que si la description du bruit utilisée (bruit gaussien, décorrélié spatialement) est adéquate, ce qui a été vérifié au paragraphe 3.1 du chapitre 1.

5.4 Identifiabilité et identification d'un paramètre de modélisation

La densité de probabilité représentée sur la figure 2.17 permet de définir un intervalle de confiance sur l'axe $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$. La figure 2.18 présente à la fois l'axe λ introduit au para-

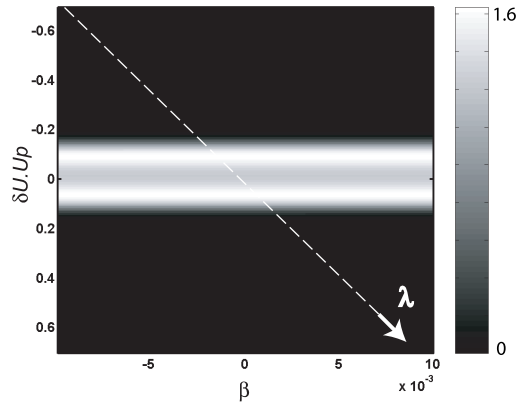


FIG. 2.18: Combinaison des critères statique et cinématique pour l'identification du paramètre β .

graphe 5.2 et la précédente densité de probabilité. L'utilisation simultanée du critère statique (qui restreint l'espace des solution à l'axe λ) et du critère cinématique (qui restreint l'espace des solution à une portion de la direction $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$) permet de définir une densité de probabilité de trouver le couple $(\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p, \beta)$ en un point du plan de la figure.

Si la pente de l'axe λ dans le graphe $(\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p, \beta)$ est suffisante, alors la projection de la densité de probabilité (2.63) sur l'axe β par l'axe λ est définie (figure 2.19). On en déduit une densité de probabilité pour la variable β , présentée sur la figure 2.20. Les constantes multiplicatives ont été modifiées sur ces deux dernières figures pour avoir

$$\int_{-\infty}^{\infty} P [\beta_{sol} \in [\beta, \beta + d\beta]] d\beta = 1 \quad (2.65)$$

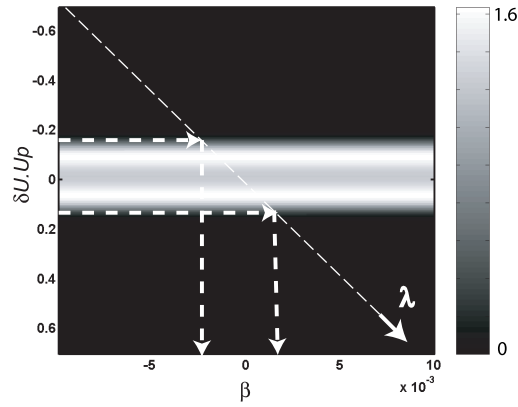


FIG. 2.19: Combinaison des critères statique et cinématique pour l'identification du paramètre β : projection sur l'axe β .

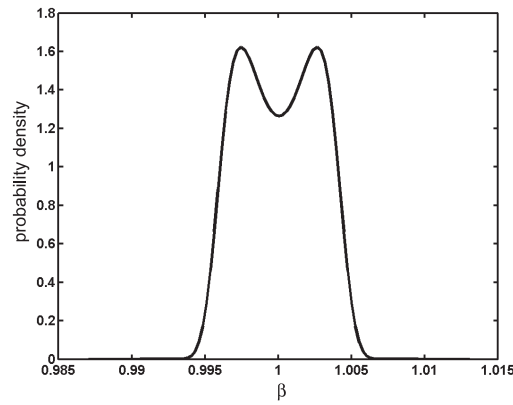


FIG. 2.20: Combinaison des critères statique et cinématique pour l'identification du paramètre β : densité de probabilité pour β .

Cette densité de probabilité peut être intégrée pour donner des bornes sur la valeur du paramètre β .

Cette démarche est applicable tant que l'axe λ n'est pas parallèle à β . Cette condition s'exprime à l'aide du scalaire

$$r = \frac{\left| \frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} \right|}{\left| \frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \beta} \right|} \quad (2.66)$$

Si $\left| \frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \beta} \right| \neq 0$, alors r est défini et la procédure décrite peut être appliquée. Cette condition est automatiquement vérifiée quand l'erreur de modélisation affecte l'écart à l'équilibre. La valeur du rapport r définit également le rapport d'homothétie entre les densités de probabilité sur κ et β . Aussi, plus la valeur de r est faible, plus l'intervalle sur lequel on pourra trouver β pour un niveau de bruit σ donné sera restreint. Le paramètre r définit

donc l'identifiabilité du paramètre β au sens de l'écart à l'équilibre.

5.5 Application aux résultats obtenus avec un chargement électrostatique

On a terminé le paragraphe 4.2 sur le constat que la première modélisation retenue n'est pas adéquate pour représenter les effets observés. On a alors proposé, au paragraphe 5 une modélisation incluant une description paramétrée du chargement. On a montré, en utilisant des champs générés artificiellement, comment identifier un paramètre de modélisation, en exhibant une condition d'identifiabilité. On propose d'appliquer cette technique aux champs expérimentaux présentés sur la figure 2.9. Pour la modélisation donnée sur la figure 2.14, on peut calculer, en utilisant les résultats de l'annexe 1, le rapport r

$$r = \frac{|\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}}|}{|\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \beta}|} = 4.5 \quad (2.67)$$

démontrant ainsi l'identifiabilité de ce paramètre. On utilise alors un algorithme de relaxation pour minimiser $\mathbf{F}_r(\delta \mathbf{U}, \beta)$ (voir équation (2.61)) :

- on minimise $\mathbf{F}_r(\mathbf{0}, \beta)$ par rapport à β pour trouver une estimation β_0 du paramètre de modélisation ; on minimise ensuite $\mathbf{F}_r(\delta \mathbf{U}, \beta)$ à l'aide d'un algorithme de type Newton-Raphson, à partir du point $\mathbf{F}_r(\mathbf{0}, \beta_0)$ et on détermine l'axe λ à partir du calcul des jacobiens à la solution, définie telle que $\mathbf{F}_r(\delta \mathbf{U}_p, \beta_{sol}) = \mathbf{0}$;
- la densité de probabilité des variables κ puis β sont calculées en post-traitement, en utilisant soit une mesure du niveau de bruit σ (voir paragraphe 3.1 du chapitre 1), soit une estimation obtenue à l'aide du résidu après projection (voir paragraphe 4.2.3 du chapitre 1).

β	$\delta \mathbf{U}$	$w_r(\delta \mathbf{U}, \beta)$
0	$\mathbf{0}$	2.8
$\beta_0 = -1.45$	$\mathbf{0}$	4×10^{-14}

TAB. 2.2: Valeurs du paramètre β et valeurs de l'indicateur w_r correspondantes.

Le tableau 2.2 présente les premières valeurs de β obtenues au cours de la minimisation. On autorise alors une perturbation du déplacement suivant la direction $\mathbf{U}_p$, pour obtenir une valeur de w_r proche d'un zéro « numérique ». La direction λ est calculée, et la densité de probabilité sur β correspondante calculée. La figure 2.21 présente cette densité de probabilité calculée, ainsi que les deux bornes correspondant à

$$P[\beta > \beta_{low} = -1.53] = 0.95 \quad (2.68)$$

$$P[\beta < \beta_{high} = -1.38] = 0.95 \quad (2.69)$$

La figure 2.22 présente les champs identifiés, à la fois pour les valeurs β_0 , β_{high} et β_{low} , puisqu'ils sont indiscernables sur cette figure. Contrairement aux résultats obtenus

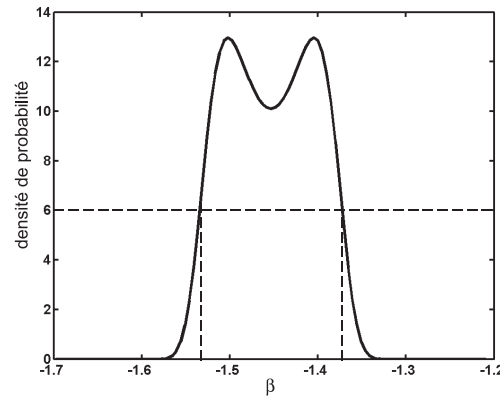


FIG. 2.21: Densité de probabilité calculée pour le paramètre β .

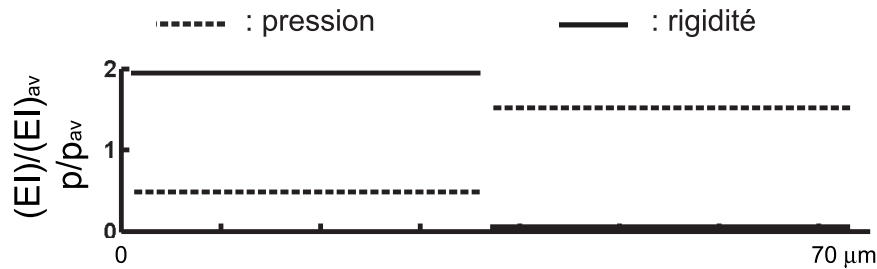


FIG. 2.22: Contrastes de raideur et de pression obtenus avec le champ de déplacement corrigé issu de celui présenté sur la figure 2.9 et le modèle décrit sur la figure 2.14 avec $\beta = \beta_{sol}$.

avec $\beta = 0$, le champ de pression est ici attractif sur toute la poutre, ce qui correspond ainsi au champ de pression attendu. On peut en outre calculer les valeurs de l'indicateur d'erreur sur l'intervalle identifié.

β	δU	$w_r(\delta U, \beta)$
$\beta_{low} = -1.53$	0	4×10^{-2}
$\beta_{high} = -1.38$	0	3.8×10^{-2}

TAB. 2.3: Valeurs des bornes sur le paramètre β et valeurs de l'indicateur w_r correspondantes.

Ces résultats, regroupés dans le tableau 2.3, sont à comparer avec ceux présentés dans le tableau 2.2. Pour ces nouvelles valeurs de β , w_r est notamment de l'ordre de 10^{-2} , ce qui était attendu après la discussion en 3.2 et 4.2. On pense donc avoir effectivement identifié de cette façon un modèle adéquat pour décrire le chargement appliqué sur la structure lors de l'expérience décrite en 4.1. La figure 2.23 présente le champ de déplacement expérimental (points) et le champ de déplacement calculé (ligne) à partir des résultats de

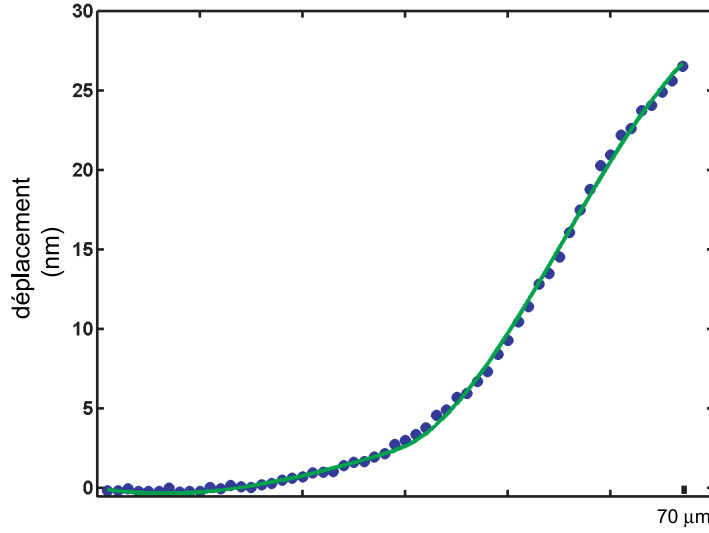


FIG. 2.23: Champs de déplacements expérimental et calculé à partir des résultats de l'identification avec le modèle décrit sur la figure 2.14 avec $\beta = \beta_{sol}$.

l'identification avec le modèle décrit sur la figure 2.14 avec $\beta = \beta_{sol}$. L'accord est très bon, et montre le gain significatif obtenu sur la qualité de l'identification par rapport aux déplacements tracés sur la figure 2.11.

6 Sur les liens entre la méthode des champs virtuels et la méthode de l'écart à l'équilibre

On a vu au paragraphe 2.2 que la méthode de l'écart à l'équilibre et la méthode des champs virtuels utilisent une forme faible des équations d'équilibre pour construire le problème d'identification. On a précisé également que les relations de comportement étaient vérifiées de manière faible pour l'écart à l'équilibre (du fait de la construction de l'énergie potentielle à partir de l'erreur en relation de comportement), quand ce comportement est vérifié de manière exacte dans la méthode des champs virtuels, à partir des équations de Ritz (2.10). On a enfin distingué les deux méthodes par leur capacité à distinguer le champ cinématique solution du problème direct associé à la solution du problème d'identification du champ cinématique mesuré. Ces deux champs diffèrent du fait des erreurs et bruits de mesure. Si on choisit de travailler en déformation, on décompose le champ mesuré ϵ_{mes} en une partie exacte ϵ_v et un bruit $\delta\epsilon$

$$\epsilon_{mes} = \epsilon_v + \delta\epsilon \quad (2.70)$$

On suppose que la représentation choisie pour décrire le comportement est adéquate, de sorte que le comportement réel de la structure et le comportement identifié s'expriment

sur la même base

$$C_{id} = \sum_i p_i^{id} C_i \quad (2.71)$$

$$C_v = \sum_i p_i^v C_i \quad (2.72)$$

L'équation (2.9) appliquée aux champs mesurés donne

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}_{\text{MCV}} : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{S_t} \mathbf{T}_{\text{mes}} \cdot \mathbf{u}^* dS \end{cases} \quad (2.73)$$

ou alors, en introduisant la relation de comportement identifiée (en élasticité linéaire)

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \sum_i p_i^{id} \int_{\Omega} \boldsymbol{\varepsilon}_{\text{mes}} : C_i : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{S_t} \mathbf{T}_{\text{mes}} \cdot \mathbf{u}^* dS \end{cases} \quad (2.74)$$

Cet ensemble d'équations linéaires est la base de la méthode des champs virtuels. On remarquera que l'on vient d'écrire le principe des travaux virtuels pour un champ de contrainte $\sum_i p_i^{id} C_i : \boldsymbol{\varepsilon}_{\text{mes}}$ qui n'appartient pas, en général, à l'espace $\mathcal{S}_{\mathcal{AD}}$, contrairement au champ $\sum_i p_i^v C_i : \boldsymbol{\varepsilon}_v$. Celui-ci vérifie donc

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \sum_i p_i^v \int_{\Omega} \boldsymbol{\varepsilon}_v : C_i : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{S_t} \mathbf{T}_v \cdot \mathbf{u}^* dS \end{cases} \quad (2.75)$$

Par différence des équations (2.74) et (2.75), on obtient

$$\begin{cases} \forall \mathbf{u}^* \in \mathcal{U}_{\mathcal{AD}} \\ \sum_i (p_i^{id} - p_i^v) \int_{\Omega} \boldsymbol{\varepsilon}_v : C_i : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV = \int_{S_t} (\mathbf{T}_{\text{mes}} - \mathbf{T}_v) \cdot \mathbf{u}^* dS - \sum_i p_i^{id} \int_{\Omega} \delta \boldsymbol{\varepsilon} : C_i : \boldsymbol{\varepsilon}[\mathbf{u}^*] dV \end{cases} \quad (2.76)$$

Le second membre de l'équation (2.76) apparaît comme le travail virtuel de l'écart à l'équilibre introduit en 3.1. L'équation (2.76) montre par ailleurs l'erreur introduite sur les propriétés identifiées du fait soit d'une erreur sur la mesure de la distribution des efforts sur S_t , soit d'une erreur de mesure sur le champ de déformation $\delta \boldsymbol{\varepsilon}$. Deux stratégies sont alors possibles si l'on souhaite réduire les effets du bruit de mesure :

- On augmente autant que possible le nombre de champs virtuels pour construire un système linéaire très largement sur-déterminé. On cherche alors à minimiser le résidu associé au système, minimisant ainsi les effets d'une perturbation sur les propriétés identifiées. C'est ce type de stratégie qui est utilisé dans la méthode de l'écart à l'équilibre telle qu'elle a été introduite par Claire *et al.* dans [79], ou dans les cas non-linéaires traités avec la méthode des champs virtuels [63].
- Une autre stratégie consiste à chercher à minimiser l'influence du bruit de mesure sur les équations 2.74. C'est la stratégie sous-jacente aux développements proposés par Avril *et al.* [67].
- Dans le cadre de la méthode de l'écart à l'équilibre, on a cherché, en l'absence de sur-détermination, à proposer une autre stratégie. Celle-ci s'attache à qualifier un

bruit expérimental et à maîtriser ses effets sur la procédure d'identification pour permettre l'identification d'un nombre de paramètres supérieur au nombre de degrés de libertés. Le cas d'un paramètre de modélisation supplémentaire a été traité. Néanmoins, l'extension à un plus grand nombre de paramètres requiert d'autres connaissances *a priori*, la relation d'équilibre et le critère cinématique ne permettant que de restreindre l'espace des solutions admissibles à une bande de l'hyper-espace des paramètres expérimentaux. Dans ce cas, les résultats présentés sur les figures 2.11 et 2.23 suggèrent fortement d'utiliser un critère explicite sur la distance au champ de déplacement mesuré : les conditions d'équilibre construites sur le champ mesuré définissent l'admissibilité statique de la solution ; on pourrait, en ajoutant un terme de pénalisation lié à la distance entre le champ de déplacement mesuré et le champ de déplacement calculé à partir des paramètres identifiés, déterminer un nombre plus important d'éléments de modélisation.

7 Pour conclure : les moyens d'identification disponibles

Dans ce chapitre, on a proposé, après une analyse comparative des méthodes d'identification existantes, une méthode d'identification de distributions d'effort et de raideur à partir des champs de déplacements. Cette méthode a été appliquée à des champs obtenus expérimentalement à l'aide du dispositif présenté dans le chapitre 1. Les expériences nous réservant toujours quelques surprises (c'est là leur sérendipité), on a également montré l'effet d'une erreur de modélisation, et une méthode pour identifier un paramètre de modélisation unique. Cette méthode a été validée sur le cas expérimental traité.

Chapitre 3

Couplages mécanique-environnement à l'échelle micrométrique

Dans ce dernier chapitre, on met d'abord en évidence des phénomènes de couplage (électro-)chimique particuliers aux échelles micrométriques. On propose leur analyse dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus. On rapporte enfin plusieurs résultats expérimentaux sur les effets mécaniques induits par l'adsorption et l'hybridation d'oligonucléotides à la surface de micro-objets.

1 L'utilisation d'objets micro-mécaniques comme capteurs

C'est dans les équipes pionnières dans le domaine de la microscopie à effet tunnel (STM) et de la microscopie à force atomique (AFM) que les premiers capteurs basés sur l'observation d'un couplage entre le comportement mécanique de micro-objets et leur environnement ont été développés. Ces techniques de microscopie utilisent des sondes locales (des pointes), fabriquées (pour certaines) à partir des techniques de lithographie décrites sur la figure 1.1 et supportées par des micro-objets comme ceux présentés sur la figure 3.1. On sait donc les fabriquer en grandes quantités, si bien que, pour donner un ordre de grandeur, le prix dans le commerce d'une pointe de ce type se situe en 2005 entre 2 et 20 euros. Le développement de ces techniques de microscopie a amené à l'utilisation

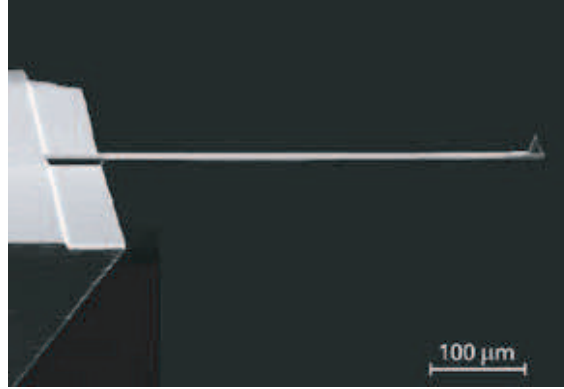


FIG. 3.1: Vue au microscope électronique d'une pointe AFM commerciale supportée par une poutre.

de ces pointes dans des milieux ambiants les plus divers. C'est alors la sensibilité des dispositifs de microscopie à des phénomènes différents de ceux qui étaient recherchés qui a été interprétée comme la preuve de l'existence de couplages mécanique-environnement pour des objets de petites dimensions, et donc de rapport surface / volume élevés. Les différents phénomènes observés ont été mis à profit pour développer des capteurs performants, basés sur deux classes de phénomènes :

- soit le phénomène observé induit une variation de masse de l'objet micro-mécanique considéré ;
- soit on détecte les effets d'un chargement mécanique d'origine variable.

Les différentes techniques expérimentales utilisées sont notamment comparées par Raiteri *et al.* [83] et Lavrik *et al.* [84]. On se focalise ici sur les différents couplages qui ont été exploités.

1.1 Détection d'une variation de masse

En général, on travaille avec un oscillateur de dimension micrométrique, dont la surface est fonctionnalisée de sorte que l'espèce chimique ou biologique que l'on cherche à détecter s'y fixe. On note, de façon générale, sa raideur k et sa masse m . Ainsi, la présence de cette espèce induit une modification de la masse Δm de l'oscillateur. En faisant résonner cet oscillateur à sa fréquence de résonance $f_0 \propto \sqrt{\frac{k}{m}}$, on détecte la variation de masse en détectant le décalage de sa fréquence de résonance Δf . La fréquence de résonance peut être détectée de deux manières :

- en cherchant le maximum d'amplitude de la résonance ;
- en suivant, à la fréquence de résonance initiale, le déphasage $\Delta\Psi$ entre excitation et vibration.

Au premier ordre, le décalage en fréquence est donné par

$$\frac{\Delta f}{f_0} \simeq -\frac{1}{2} \frac{\Delta m}{m} \quad (3.1)$$

où $\Delta\Psi$ et Δf sont reliés par le facteur de qualité Q de l'oscillateur

$$\Delta\Psi = -2Q \frac{\Delta f}{f_0} \quad (3.2)$$

Si l'on considère, en première approximation, que la variation de masse Δm est proportionnelle à la surface de contact de l'objet avec son environnement, alors que sa masse est proportionnelle à son volume, alors

$$\frac{\Delta f}{f_0} \propto \frac{1}{l} \quad (3.3)$$

où l est la dimension caractéristique de l'objet. L'intérêt de la miniaturisation des oscillateurs est évident. Avec des objets de dimensions micrométriques, les plus petites variations de masses détectables sont de l'ordre de quelques picogrammes à la pression atmosphérique. En couvrant un objet de récepteurs adaptés, il a été possible de détecter ainsi quelques picogrammes de bactérie *E. Coli* [85], ou de composants d'explosifs [86]. En améliorant les procédés de fabrication pour obtenir des dimensions caractéristiques de

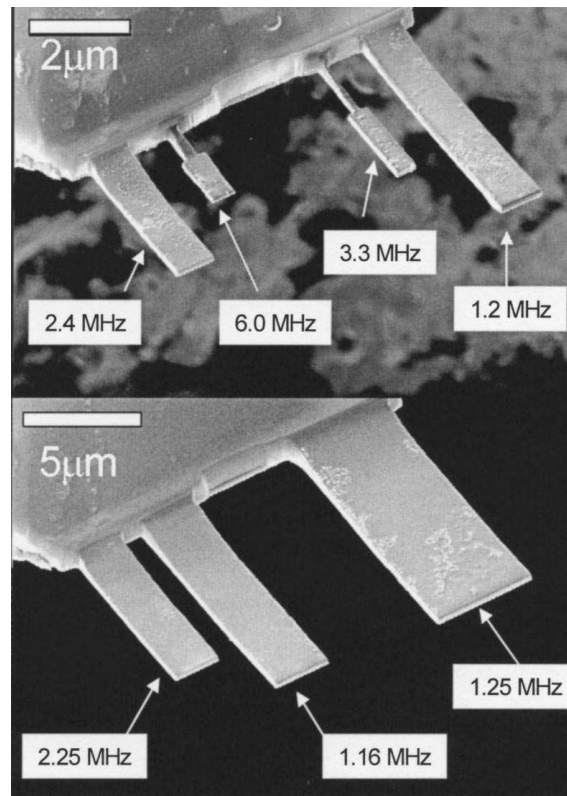


FIG. 3.2: Vues au microscope électronique de leviers avec de faibles dimensions et des fréquences de résonance élevées (tirée de [87]).

plus en plus faibles (voir figure 3.2), il a été possible d'obtenir des seuils de détection de

quelques femtogrammes [87] puis quelques attogrammes [88]. Cette miniaturisation des objets utilisés a ainsi permis de détecter des virus individuels [89]. Néanmoins, le facteur principal limitant le seuil de détection est les divers amortissements subis par l'oscillateur. En particulier, dans le cas d'une détection en suivant la valeur de $\Delta\Psi$, celle-ci s'écrit

$$\Delta\Psi = Q \frac{\Delta m}{m} \quad (3.4)$$

Par exemple, si on travaille à pression atmosphérique plutôt que proche du vide, la viscosité de l'air ambiant altère le facteur de qualité Q , et le seuil de détection est augmenté. Cet effet, déjà très sensible dans l'air, est rédhibitoire en milieu liquide, et donc pour la plupart des problèmes biologiques. Deux pistes sont alors possibles pour contourner cette

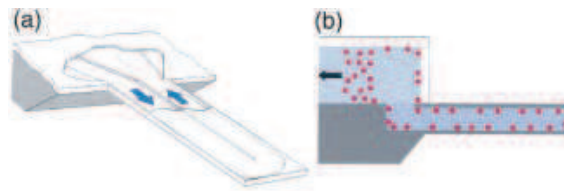


FIG. 3.3: Schéma de principe des leviers creux utilisés par Burg *et al.* [90].

difficulté :

- Burg *et al.* [90] ont proposé de faire circuler le fluide à tester à l'intérieur de l'oscillateur (voir figure 3.3). Le milieu ambiant est alors de l'air ou le vide, ce qui réduit considérablement les interactions fluide-structure et rétablit un facteur Q de l'ordre de 90, et une variation de fréquence de l'ordre de 0.1 Hz/pg.
- La variation de masse est concomitante de modifications des propriétés mécaniques de la surface. En suivant simultanément un effet statique en présence d'explosifs et une variation de masse, Pinnaduwa *et al.* [86] ont montré que la mesure statique pouvait donner un signal très net là où une mesure dynamique fournit un décalage en fréquence de l'ordre de grandeur du bruit de mesure. Cette mesure statique s'avère également très performante avec le même type de molécules, même sans préparation particulière de la surface [91]. Son principe avait été initialement proposé par Berger *et al.* [92].

1.2 Détection d'effets surfaciques

1.2.1 Absorption de rayonnement

Ces applications basées sur le suivi de la déformation quasistatique de microleviers, fonctionnalisés ou non, cherchent à exploiter au mieux les interactions de la structure avec son environnement. L'effet sans doute le plus simple à mettre en œuvre est le chauffage du levier par une couche absorbante. Si la structure ainsi formée est un bilame (au sens mécanique), alors la couche absorbante se dilate (plus que le substrat) en s'échauffant, induisant la déformation de la structure. Ce principe, initialement proposé par Thundat *et*

al. [93], a fait l'objet de suffisamment de développements [94] [95] [96] pour permettre la mise au point de matrices de détecteurs dans le domaine infrarouge. Ces nouveaux dispositifs sont même disponibles commercialement [97]. Il est également possible de détecter une modification des propriétés d'absorption de la surface C'est ce qui a été exploité pour mettre au point des détecteurs du bacille de l'anthrax, qui est très absorbant dans l'infrarouge : une technique de spectroscopie permet alors de détecter la présence ou non du bacille recherché [98].

1.2.2 Chimie et électrochimie

La chimie aux interfaces a également cherché à étudier les phénomènes mécaniques surfaciques qui apparaissent lors de réactions particulières. Par exemple, des effets électro-capillaires sont observés en mesurant la flexion d'une poutre, dont une face est métallique, quand celle-ci est plongée dans un électrolyte et que l'on varie le potentiel électrique de la surface [99]. Dans ce cas particulier, on le verra plus loin, l'exploitation des expériences menées depuis une quinzaine d'années est l'objet d'une vive controverse, bien que l'on soit dans un cas très simple, où normalement aucune réaction chimique n'a lieu. En reproduisant ce type d'expérience dans une gamme de potentiels et/ou avec un électrolyte adéquats, on provoque une réaction à l'interface. Les modifications de structure (cristalline) de l'électrode provoquent alors des effets mécaniques importants [100] [101]. Dans ces situations, l'analyse quantitative des résultats est très délicate, notamment car l'origine des effets mécaniques observés peut être mal connue.

On retrouve des situations plus simples en traitant des phénomènes d'adsorption. Quand les objets sont recouverts d'une couche d'or, il est assez facile d'adsorber des molécules pourvues d'un groupement thiol (-SH), qui forme une liaison très énergétique avec les atomes d'or en surface. On observe alors, en milieu aqueux, une flexion importante de la structure [104]. Les couches adsorbées peuvent alors, à leur tour, être modifiées par leur environnement. En particulier, si les molécules adsorbées sont ionisables, elles vont être sensibles au pH de la solution et à sa concentration en sel [102] [103]. Le même type d'effet peut être obtenu à pression ambiante, en observant l'adsorption de molécules gazeuses [105]. C'est l'origine du « nez » électronique développé chez IBM [106], qui a été amélioré en couplant une mesure de la variation de masse (par décalage de la fréquence de résonance) au suivi de la flexion quasistatique de microleviers [107]. Il faut également noter que si ces objets peuvent être fabriqués en grand nombre sur un wafer de silicium, ces mesures, de flexion ou de résonance peuvent être faites séquentiellement [108], ou parallèlement [109].

1.2.3 Surfaces fonctionnalisées pour la biologie

Des outils pour la biologie

Watson et Crick ont obtenu par diffraction des rayons X que la molécule d'ADN est une double hélice (figure 3.4), chacune des hélices étant un assemblage (linéaire) de

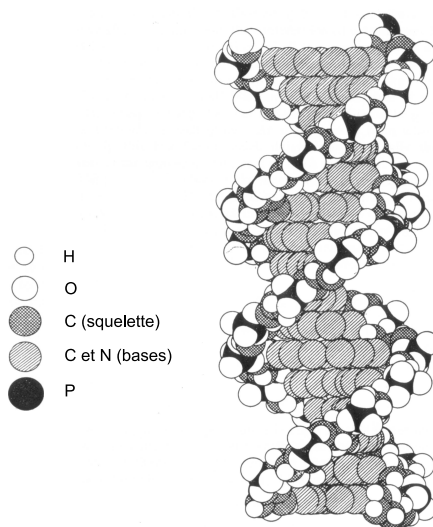


FIG. 3.4: Structure d'une molécules d'ADN.

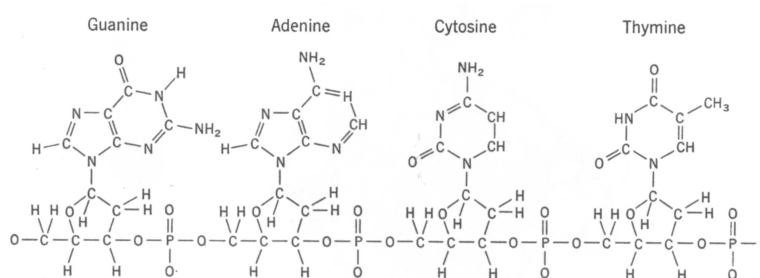


FIG. 3.5: Bases composant la molécule d'ADN.

quatre amines : la thymine (T), l'adénine (A), la guanine (G) et la cytosine (C) ([6] et figure 3.5). On appelle cet assemblage « séquence d'ADN ». La multitude des caractères serait alors codée par les différentes séquences d'ADN.

Pour déterminer expérimentalement la nature d'une séquence, on utilise une propriété de la double hélice d'ADN : l'assemblage de ces deux hélices se fait par l'intermédiaire de liaisons hydrogène entre la thymine (T) et l'adénine (A) d'une part ; et entre la guanine (G) et la cytosine (C). En pratique, ces assemblages sont les seuls possibles, et forment les paires de Watson-Crick. Les deux hélices sont donc complémentaires l'une de l'autre, au sens des paires de Watson-Crick. Il est important de noter qu'il n'y a aucune autre restriction sur la séquence des bases des hélices. La réaction qui consiste à séparer les deux hélices l'une de l'autre s'appelle la dénaturation. La réaction contraire, qui consiste à appairer deux brins complémentaires s'appelle l'*hybridation* (figure 3.6). Cette réaction d'hybridation est, en principe, extrêmement discriminante. En effet, elle ne pourra avoir lieu que si l'on met en présence deux brins rigoureusement complémentaires.

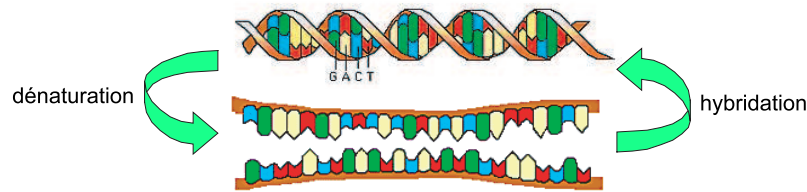


FIG. 3.6: Réactions d'hybridation et de dénaturation de l'ADN.

C'est le principe de fonctionnement des puces à ADN (ou biopuces) : pour détecter la présence d'une séquence, on cherchera à détecter la réaction d'hybridation en présence de la séquence complémentaire. Dans la suite, on appellera *sonde* une séquence d'ADN connue, qui jouera ce rôle de négatif de la séquence recherchée (la séquence *cible*).

L'utilisation de surfaces fonctionnalisées comme récepteurs de molécules spécifiques

Plusieurs dispositifs sont disponibles commercialement pour détecter l'hybridation d'une séquence cible, modifiée à l'aide d'un marqueur fluorescent, avec une séquence sonde. Leurs performances semblent mal contrôlées [7], et plusieurs voies sont explorées pour permettre la détection de cette hybridation sans marquage, c'est-à-dire sans modification préalable de la séquence cible. Parmi elles, l'utilisation de capteurs micromécaniques, démontrée initialement par Fritz *et al.* [11], semble prometteuse. La surface d'un levier est fonctionnalisée à l'aide de séquences sondes modifiées avec un groupement thiol. Ces séquences sondes vont donc s'adsorber à la surface, métallique, du microlevier, pour former un film. En présence de la séquence cible, la déformation du levier est mesurée par la

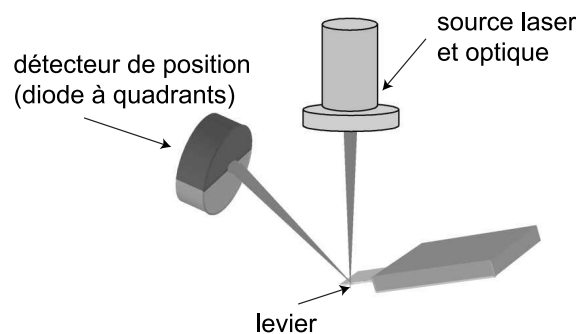


FIG. 3.7: Méthode de détection des déformations de la poutre (adapté de [83]).

méthode du « levier optique », illustrée sur la figure 3.7. Le faisceau émis par une diode laser est focalisé à l'extrémité du levier. Le faisceau réfléchi éclaire une diode à quadrants. Par différence entre les courants générés par les différents quadrants, on peut détecter un léger déplacement du rayon réfléchi. De cette manière, Fritz *et al.* [11] ont suivi les déplacements de leviers fonctionnalisés avec des séquences différentes. Les déplacements différentiels rapportés sont de l'ordre de 10 nm à l'extrémité d'un levier de nitrure de silicium de $500 \times 100 \times 1$ micromètres. L'origine physique des effets mécaniques observés

était attribuée conjointement aux interactions électrostatiques entre chaînes d'ADN et à l'encombrement stérique de la molécule. En effet, l'observation de la structure d'un brin simple (figure 3.5) montre que chaque groupe phosphate porte une charge négative, de sorte que la chaîne porte une charge négative par base. Dans les deux cas, la répulsion entre les molécules adsorbées tend à courber le levier vers le bas, si la face supérieure du levier est fonctionnalisée.

En utilisant une solution de sel divalent, Wu *et al.* [110] ont proposé de prendre en compte l'entropie de configuration des chaînes. En effet, la longueur de persistance de l'ADN est alors de l'ordre de quelques bases, et le confinement des brins peut provoquer une modification importante de l'entropie de chaque molécule. Ils montrent alors que l'on peut changer le sens de l'effet mécanique, en se plaçant dans des conditions qui rendent ce terme entropique prépondérant (en utilisant des sels multivalents et en faisant travailler les interactions électrostatiques). Hansen *et al.* [111] ont alors montré que dans les mêmes conditions (sel divalent) la mise en présence de chaînes non rigoureusement complémentaires (une ou deux erreurs dans une séquence de 20 à 25 bases) produit une flexion vers le bas, alors que l'hybridation avec une chaîne complémentaire fait fléchir le levier vers le haut.

En s'appuyant sur les travaux de Leikin *et al.* [113], Hagan *et al.* [112] ont montré que dans les exemples précédents, les forces d'origine électrostatique ou entropique sont négligeables devant les forces dues à l'interaction entre les couches d'hydratation qui entourent les molécules d'ADN.

A l'opposé, McKendry *et al.* [114] opèrent dans une solution de sel monovalent, et montrent que la thermodynamique de l'adsorption n'est pas affectée par des interactions à longue distance. Ils suggèrent donc que les interactions électrostatiques ne jouent qu'un rôle mineur, alors que Liu *et al.* [115] montrent qu'elles peuvent expliquer à elles seules les effets observés dans les équipes qui utilisent des sels monovalents. Malgré toutes ces difficultés pour établir l'origine des effets mécaniques observés, l'utilisation d'objets micromécaniques fonctionnalisés semble très prometteuse. Dans le domaine de la biologie, elle a permis, outre la détection de l'hybridation d'ADN, de détecter la formation de liaisons entre protéines [116]. Ainsi, la compréhension des phénomènes qui ont lieu à la surface des micro-objets revêt un intérêt particulier.

On se propose, dans ce chapitre, de présenter un ensemble de résultats expérimentaux, obtenus en milieu aqueux en faisant jouer divers phénomènes de couplage susceptibles d'intervenir lors de l'hybridation de séquences d'ADN greffées sur une surface métallique. Pour représenter les échanges entre les différentes formes d'énergie mises en jeu, on propose, pour chacun de ces phénomènes, une modélisation thermodynamique des expériences réalisées. Afin de décrire les effets mécaniques observés lors de l'adsorption et de l'hybridation d'ADN, des expériences sollicitant individuellement chaque couplage sont présentées et analysées, avant de présenter les résultats obtenus avec l'ADN.

2 Couplage thermo-élastique

On a déjà beaucoup insisté sur ce qui fait la spécificité des micro-objets : leur rapport surface/volume très élevé. Ainsi, l'échange de chaleur avec le milieu extérieur est aisé, et il est raisonnable de considérer nos objets sous condition isotherme. La figure

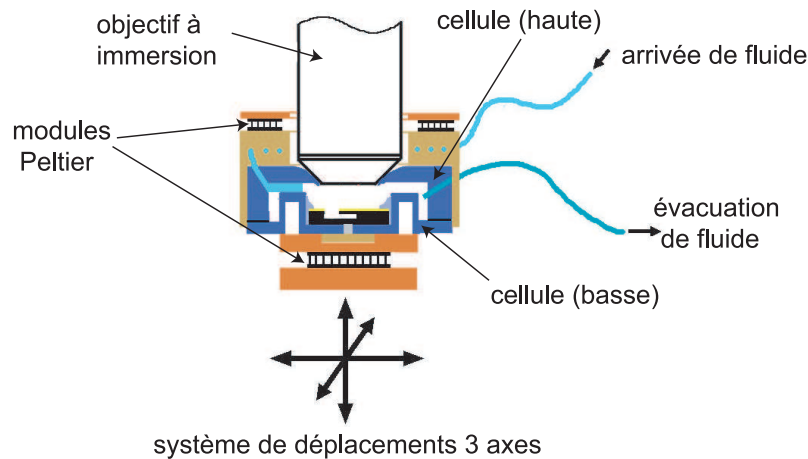


FIG. 3.8: Schéma de la cellule réalisée.

3.8 présente un schéma de la cellule réalisée pour assurer cette condition isotherme. La cellule a proprement parler est constituée de deux parties en polymère (PDMS : PolyDi-MethylSiloxane), choisi pour son comportement chimique neutre et son hydrophobie. La partie inférieure porte l'échantillon, qui est collé à l'aide d'une résine époxyde chargée de particules métalliques sur un support en laiton. Cette pièce en laiton est en contact avec une face d'un module à effet Peltier et une thermistance. Un dispositif d'asservissement permet d'imposer la température choisie par l'utilisateur. La partie supérieure est munie d'une ouverture destinée à recevoir l'extrémité d'un objectif à immersion. Le contact entre la partie supérieure et l'objectif permet d'assurer l'étanchéité. Cette partie en polymère est affinée pour recevoir une pièce en laiton, équipée d'une thermistance et de plusieurs modules à effet Peltier. La température de cette pièce en laiton est également asservie. Elle est percée afin de permettre le passage du tuyau d'arrivée de liquide, mettant ainsi le fluide rentrant dans la cellule à température avant qu'il soit injecté dans la chambre. Enfin, un tuyau de sortie permet l'évacuation du liquide.

Du fait de la condition « naturellement » isotherme, ce couplage thermo-élastique, contrairement aux suivants, n'est pas, a priori, prépondérant dans les phénomènes observés. Néanmoins, on souhaite mettre en place sur ce cas simple les outils et la démarche qui seront appliqués sur les cas plus complexes. Après une description de la modélisation du chargement qui va être utilisée, on propose le calcul et une partition de l'énergie libre du levier.

2.1 Modélisation du chargement

2.1.1 Formule de Stoney

Dans les travaux relatant des effets mécaniques dus à l'hybridation d'ADN, le couplage mécanique est traité à l'aide de la relation de Stoney [117]. Dans les articles cités au paragraphe 1.2.3, celle-ci relie la « tension de surface » agissant sur la face supérieure à la courbure mesurée de la poutre. Il est assez difficile d'avoir un regard critique sur l'utilisation de cette formule. La première raison est que l'article original ne fait jamais apparaître explicitement une « tension de surface », dont la définition est d'ailleurs problématique lorsque l'on traite d'une interface solide-liquide. La seconde raison est qu'elle apparaît sous des formes variées, mais en citant toujours le même article original ! Quoiqu'il en soit, Stoney, intéressé par l'estimation des contraintes résiduelles présentes dans des films électrodéposés, se place dans le cadre de la théorie des poutres, et mesure la déformation par la seule courbure de la poutre composite. Son calcul suppose que, partant de l'état

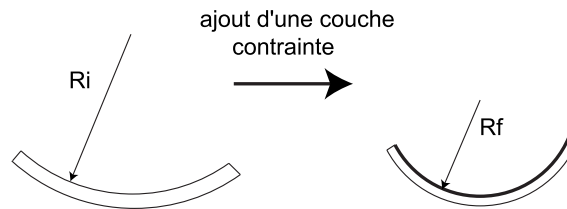


FIG. 3.9: Etats initial et final pour le calcul de Stoney.

initial caractérisé par le rayon de courbure R_i , on obtient l'état final, caractérisé par un rayon de courbure R_f , en ajoutant une couche, de raideur identique au substrat, soumise à une contrainte donnée (figure 3.9). Pour ce faire, quatre hypothèses sont faites :

- la raideur de la couche ajoutée est identique à celle du substrat ;
- l'effet de la couche ajoutée sur le comportement mécanique de la poutre est négligeable ;
- les matériaux considérés sont homogènes ;
- la cinématique est entièrement décrite par une courbure.

Stoney [117] obtient alors, en écrivant l'équilibre d'une section droite, la relation

$$\frac{1}{R_i - R_f} = \frac{6\sigma_f t}{Ed^2} \quad (3.5)$$

où σ_f est la contrainte dans le film d'épaisseur t , E le module d'Young du substrat comme du film, et d l'épaisseur du substrat. Cette relation, simple, a été et est encore largement utilisée en électrochimie ou dans le domaine de la micro-électronique pour les films électrodéposés. Les deux premières hypothèses ont été largement discutées dans ces communautés, notamment en reprenant les expressions obtenues par Timoshenko [118] amenant à certaines corrections sur la relation contrainte-courbure [119] [120] [121].

2.1.2 Analyse asymptotique

Parallèlement au développement d'équations dérivées du travail de Stoney, plusieurs communautés se sont intéressées à la mécanique de poutres multi-couches :

- Les fabricants de composants micro-électroniques ont développé un ensemble de solutions analytiques approchées pour des structures multi-couches soumises à une variation de température. Leur problème consiste à se donner des outils simples pour concevoir l'encapsulation de composants qui peuvent être soumis à des élévations de température importantes en fonctionnement. Le compromis consiste dans ce cadre à garder des solutions analytiques décrivant raisonnablement les contraintes aux interfaces, le mode de ruine prépondérant étant le délaminage des couches. Les travaux les plus représentatifs dans ce cadre sont ceux de Chen *et al.* [122] et Suhir [123] [124].
- La mécanique théorique a tenté de fournir un cadre mathématique rigoureux pour le traitement d'un élément de surface en mécanique des milieux continus. On retient les travaux de Gurtin et Murdoch [125] [126]. A notre connaissance, ces travaux n'ont pas débouché sur une mise en œuvre pratique.
- Avec le développement de matériaux composites, la mécanique des matériaux s'est intéressée au rôle d'un joint de colle entre deux structures, et au transfert de charge qui s'y opère par cisaillement. Ces problèmes sont connus sous le nom générique de « shear-lag », et font suite aux travaux de Volkersen [127] notamment. Face à la même classe de problèmes, une approche efficace pour prendre en compte le comportement, éventuellement complexe, du matériau à l'interface dérive de l'analyse asymptotique initiée par les travaux de Goland et Reissner [128], et fait toujours l'objet de développements [129].

Dans notre cas, le rapport entre l'épaisseur de la couche d'or et l'épaisseur de la couche de silice vaut 6×10^{-2} (voir annexe I). On propose donc d'étudier le cas d'une poutre composite à deux phases, dont une phase est très fine devant l'autre. On cherche, pour ce cas, une représentation simple des effets mécaniques induits par une dilatation différentielle des deux phases.

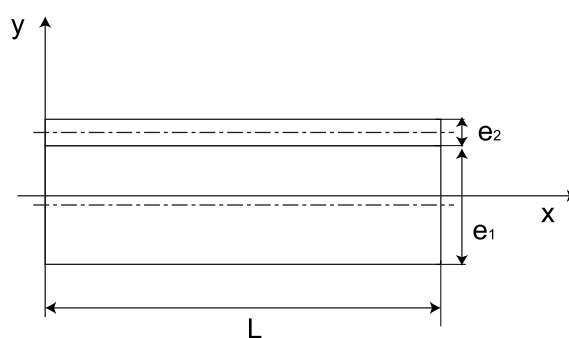


FIG. 3.10: Description du modèle de poutre composite.

On traite le cas d'une poutre composite de longueur L et de largeur b , semblable à celle décrite sur la figure 3.10. La phase 1, d'épaisseur e_1 et de module d'Young E_1 , est soumise à une déformation libre d'origine thermique ε_{L1} . De la même manière, la phase 2, d'épaisseur e_2 et de module d'Young E_2 , est soumise à une déformation libre d'origine thermique ε_{L2} . Si σ_1 est le tenseur des contraintes de Cauchy dans la phase 1, on représente les contraintes à l'interface à l'aide des deux champs scalaires $p(x)$ (pression) et $\tau(x)$ (cisaillement), représentant la contrainte exercée par la couche 2 sur la couche 1

$$\sigma_1 \mathbf{y} = \tau(x) \mathbf{x} + p(x) \mathbf{y} \quad (3.6)$$

2.2 Calcul de l'énergie stockée

2.2.1 Définition

On suppose ici que la partition des déformations ε en partie élastique ε_e et partie inélastique ε_i sous forme additive est valable

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_i \quad (3.7)$$

Dans cette partie, la déformation inélastique ε_i rend compte de la dilatation des matériaux, avec $\varepsilon_i = \alpha \Delta T$. On suppose le comportement des matériaux élastique linéaire, de sorte que

$$\sigma = C \varepsilon_e + \sigma_{ini} \quad (3.8)$$

σ_{ini} est le champ de contraintes initiale, auto-équilibré à l'échelle de l'élément de volume représentatif. σ est le tenseur des contraintes de Cauchy, C le tenseur d'élasticité. On peut représenter l'état de notre système, au choix, par sa densité d'énergie libre (énergie de Helmholtz) $\mathcal{F}(\varepsilon_e, T)$ ou par sa densité d'enthalpie libre (de Gibbs) $\mathcal{G}(\sigma, T)$. Ces deux fonctions sont la transformée partielle de Legendre-Fenchel l'une de l'autre, par rapport au couple de variables duales (σ, ε) . Elles vérifient donc

$$\mathcal{F}(\varepsilon_e, T) + \mathcal{G}(\sigma, T) = \sigma : \varepsilon \quad (3.9)$$

Sous ces conditions, on peut montrer [130] que les énergies se décomposent

$$\mathcal{F}(\varepsilon, T) = \mathcal{F}_e(\varepsilon_e, T) + \mathcal{F}_i(\varepsilon_e, T) \quad (3.10)$$

$$\mathcal{G}(\sigma, T) = \mathcal{G}_e(\sigma, T) + \mathcal{G}_i(\sigma, T) \quad (3.11)$$

Les premiers termes sont dus au chargement extérieur, alors que les seconds traduisent l'effet du champ de déformation inélastique ε_i . On appelle $\mathcal{F}_i$ la densité d'énergie libre stockée et $\mathcal{G}_i$ la densité d'enthalpie libre stockée. Ce paragraphe se donne pour objectif de calculer ce terme d'énergie stockée dans le cas d'une poutre bicouche dont une épaisseur est faible devant l'autre.

2.2.2 Application à une poutre bicouche

Interaction entre phases On traite ici le cas d'une poutre à deux phases, dont chacune des phases est homogène. On peut montrer (annexe J) que les développements sont identiques dans le cas où la phase 1 est elle-même composite et où les phénomènes de flexion et tension ne sont pas découplés. En reprenant l'approche proposée par Suhir [124], l'équilibre de chacune des phases donne

$$\frac{dN_1}{dx} + \tau b = 0 \quad (3.12)$$

$$\frac{dT_1}{dx} + pb = 0 \quad (3.13)$$

$$\frac{dM_1}{dx} + T_1 - \tau b \frac{e_1}{2} = 0 \quad (3.14)$$

pour la phase 1 et

$$\frac{dN_2}{dx} - \tau b = 0 \quad (3.15)$$

$$\frac{dT_2}{dx} - pb = 0 \quad (3.16)$$

$$\frac{dM_2}{dx} + T_2 - \tau b \frac{e_2}{2} = 0 \quad (3.17)$$

pour la phase 2. N_i représente l'effort normal dans la phase i , T_i l'effort tranchant et M_i le moment de flexion. On admet le découplage flexion-tension, de sorte que les lois de comportement en flexion s'écrivent

$$M_1 = E_1 I_1 \frac{d^2 v_1}{dx^2} \quad (3.18)$$

$$M_2 = E_2 I_2 \frac{d^2 v_2}{dx^2} \quad (3.19)$$

où I_i représente le moment quadratique de flexion de la phase i au centre géométrique de la section de la phase i . En rapprochant les équations (3.14), (3.13), (3.17), (3.16) et les lois de comportement, on obtient

$$pb = E_1 I_1 \frac{d^4 v_1}{dx^4} - \frac{d\tau}{dx} b \frac{e_1}{2} = -E_2 I_2 \frac{d^4 v_2}{dx^4} + \frac{d\tau}{dx} b \frac{e_2}{2} \quad (3.20)$$

On fait l'hypothèse que p est proportionnel au saut de déplacement hors-plan à l'interface

$$v_2 - v_1 = Sp \quad (3.21)$$

où S représente la souplesse de l'interface. En injectant cette relation dans (3.20), on obtient

$$\frac{d^4 v_1}{dx^4} = \frac{1}{E_1 I_1 + E_2 I_2} \left[b \frac{d\tau}{dx} \frac{e_1 + e_2}{2} - E_2 I_2 S \frac{d^4 p}{dx^4} \right] \quad (3.22)$$

$$\frac{d^4 v_2}{dx^4} = \frac{1}{E_1 I_1 + E_2 I_2} \left[b \frac{d\tau}{dx} \frac{e_1 + e_2}{2} + E_1 I_1 S \frac{d^4 p}{dx^4} \right] \quad (3.23)$$

On en déduit l'équation différentielle

$$\frac{d^4 p}{dx^4} + 4a^4 p = 4\mu a^4 \frac{d\tau}{dx} \quad (3.24)$$

avec

$$a^4 = \frac{b}{4S} \frac{E_1 I_1 + E_2 I_2}{E_1 I_1 E_2 I_2} \quad (3.25)$$

$$\mu = \frac{E_1 I_1 e_2 - E_2 I_2 e_1}{2(E_1 I_1 + E_2 I_2)} \quad (3.26)$$

On définit alors le paramètre géométrique

$$\xi = \frac{e_2}{e_1} \quad (3.27)$$

On a la relation

$$\xi^3 = \frac{I_2}{I_1} \quad (3.28)$$

et, formellement, on peut décomposer S

$$S = \sum_{k=0}^{\infty} \xi^k S_k \quad (3.29)$$

On cherche les champs τ et p solutions sous la forme d'un développement asymptotique par rapport au paramètre ξ [131]

$$p = \sum_{k=0}^{\infty} \xi^k p_k \quad (3.30)$$

$$\tau = \sum_{k=0}^{\infty} \xi^k \tau_k \quad (3.31)$$

L'équation (3.24) se réécrit comme un développement sur les puissances de ξ

$$\begin{aligned} & \frac{bp_0}{I_1 S_0 E_2} \xi^{-3} \\ + & \left(p_1 - \frac{S_1}{S_0} p_0 - \frac{e_1}{2} \frac{d\tau_0}{dx} \right) \xi^{-2} \\ + & \left(p_2 - \frac{S_1}{S_0} p_1 + p_0 \left(\frac{S_1^2}{S_0^2} - \frac{S_2}{S_0} \right) + \frac{e_1}{2} \left(\frac{S_1}{S_0} \frac{d\tau_0}{dx} - \frac{d\tau_1}{dx} \right) \right) \xi^{-1} \\ + & \dots = 0 \end{aligned} \quad (3.32)$$

Par ailleurs, la compatibilité cinématique à l'interface s'écrit

$$u_1(x) = u_2(x) \quad (3.33)$$

avec

$$u_1(x) = \varepsilon_{L1}x + \int_0^x \frac{N_1(\eta)}{be_1E_1} d\eta - \frac{e_1}{2} \frac{dv_1}{dx} \quad (3.34)$$

$$u_2(x) = \varepsilon_{L2}x + \int_0^x \frac{N_2(\eta)}{be_2E_2} d\eta + \frac{e_2}{2} \frac{dv_2}{dx} \quad (3.35)$$

En dérivant trois fois l'équation de compatibilité (3.33), et en rapprochant des équations (3.22) on obtient

$$-\frac{d\tau}{dx} \left(\frac{1}{e_1E_1} + \frac{1}{e_2E_2} + b \frac{(e_1 + e_2)^2}{4(E_1I_1 + E_2I_2)} \right) = \frac{S}{2(E_1I_1 + E_2I_2)} (E_1I_1e_2 - E_2I_2e_1) \frac{d^4p}{dx^4} \quad (3.36)$$

Cette dernière équation se réécrit également comme un développement sur les puissances de ξ

$$\begin{aligned} & \frac{d\tau_0}{dx} \xi^{-1} \\ + & \left(\frac{1}{e_1E_2} \frac{d\tau_1}{dx} + \left(\frac{1}{e_1E_1} + \frac{be_1^2}{4E_1I_1} \right) \frac{d\tau_0}{dx} \right) \\ + & \left(\frac{1}{e_1E_2} \frac{d\tau_2}{dx} + \left(\frac{1}{e_1E_1} + \frac{be_1^2}{4E_1I_1} \right) \frac{d\tau_1}{dx} + \frac{be_1^2}{2E_1I_1} \frac{d\tau_0}{dx} + \frac{S_0e_1}{2} \frac{d^4p_0}{dx^4} \right) \xi \\ + & \dots = 0 \end{aligned} \quad (3.37)$$

Si on cherche une solution à l'ordre 2, le rapprochement des équations (3.32) et (3.37) donne

$$\frac{d\tau_0}{dx} = 0 \quad (3.38)$$

$$\frac{d\tau_1}{dx} = 0 \quad (3.39)$$

$$\frac{d\tau_2}{dx} = 0 \quad (3.40)$$

et

$$p_0 = 0 \quad (3.41)$$

$$p_1 = 0 \quad (3.42)$$

$$p_2 = 0 \quad (3.43)$$

L'intégration des équations d'équilibre fournit alors

$$N_1(x) = -b\tau(x-L) \quad (3.44)$$

$$N_2(x) = b\tau(x-L) \quad (3.45)$$

$$T_1(x) = 0 \quad (3.46)$$

$$T_2(x) = 0 \quad (3.47)$$

$$M_1(x) = b\tau \frac{e_1}{2}(x-L) \quad (3.48)$$

$$M_2(x) = b\tau \frac{e_2}{2}(x-L) \quad (3.49)$$

On peut donc représenter la condition d'assemblage des deux couches par un cisaillement τ homogène le long de l'interface. Il n'est plus possible de vérifier exactement la condition d'interface. On résoud alors le problème au mieux, en utilisant les théorèmes (2.21) présentés au chapitre 2.

Calcul par l'énergie complémentaire L'énergie complémentaire de l'élément de poutre s'écrit néanmoins comme la somme des énergies complémentaires de chacune de ses phases. Ces dernières sont calculées en utilisant la définition (2.19)

$$\begin{aligned} \forall \tau^* \\ \Delta_\sigma(\tau^*) &= \Delta_{\sigma 1}(\tau^*) + \Delta_{\sigma 2}(\tau^*) \\ &= -L^3 \tau^{*2} \left[\frac{b^2}{24} \left(\frac{e_1^2}{I_1 E_1} + \frac{e_2^2}{I_2 E_2} \right) + \frac{b}{6} \left(\frac{1}{e_1 E_1} + \frac{1}{e_2 E_2} \right) \right] \\ &\quad + (\varepsilon_{L2} - \varepsilon_{L1}) b \frac{L^2}{2} \tau^* \end{aligned} \quad (3.50)$$

La minimisation de cette énergie complémentaire par rapport au champ test τ^* donne la solution en contrainte τ_{sol} du problème

$$\tau_{sol} = \frac{6(\varepsilon_{L2} - \varepsilon_{L1})}{L} \frac{e_1 I_1 E_1 e_2 I_2 E_2}{4 I_1 I_2 (e_1 E_1 + e_2 E_2) + b e_1 e_2 (I_2 E_2 e_1^2 + I_1 E_1 e_2^2)} \quad (3.51)$$

Au premier ordre en ξ , on a

$$\tau_{sol} \simeq \frac{6(\varepsilon_{L2} - \varepsilon_{L1})}{L} \frac{I_1}{4 I_1 + b e_1^3} e_1 \xi E_2 \quad (3.52)$$

et l'énergie complémentaire associée à la solution s'écrit

$$\Delta_\sigma(\tau_{sol}) = \frac{3bL(\varepsilon_{L2} - \varepsilon_{L1})^2}{2} \frac{e_1 I_1 E_1 e_2 I_2 E_2}{4 I_1 I_2 (e_1 E_1 + e_2 E_2) + b e_1 e_2 (I_2 E_2 e_1^2 + I_1 E_1 e_2^2)} \quad (3.53)$$

Soit, au premier ordre,

$$\Delta_\sigma(\tau_{sol}) \simeq \frac{3bL(\varepsilon_{L2} - \varepsilon_{L1})^2}{2} \frac{I_1}{4 I_1 + b e_1^3} e_1 \xi E_2 \quad (3.54)$$

Calcul par l'énergie potentielle Une approche duale de la précédente consiste à résoudre ce même problème en déplacements. On suppose que ces champs de déplacements dérivent de la représentation de l'interaction entre phases par un champ de cisaillement homogène. Par conséquent, la partie élastique de la déformation longitudinale et le taux de rotation des champs virtuels sont reliés, dans chaque phase, par les relations

$$\frac{du_1^{e*}}{dx} = -\frac{2I_1}{be_1^2} \frac{d^2v_1^*}{dx^2} \quad (3.55)$$

$$\frac{du_2^{e*}}{dx} = \frac{2I_2}{be_2^2} \frac{d^2v_2^*}{dx^2} \quad (3.56)$$

On cherche une solution pour laquelle la continuité du déplacement vertical est vérifiée. Les taux de rotation sont une fonction affine de la coordonnée

$$\frac{d^2v_1^*}{dx^2} = \frac{d^2v_2^*}{dx^2} = r(x - L) \quad (3.57)$$

On impose également la relation entre les taux de rotation virtuels et le saut de déformation libre virtuel

$$r = -3\sqrt{\frac{\xi E_2}{E_1}} \frac{e_1^2 b}{(4I_1 + be_1^3)L} \Delta\epsilon_L^* = \alpha \quad (3.58)$$

L'ensemble des champs de déplacements est alors paramétré par le saut de déformation virtuel $\Delta\epsilon_L^*$. En utilisant la définition (2.19), l'énergie potentielle de la structure se réécrit

$$\begin{aligned} \forall \Delta\epsilon_L^* \\ \Delta_u(\Delta\epsilon_L^*) &= \Delta_{u1}(\Delta\epsilon_L^*) + \Delta_{u2}(\Delta\epsilon_L^*) \\ &= \frac{1}{2} bL \Delta\epsilon_L^{*2} \xi \frac{(3e_1^4 E_2 I_1 e_2^3 E_1 + 3e_1^4 E_2^2 I_2 e_2^3) b + 12e_1^4 E_2^2 I_2^2 + 12e_1 E_2 I_1^2 e_2^3 E_1}{e_2^3 E_1 (4I_1 + be_1^3)^2} \\ &\quad + \frac{1}{2} bL^2 \tau \Delta\epsilon_L^* \frac{E_1}{(e_2^3 E_1 (4I_1 + be_1^3)^2)} \\ &\quad \times \left[\left(\sqrt{\xi \frac{E_2}{E_1}} (e_2^3 e_1^6 + e_2^4 e_1^5) + e_2^3 e_1^6 \right) b^2 \right. \\ &\quad + \left(\sqrt{\xi \frac{E_2}{E_1}} (8e_2^3 I_1 e_1^3 + 4e_2 I_2 e_1^5 + 4e_2^4 e_1^2 I_1) + 8I_1 e_2^3 e_1^3 \right) b \\ &\quad \left. + \left(\sqrt{\xi \frac{E_2}{E_1}} (16e_2^3 I_1^2 + 16e_2 I_2 e_1^2 I_1) + 16I_1^2 e_2^3 \right) \right] \end{aligned} \quad (3.59)$$

La minimisation de l'énergie potentielle (3.59) donne le champ $\Delta\epsilon_L$ solution

$$\Delta\epsilon_{L,sol} = \frac{1}{8} \tau L \frac{(8\alpha e_2^2 I_1 + 2\alpha be_1^3 e_2^2 + 8\alpha I_2 e_1^2 + 2\alpha be_1^2 e_2^3 - 12e_2^2 I_1 - 3be_1^3 e_2^2) e_2 (4I_1 + be_1^3)}{e_1 \alpha^2 (4I_1^2 E_1 e_2^3 + I_1 E_1 e_2^3 be_1^3 + 4I_2^2 e_1^3 E_2 + I_2 e_1^3 E_2 be_2^3)} \quad (3.60)$$

avec

$$\alpha = -\frac{3}{2} \sqrt{\xi \frac{E_2}{E_1}} \quad (3.61)$$

L'énergie potentielle associée à la solution s'écrit, en fonction du saut de déformation libre

$$\Delta_u(\Delta \epsilon_{L,sol}) = -\frac{1}{96} b L^3 \tau^2 \frac{(8\alpha e_2^2 I_1 + 2\alpha b e_1^3 e_2^2 + 8\alpha I_2 e_1^2 + 2\alpha b e_1^2 e_2^3 - 12e_2^2 I_1 - 3b e_1^3 e_2^2)^2}{e_1 e_2 (4I_1^2 E_1 e_2^3 + I_1 E_1 e_2^3 b e_1^3 + 4I_2^2 e_1^3 E_2 + I_2 e_1^3 E_2 b e_2^3) \alpha^2} \quad (3.62)$$

On vérifie bien que l'erreur en relation de comportement associée aux deux approches proposées vérifie

$$\Delta_\sigma(\tau_{sol}) + \Delta_u(\Delta \epsilon_{L,sol}) \neq 0 \quad (3.63)$$

ce qui prouve que les énergies calculées ne correspondent pas à la solution exacte. Néanmoins, avec le rapport (3.58), l'erreur en relation de comportement est négligeable au premier ordre en ξ

$$\Delta_u(\Delta \epsilon_{L,sol}) \simeq -\frac{3}{2} \Delta \epsilon_L^2 L b \frac{(4I_1^2 e_1^3 E_1 + I_1 e_1^6 E_1 b) E_2}{e_1^2 E_1 (4I_1 + b e_1^3)^2} \xi \quad (3.64)$$

$$\Delta_\sigma(\tau_{sol}) + \Delta_u(\Delta \epsilon_{L,sol}) \simeq -\frac{3}{2} \frac{E_2^2 e_1 I_1 \Delta \epsilon_L^2 L b}{4I_1 E_1 + e_1^3 E_1 b} \xi^2 \quad (3.65)$$

L'énergie libre de Helmholtz et l'enthalpie libre de Gibbs sont donc égales au premier ordre, et on retient

$$\mathcal{G}(\tau) = \mathcal{F}(\epsilon_{L2} - \epsilon_{L1}) \quad (3.66)$$

$$= \frac{3}{2} b L E_2 e_1 \xi (\epsilon_{L2} - \epsilon_{L1})^2 \frac{I_1}{4I_1 + b e_1^3} \quad (3.67)$$

$$= \mathcal{G}_i(\tau) = \mathcal{F}_i(\epsilon_{L2} - \epsilon_{L1}) \quad (3.68)$$

On note au passage que le chargement peut être décrit par τ comme par le saut de déformation libre $\epsilon_{L2} - \epsilon_{L1}$. On peut alors considérer l'image τ de ce saut de déformation libre comme une action extérieure au système dans le calcul d'une énergie potentielle semblable à celle utilisée au chapitre 2 pour la procédure d'identification.

2.3 Application à des résultats expérimentaux

On a imposé, pour cette expérience, le cycle de température présenté sur la figure 3.11. On attend la stabilisation de l'asservissement pour acquérir une image de phase. On a utilisé le dispositif interférométrique de type Nomarski présenté au chapitre 1, avec l'objectif à immersion d'ouverture numérique 0.3 qui a servi à l'étalonnage présenté sur la figure 1.20.

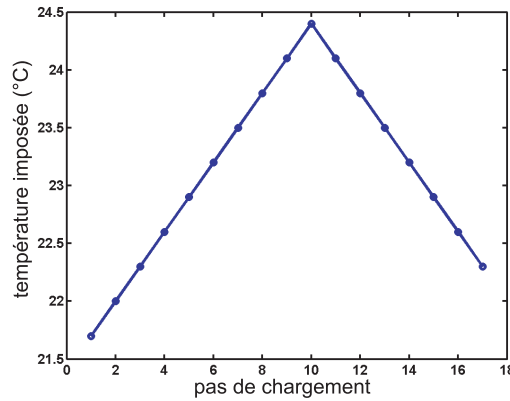
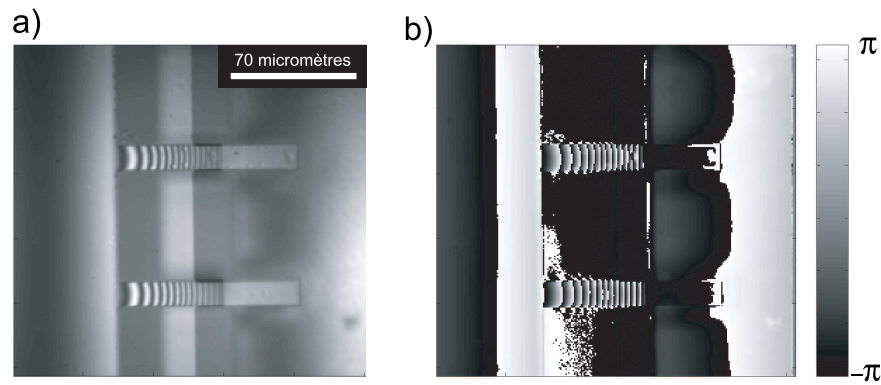


FIG. 3.11: Cycle de température imposé.

FIG. 3.12: Figure d'interférences (a) et phase (b) obtenues expérimentalement avec un levier SiO_2 / Au dans l'eau.

2.3.1 Champs mesurés

Champ de phase

Après stabilisation en milieu aqueux, les leviers utilisés sont très courbés, et la carte de phase obtenue comporte un grand nombre de franges d'interférences. On vérifie, en utilisant la profondeur de champ de l'objectif, que ces leviers sont courbés vers le bas, et que la flèche est de l'ordre de 5 micromètres. La figure 3.12 présente la figure d'interférences et la carte de phase obtenues en observant deux leviers SiO_2 / Au stabilisés en milieux aqueux. Sur la longueur du levier, on peut observer une dizaine de franges, et leur résolution devient délicate à l'extrémité du levier.

La figure 3.13 représente l'ensemble des champs de phase mesurés au cours du cycle de température décrit sur la figure 3.11. Dans ce graphe, chaque ligne est obtenue comme la moyenne de la variation de phase sur la largeur du levier. En abscisse est portée la distance à l'encastrement du levier, en micromètres. Le pas de chargement, décrit sur la

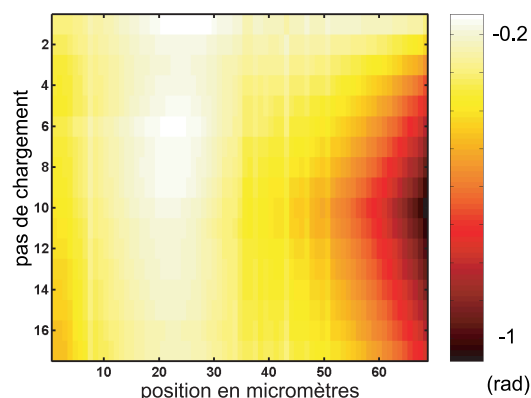


FIG. 3.13: Evolution du champ de phase obtenue en faisant varier la température de la solution.

figure 3.11, est reporté en ordonnée.

Champ de déplacement En prenant en compte le fait que l'évolution de la phase pro-

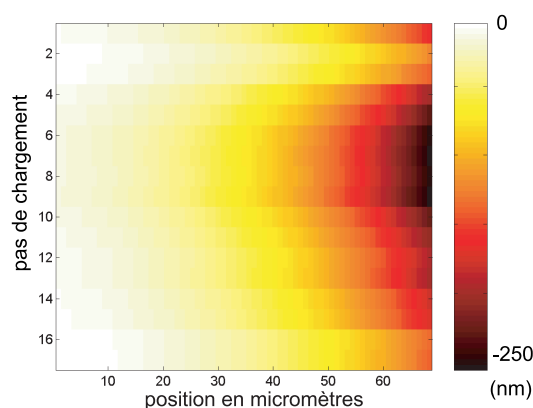


FIG. 3.14: Champ de déplacement obtenu en faisant varier la température de la solution.

vient de deux effets distincts, c'est-à-dire la variation d'altitude (voir paragraphe 2.2.1 du chapitre 1) d'une part, et la variation de l'orientation de la normale à la surface (voir paragraphe 2.2.3 du chapitre 1) d'autre part, on obtient les champs de déplacement présentés sur la figure 3.14 (voir paragraphe 4 du chapitre 1 : les champs de déplacement sont obtenus en cherchant leur projection sur une base de champs cubiques par morceaux). Les abscisses et ordonnées sont identiques à celles de la figure 3.13. Quand la température augmente, l'extrémité du levier descend, conformément à l'effet attendu en supposant que c'est l'effet bilame qui gouverne la déformation du microlevier.

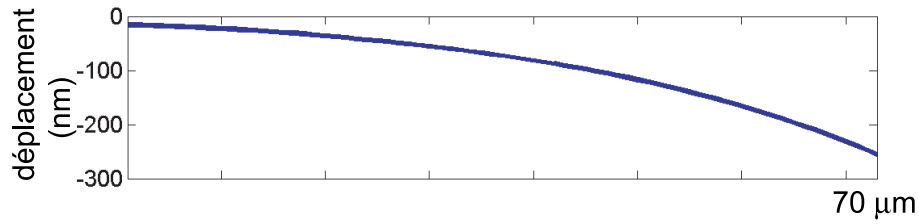


FIG. 3.15: Exemple de champ de déplacement obtenu pour $\Delta T = 2,7^\circ\text{C}$.

2.3.2 Identification des contrastes de raideur et de chargement

La figure 3.15 présente un exemple de champ de déplacement obtenu pendant le cycle décrit. Il peut être utilisé dans une procédure d'identification identique à celle décrite au chapitre 2, avec une discrétisation à deux éléments. Pour limiter les erreurs de modélisation liées à l'hétérogénéité des rigidités de flexion, on suppose une variation linéaire des propriétés élastiques le long de la poutre, et on représente le chargement par deux cisaillements équivalents homogènes par élément. Le nombre de paramètres à identifier est donc identique au cas traité au chapitre 2. Pour tous les pas de chargement,

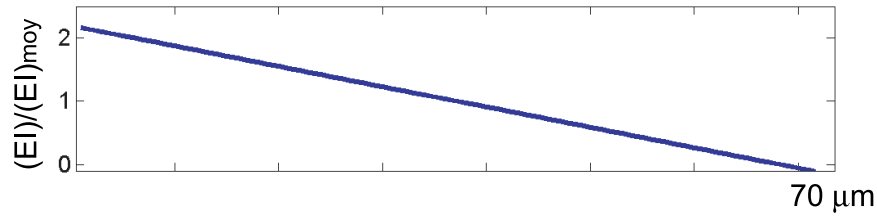


FIG. 3.16: Exemple de contraste élastique obtenu pour $\Delta T = 2,7^\circ\text{C}$.

l'indicateur d'erreur w_r défini au chapitre 2 est de l'ordre de 10^{-2} , ce qui démontre la bonne qualité de l'identification. La figure 3.16 présente le contraste de raideur obtenu pour $\Delta T = 2,7^\circ\text{C}$. Celui-ci est décroissant quand on s'approche de l'extrémité du levier, ce qui est compatible avec les observations faites au paragraphe 4.2 du chapitre 2. Par

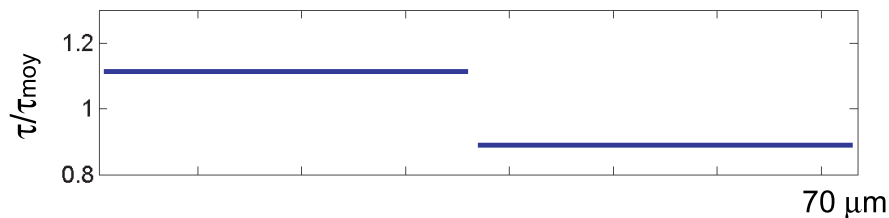


FIG. 3.17: Exemple de champ de cisaillement équivalent obtenu pour $\Delta T = 2,7^\circ\text{C}$.

ailleurs, le champ de cisaillements identifié (voir figure 3.17) est légèrement hétérogène. Une origine possible de cette hétérogénéité est la présence de courants de convection dans

la cellule, qui modifieraient les conditions d'échange entre le levier et la solution près de l'extrémité du levier.

2.3.3 Loi d'évolution

On effectue, malgré cette hétérogénéité (faible mais significative), une moyenne (spatiale) sur les cisaillements identifiés à chaque pas de chargement.

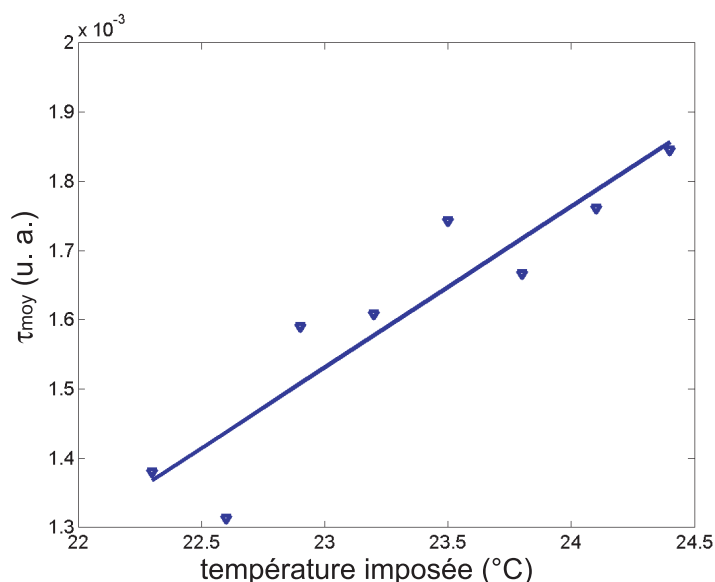


FIG. 3.18: Evolution du cisaillement avec la température imposée.

La figure 3.18 présente alors l'évolution du cisaillement moyen en fonction de la température imposée au cours de la descente en température du cycle présenté sur la figure 3.11. On peut alors identifier la loi d'évolution du cisaillement en fonction de la variable d'état (*i.e.*, la température) $\tau(\Delta T)$. On retrouve une relation linéaire, avec néanmoins une dispersion assez importante, due au fait que les leviers utilisés ne sont couverts que de 50 nm d'or, et sont donc peu sensibles à une variation de température. L'ensemble de cette étude du couplage thermo-élastique montre néanmoins comment traiter, du point de vue de la modélisation comme de l'identification, le cas de chargements mécaniques dus à l'accommodation d'un saut de déformation libre à l'interface entre une couche très fine et une poutre déformable. On va mettre en œuvre dans la suite des effets d'adsorption et électrochimiques susceptibles de jouer un rôle important dans l'hybridation d'ADN.

3 Modélisation des effets mécaniques de l'adsorption de molécules neutres

La cellule présentée sur la figure 3.8 est également utilisée pour mesurer des effets mécaniques induits par l'adsorption de molécules d'alcane thiolés. La cellule qui contient les objets est initialement remplie d'une solution aqueuse de KCl de concentration $10^{-2}M$, jusqu'à obtenir une stabilisation mécanique des objets. L'oxygène dissout est éliminé en faisant passer un flux continu d'azote dans la solution. La surface d'or est nettoyée *in situ* par voie électrochimique (voir annexe K). On prépare dans une première étape une solution de décane-thiol ($(CH_3) - (CH_2)_9 - SH$) dans de l'éthanol, à une concentration de $7 \times 10^{-6} M$. On dilue alors cette solution à 1% dans une solution de KCl de concentration $10^{-2}M$. Cette solution de KCl ($10^{-2}M$) contient donc 1% d'éthanol et du décane-thiol à une concentration de $7 \times 10^{-8}M$. 2 mL de cette solution sont introduits dans la cellule, et on observe les déformations d'une poutre au cours du temps.

3.1 Thermodynamique de l'adsorption

3.1.1 Système considéré

On considère le système thermodynamique constitué de la matrice des microleviers (de surface $\sim 1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$), de la solution de KCl / éthanol / décane-thiol, à partir du moment où cette solution est introduite dans la cellule. On traite donc un système fermé, en équilibre avec un thermostat. En outre, la pression dans la cellule est constante. On choisit donc de représenter ce système par son enthalpie libre de Gibbs. On s'intéresse à une petite partie du système, pour laquelle les grandeurs utilisées peuvent être considérées homogènes. On distingue trois phases :

- la phase liquide, de volume V , constituée de la solution de KCl / éthanol / décane-thiol à la pression p . n_L la quantité de décane-thiol présente dans cette phase.
- l'interphase, de surface S contient n_S moles de décane-thiol.
- la phase solide, contenant éventuellement une partie d'un microlevier, déformable, représenté par sa surface susceptible de réagir avec le décane-thiol. Cette surface s'identifie à la surface S de l'interphase.

Un premier jeu de variables d'état, locales, est constitué de la température T , des quantités n_L et n_S , de la pression p et de la surface S . On considère que la seule réaction possible est la réaction d'adsorption du décane-thiol



La quantité d'or est constante dans le système, de sorte que la conservation de la quantité de décane-thiol donne

$$dn_L = -\beta \quad (3.70)$$

$$dn_S = \beta \quad (3.71)$$

où β est le taux d'avancement de la réaction (3.69). Les variables n_L et n_S ne sont pas indépendantes, et on propose d'utiliser l'ensemble de variables d'état constitué de la température T , le taux d'avancement β , la pression p et la surface S . On décrit en particulier l'état initial avec les concentrations n_L^0 , n_S^0 et $\beta = 0$.

3.1.2 Effet mécanique de l'adsorption

Enthalpie libre d'origine chimique L'enthalpie libre $\mathcal{G}$ du système se décompose

$$\mathcal{G} = \mathcal{G}_L + \mathcal{G}_S + \mathcal{G}_m = \mathcal{G}_c + \mathcal{G}_m \quad (3.72)$$

où $\mathcal{G}_L$ est l'enthalpie de la phase liquide, $\mathcal{G}_S$ celle de l'interphase et $\mathcal{G}_m$ celle des microleviers. $\mathcal{G}_c$ est l'ensemble de l'enthalpie libre d'origine chimique. Pour relier l'enthalpie libre de chaque phase aux variables d'état qui la décrivent, on postule une loi d'état pour chacune :

- la phase liquide est une solution idéale, de sorte que

$$\mathcal{G}_L(p, T, n_L) = n_L \left(\mu_L^0(p, T) + RT \log\left(\frac{n_L}{V}\right) \right) \quad (3.73)$$

où $\mu_L^0(p, T)$ est le potentiel chimique de référence à la température T et sous la pression p . R est la constante des gaz parfaits. V est le volume de solution considéré, dont on ne précise pas les limites.

- On considère une relation plus générale *a priori* pour l'interphase

$$\mathcal{G}_S(p, T, n_S, S) = n_S \left(\mu_S^0(p, T) + g(T, n_S, S) \right) \quad (3.74)$$

L'enthalpie libre chimique du système se réécrit, en posant $S = S_0 + dS$

$$\mathcal{G}_c = (n_L^0 - \beta) \left(\mu_L^0(p, T) + RT \log\left(\frac{n_L^0 - \beta}{V}\right) \right) + (n_S^0 + \beta) \left(\mu_S^0(p, T) + g(T, n_S^0 + \beta, S_0 + dS) \right) \quad (3.75)$$

Par conséquent, l'enthalpie libre chimique du système dépend de la surface disponible pour l'adsorption. Au second ordre par rapport à dS

$$\mathcal{G}_c \simeq \mathcal{G}_L + (n_S^0 + \beta) \left[g(T, n_S^0 + \beta, S_0) + \frac{\partial g}{\partial S}(T, n_S^0 + \beta, S_0) dS + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 g}{\partial S^2}(T, n_S^0 + \beta, S_0) dS^2 \right] \quad (3.76)$$

On considère toujours un petit élément de surface, suffisamment petit pour que les champs puissent y être regardés comme homogènes. Si cet élément de surface appartient au substrat, alors on n'attend pas d'effet mécanique. Si par contre on s'intéresse à un élément de surface du levier, alors l'adsorption est susceptible de provoquer un effet mécanique mesurable.

Enthalpie libre d'origine mécanique Pour traiter du couplage entre le comportement mécanique des microleviers et leur environnement, on représente la sensibilité de

l'enthalpie libre du système à la surface d'un élément du microlevier par une couche virtuelle, astreinte à se déformer avec la face supérieure du microlevier. Pour décrire plus avant les effets mécaniques dus à l'adsorption, on remarque que cette couche virtuelle est similaire à la phase 2 de la poutre bicouche traitée au paragraphe 2.2.2. On exhibe alors le sens physique des divers paramètres mécaniques introduits. On s'intéresse à un élément de poutre dont la surface initiale s'écrit

$$S_0 = bL \quad (3.77)$$

Si on suppose que la couche de silice n'est pas affectée par l'adsorption de décane-thiol sur la surface d'or (*i.e.*, $\epsilon_{L1} = 0$), alors la déformation libre ϵ_{L2} correspond à la variation de surface qui serait réalisée si elle pouvait avoir lieu librement. Cette variation de surface est donnée par la minimisation de l'enthalpie libre d'origine chimique $\mathcal{G}_c$ (3.76) par rapport à la variation de surface dS . On obtient

$$dS_{sol} = - \frac{\frac{\partial g}{\partial S}}{\frac{\partial^2 g}{\partial S^2}} \quad (3.78)$$

ce qui est équivalent à une déformation libre

$$\epsilon_{L2} = \frac{dS_{sol}}{bL} = - \frac{1}{S_0} \frac{\frac{\partial g}{\partial S}}{\frac{\partial^2 g}{\partial S^2}} \quad (3.79)$$

Si on contraint, par un quelconque moyen extérieur, la surface à prendre une valeur $dS_{sol} + \delta s$, alors l'enthalpie libre est augmentée de

$$\delta \mathcal{G}_c = \frac{1}{2} \frac{\partial^2 g}{\partial S^2} \delta s^2 \quad (3.80)$$

L'analogue mécanique, pour la couche virtuelle, de cette variation de surface est une variation de déformation

$$\delta \epsilon = \frac{\delta s}{bL} \quad (3.81)$$

qui entraîne une variation d'énergie de déformation, avec les notations du paragraphe 2.2.2

$$\delta E_d = \frac{1}{2} E_2 \delta \epsilon^2 e_1 \xi bL \quad (3.82)$$

Le rapprochement entre les expressions (3.80) et (3.82) donne

$$E_2 e_1 \xi = S_0 \frac{\partial^2 g}{\partial S^2} \quad (3.83)$$

Tout l'effet de l'environnement est donc reporté dans le comportement de la couche virtuelle. Si on admet que l'équilibre mécanique est atteint, le cisaillement τ , homogène en surface de l'élément de poutre, dû au couplage avec son environnement s'écrit

$$\tau = - \frac{6}{L} \frac{I_1}{4I_1 + b e_1^3} \frac{\partial g}{\partial S}(T, n_S^0 + \beta, S_0) \quad (3.84)$$

Contrairement à l'adsorption de molécules sur un substrat rigide où la seule manière de modifier la concentration locale d'adsorbat à la surface est d'ajouter des molécules, on peut, dans le cas d'un substrat déformable, modifier cette concentration en augmentant la surface disponible pour l'adsorption. L'intérêt de cette approche est qu'elle permet de traiter séparément les problèmes chimiques et mécaniques.

3.2 Application à des résultats expérimentaux

3.2.1 Champs mesurés

Champ de phase La figure 3.19 présente le champ de variation de phase associé à

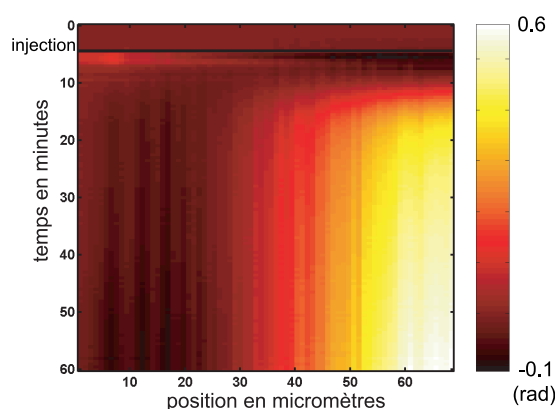


FIG. 3.19: Evolution du champ de phase mesuré au cours de l'adsorption de décane-thiol.

une poutre au cours d'une expérience d'adsorption de décane-thiol. Chaque ligne sur cette figure représente la moyenne de la variation de phase sur la largeur du levier. En abscisse est portée la distance à l'encastrement du levier, en micromètres. Le temps en minutes est reporté en ordonnée. L'instant où la solution de *KCl* / éthanol / décane-thiol est injectée est matérialisé par le trait horizontal. Dès la fin de l'injection, la phase à l'extrémité libre du levier augmente rapidement.

Champ de déplacement Le champ de déplacement est tiré du champ de phase sur la figure 3.19, en prenant en compte le fait que l'évolution de la phase provient de deux effets distincts (altitude et orientation). Il est projeté sur une base de champs de déplacements cubiques (voir annexe E), et le résultat de la projection est tracé sur la figure 3.20.

3.2.2 Identification des contrastes de raideur et de chargement

La figure 3.21 présente un exemple de champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption. Les hypothèses faites pour l'identification sont identiques à celles faites au paragraphe 2.3.2. Pour tous les pas de chargement, l'indicateur d'erreur w_r est de l'ordre

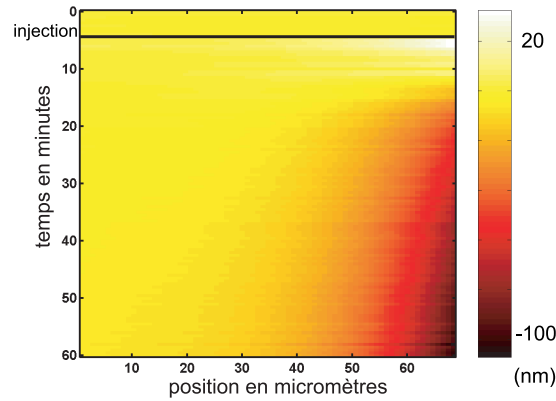


FIG. 3.20: Champ de déplacement mesuré au cours de l'adsorption de décane-thiol.

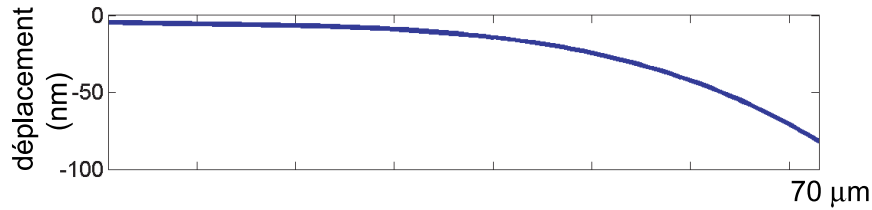


FIG. 3.21: Champ de déplacement obtenu après 45 min d'adsorption d'alcane-thiol.

de 10^{-2} , ce qui démontre la bonne qualité de l'identification. Le champ de raideur identifié (figure 3.22) est identique à celui trouvé dans le cas du chargement thermique (paragraphe 2.3), puisque leur différence est inférieure au pourcent du champ identifié. Le champ de cisaillement identifié (figure 3.23) est cette fois-ci fortement hétérogène, ce qui démontre que le phénomène d'adsorption d'alcane-thiol a lieu de manière hétérogène le long du levier.

3.2.3 Loi d'évolution

La figure 3.24 présente l'évolution des cisaillements identifiés au cours de l'essai. L'élément 1 est celui situé près de l'encastrement. On n'a jamais observé de saturation

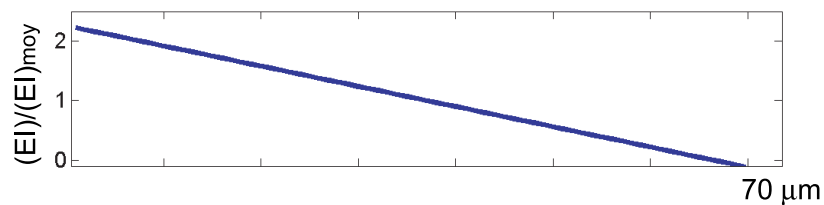


FIG. 3.22: Contraste élastique obtenu au cours de l'adsorption d'alcane-thiol après 45 min.

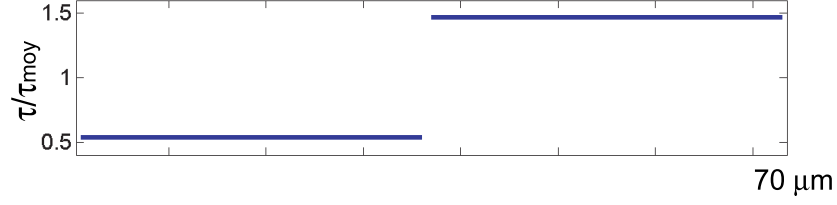


FIG. 3.23: Exemple de champ de cisaillement équivalent obtenu au cours de l'adsorption d'alcane-thiol après 45 min.

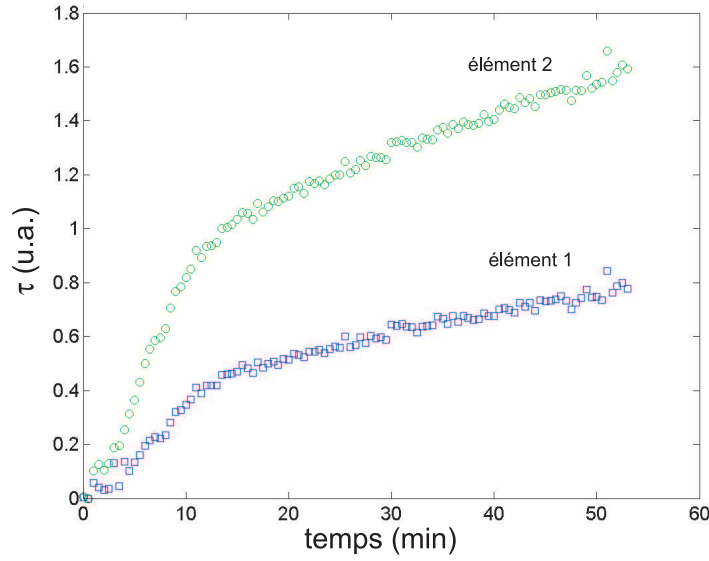


FIG. 3.24: Evolution des cisaillements au cours de l'adsorption d'alcane-thiol.

de l'effet mécanique sur les périodes d'enregistrement, suggérant une adsorption en deux étapes, comme celle proposée par Damos *et al.* [133] pour des films semblables. On remarque que les deux courbes sont pratiquement homothétiques. Deux interprétations sont alors possibles :

- On suppose que le taux d'avancement de la réaction β est homogène sur l'ensemble du levier. Le cisaillement τ défini par l'équation (3.84) est alors une image du taux d'avancement β . Or, on peut supposer, comme souvent dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles [134], que l'affinité (liée à $g(T, n_S^0 + \beta, S_0)$) est proportionnelle à la vitesse d'avancement de la réaction. Par ailleurs, la figure 3.24 montre qu'à chaque instant, la vitesse d'avancement (proportionnelle à $\frac{\partial \tau}{\partial t}$) est différente pour les deux éléments. Par conséquent, ce scénario amènerait à prendre en compte une dépendance de $g(T, n_S^0 + \beta, S_0)$ par rapport à S au lieu de S_0 , par exemple.
- On suppose que le taux d'avancement est hétérogène, et donc les dérivés de g le sont aussi.

Le moyen de distinguer ces deux scénarii serait de disposer d'une mesure complémentaire, donnant une information expérimentale sur la distribution des taux d'avancement. Cette information pourrait en outre être intégrée dès la procédure d'identification.

4 Couplage électro-élastique

La cellule présentée sur la figure 3.8 est modifiée pour mesurer des effets mécaniques induits par la modification de l'état électrique des objets. Elle est remplie d'un électrolyte,

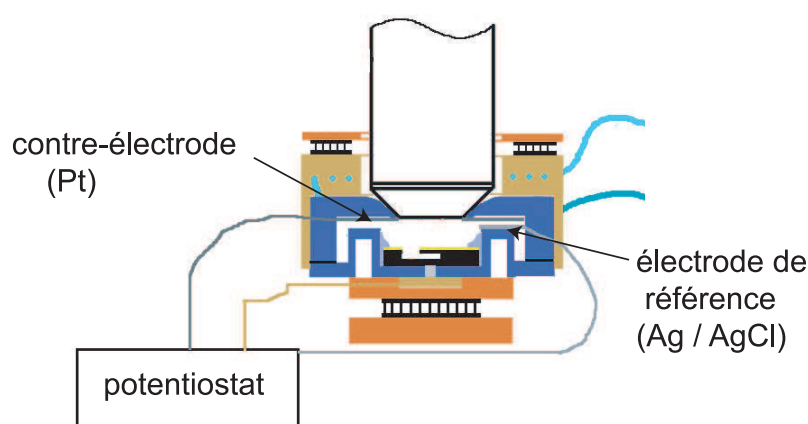


FIG. 3.25: Schéma de la cellule réalisée pour contrôle électrochimique.

et on assure un contact électrique entre la surface métallique des objets et l'extérieur de la cellule (figure 3.25). Cette surface métallique constitue l'électrode de travail de notre système. On ajoute par ailleurs un fil de platine (d'environ 15 cm de longueur et 250 micromètres de diamètre), qui joue le rôle de contre-électrode ; ainsi qu'une électrode de référence. Toutes deux sont également câblées à l'extérieur de la cellule. L'électrode de référence est constituée d'un fil d'argent de quelques centimètres et initialement d'un diamètre de 250 micromètres. Il est recouvert d'une couche de chlorure d'argent par voie électrochimique, afin de fixer le potentiel électrique de ce fil au potentiel du couple redox Ag / AgCl . Ces trois électrodes sont reliées à un potentiostat, qui permet d'imposer le potentiel absolu de l'électrode de travail sans modifier le potentiel de l'électrode de référence, c'est-à-dire sans faire passer de courant par l'électrode de référence.

Lorsque l'on fait varier le potentiel ϕ de l'électrode de travail à vitesse continue (i.e., $\frac{\partial \phi}{\partial t} = v$, v est la vitesse de potentiel, constante), un courant électrique s'établit entre l'électrode de travail et la contre-électrode. Le courant est alors enregistré, et on appelle voltammogramme ou voltampérogramme la courbe présentant le courant en fonction du potentiel de l'électrode de travail. La figure 3.26 en présente un exemple, obtenu sur une électrode d'or en balayant entre 0 et 0.5 V. Entre les potentiels 0 et 0.4 V, le courant ne dépend pratiquement pas du potentiel, l'électrode testée se comportant comme un conden-

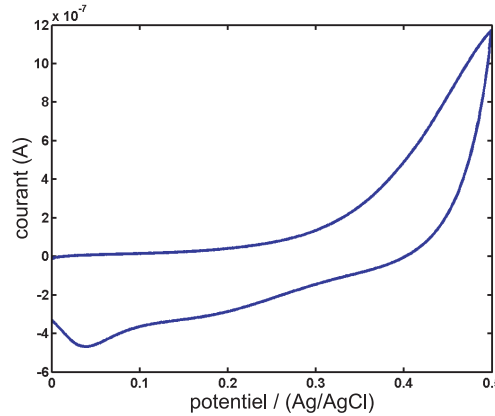


FIG. 3.26: Exemple de voltammogramme obtenu avec une matrice de microleviers (KCl 10^{-2} M, 10 mv/s).

sateur parfait. On appelle se régime de potentiel régime de « double-couche ». Dans ce régime, la charge électrique portée par l'électrode de travail varie avec le potentiel.

4.1 Thermodynamique et théorie de Gouy et Chapman

Dans les métaux, aucune charge électrique ne peut apparaître en volume. Aussi, toutes les charges vont être portées par les interfaces. La figure 3.27 illustre les phénomènes qui opèrent alors à l'interface entre un métal et un électrolyte. En l'absence de charges portées par le métal, la distribution de charges dans la solution est *a priori* homogène (figure 3.27a). Par contre, l'apparition d'une charge (négative sur la figure 3.27b) va provoquer un enrichissement de la zone interfaciale en cations, et un appauvrissement de cette même zone en anions. Ce déplacement de charges s'opère, dans la solution, par diffusion des espèces chargées, et, dans le circuit électrique, par déplacement d'électrons. Le système situé à l'intérieur de la cellule n'est donc plus rigoureusement un système fermé, puisqu'il échange des charges électriques avec l'extérieur, en l'occurrence le potentiostat. Néanmoins, les variations de charge sont symétriques sur l'électrode de travail et la contre-électrode. On traite le problème du système fermé coïncidant à chaque instant avec le système ouvert précédent, en remarquant que les variations de masse et de volume dues au flux d'électrons est tout à fait négligeable. On distingue de nouveau trois phases :

- la phase liquide, de volume V , constituée de la solution de KCl à la pression p .
- l'interphase, de surface S porte une charge q .
- la phase solide, contenant éventuellement une partie d'un microlevier, déformable, représenté par sa surface susceptible de porter une charge électrique. Cette surface s'identifie à la surface S de l'interphase.

Un jeu de variables d'état, locales, est constitué de la température T , de la surface S , de la densité surfacique de charge $\sigma_m = \frac{q}{S}$, et de la pression p . L'enthalpie libre $\mathcal{G}$ du système se décompose encore

$$\mathcal{G} = \mathcal{G}_L + \mathcal{G}_S + \mathcal{G}_m \quad (3.85)$$

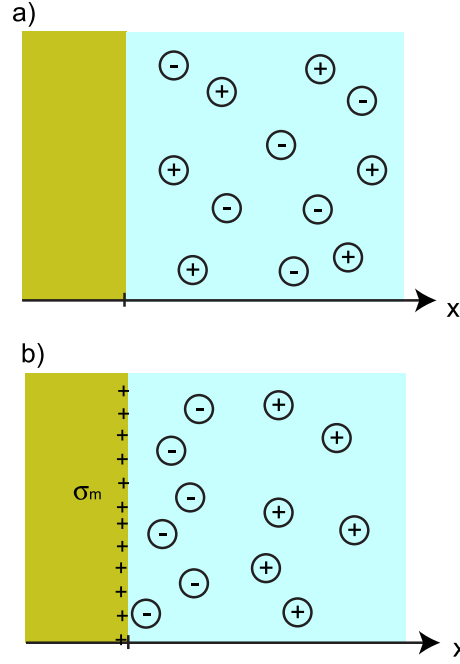


FIG. 3.27: Modification de l'interface en présence d'une densité surfacique de charges électriques.

où $\mathcal{G}_L$ est l'enthalpie de la phase liquide, $\mathcal{G}_S$ celle de l'interphase et $\mathcal{G}_m$ celle des microleviers. Les termes liés à la phase liquide et à la phase solide sont inchangés. Pour l'interphase, l'enthalpie libre s'écrit maintenant

$$\mathcal{G}_S = qE_{int} \quad (3.86)$$

où E_{int} est le champ électrique à l'interface. La relation entre les variables duales q et E_{int} dépend alors du modèle de comportement choisi pour l'électrode. A l'équilibre électrochimique, un exemple est fourni par Gouy [135] et Chapman [136], qui ont séparément proposé un modèle décrivant des interfaces chargées. Celui-ci permet de relier la différence de potentiel électrique entre le métal et l'électrolyte $\phi(x=0) - \phi^\infty$ à la densité surfacique de charges σ_m portée par le métal (voir annexe L)

$$\sigma_m = \sqrt{8c^\infty \epsilon_w kT} \sinh \frac{e(\phi(x=0) - \phi^\infty)}{2kT} \quad (3.87)$$

et le champ électrique à l'interface s'écrit

$$E_{int} = \sqrt{\frac{8c^\infty kT}{\epsilon_w}} \sinh \frac{e(\phi(x=0) - \phi^\infty)}{2kT} \quad (3.88)$$

L'enthalpie libre de l'interphase s'écrit alors

$$\mathcal{G}_S = S\sigma_m E_{int} = 8Sc^\infty kT \sinh \frac{e(\phi(x=0) - \phi^\infty)}{2kT}^2 = S \frac{\sigma_m^2}{\epsilon_w} \quad (3.89)$$

En se rapportant au cas de l'adsorption de molécules neutres, on a

$$\tau = -\frac{6}{L} \frac{I_1}{4I_1 + be_1^3} \frac{\partial \mathcal{G}_S}{\partial S}(T, S_0) \quad (3.90)$$

D'où, pour le modèle de Gouy et Chapman une variation quadratique du cisaillement équivalent avec la charge de l'électrode

$$\tau = -\frac{6}{L} \frac{I_1}{4I_1 + be_1^3} \frac{\sigma_m^2}{\epsilon_w} \quad (3.91)$$

4.2 Résultats expérimentaux

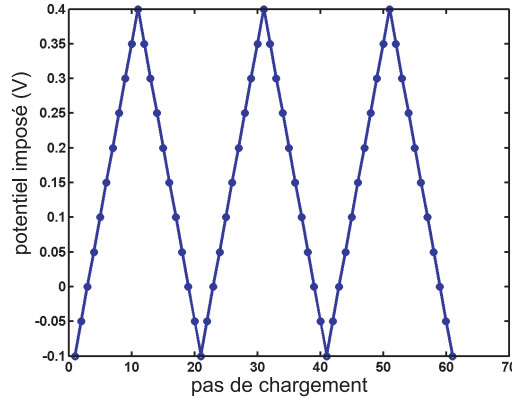


FIG. 3.28: Cycle de potentiel imposé, à la vitesse de 2 mV/s.

On a appliqué, à l'aide de la cellule présentée sur la figure 3.25, les cycles de potentiel décrits sur la figure 3.28. La vitesse de balayage est constante (au signe près) et vaut 2 mV/s. On a vérifié que dans cette gamme de vitesse, l'équilibre électrochimique est atteint en un temps très court devant la période caractéristique de la sollicitation.

4.2.1 Champs mesurés

Champ de phase La figure 3.29 présente le champ de variation de phase associé à une poutre au cours de trois cycles de potentiel. Chaque ligne sur cette figure représente la moyenne de la variation de phase sur la largeur du levier. En abscisse est portée la distance à l'encastrement du levier, en micromètres. Le pas de chargement est reporté en ordonnée.

Champ de déplacement Les champs de déplacement portés sur la figure 3.30 sont déduits du champ de phase présenté sur la figure 3.29. Cette fois-ci, la phase augmente, et après prise en compte des deux effets à l'origine de la variation de phase, on trouve que

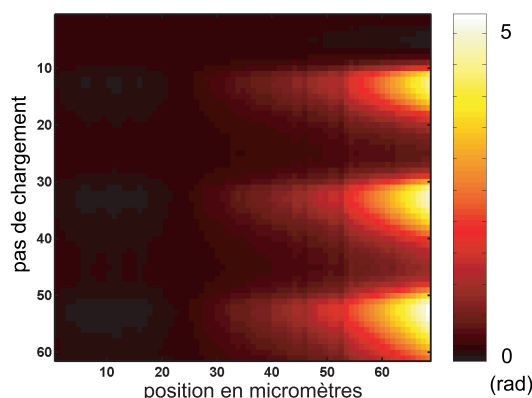


FIG. 3.29: Evolution du champ de phase mesuré au cours du chargement électrique décrit sur la figure 3.28.

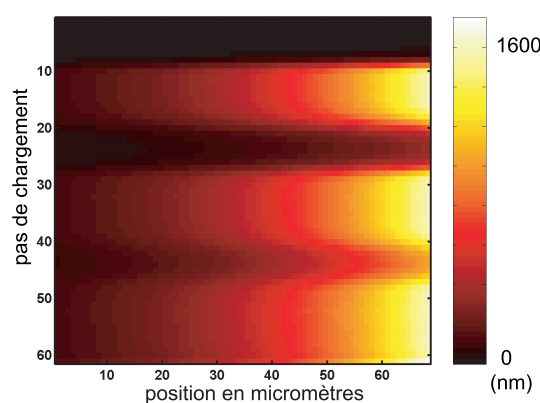


FIG. 3.30: Champ de déplacement mesuré au cours du chargement électrique décrit sur la figure 3.28.

le terme de variation d'altitude domine le terme de variation d'orientation. Ces champs appellent deux remarques importantes :

- L'amplitude de déplacement, de l'ordre du micromètre à l'extrémité de la poutre, est relativement importante et permet d'imaginer des actionneurs micromécaniques fonctionnant sur la base de ce couplage ;
- On « accumule » de la déformation au fur et à mesure des cycles de potentiel.

Cette dernière remarque est cohérente avec le fait que la variable d'état, pour représenter notre système, est sa charge, et non son potentiel électrique. En effet, la figure 3.31 montre la valeur de la charge obtenue par intégration (et donc à une constante additive près) croît au fur et à mesure des cycles. Malheureusement, cette mesure de charge est globale (*i.e.*, elle concerne l'ensemble de la surface métallique immergée), et ne renseigne donc pas directement sur le chargement mécanique qui affecte le levier observé. D'autre part, on a fait l'hypothèse de l'absence de mécanismes de consommation d'électron (*i.e.*,

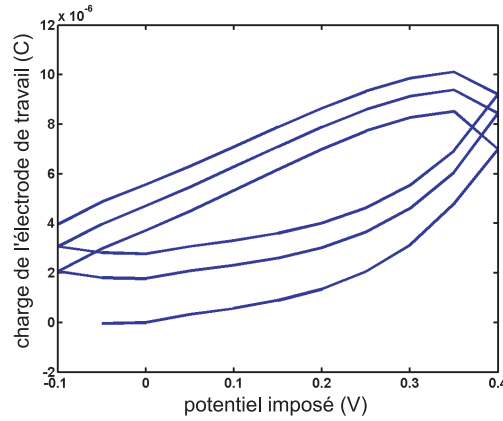


FIG. 3.31: Charge calculée au cours du chargement électrique décrit sur la figure 3.28.

pas de réaction chimique à l'interface).

4.2.2 Identification des contrastes de raideur et de chargement

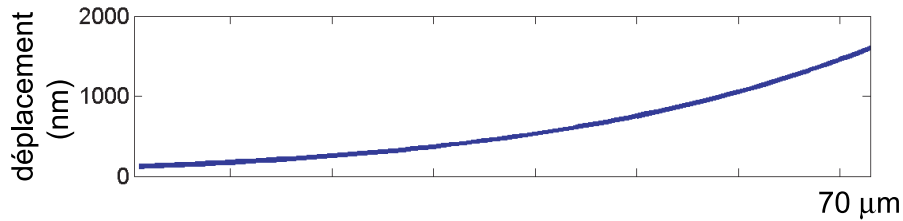


FIG. 3.32: Champ de déplacement obtenu pour un potentiel de 0.4 V (premier cycle).

La figure 3.32 présente un exemple de champ de déplacement obtenu au cours des cycles de potentiel. Les hypothèses faites pour l'identification sont identiques à celles faite au paragraphe 2.3.2. Pour tous les pas de chargement, l'indicateur d'erreur w_r est de

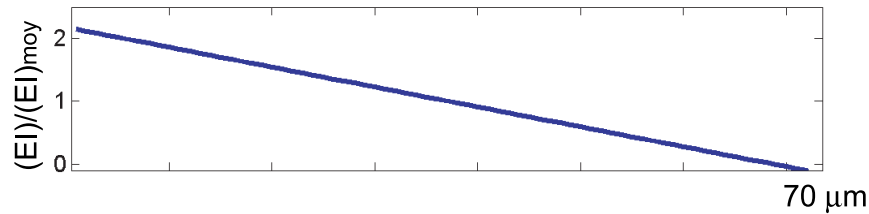


FIG. 3.33: Contraste élastique obtenu pour un potentiel de 0.4 V (premier cycle).

l'ordre de 10^{-2} , ce qui démontre la bonne qualité de l'identification. Le champ de raideur identifié (figure 3.33) est identique à celui trouvé dans le cas du chargement thermique et de l'adsorption d'alcane-thiol (paragraphe 2.3 et 3.2.2).

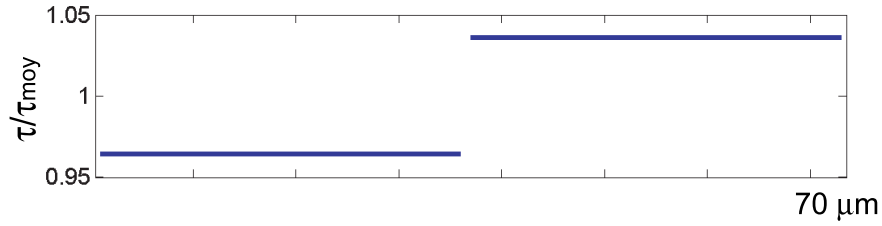


FIG. 3.34: Champ de cisaillement équivalent obtenu pour un potentiel de 0.4 V (premier cycle).

Le champ de cisaillement identifié (figure 3.34) est cette fois-ci presque homogène (à moins de 5% près). On utilise au paragraphe suivant la moyenne du chargement sur un levier.

4.2.3 Loi d'évolution

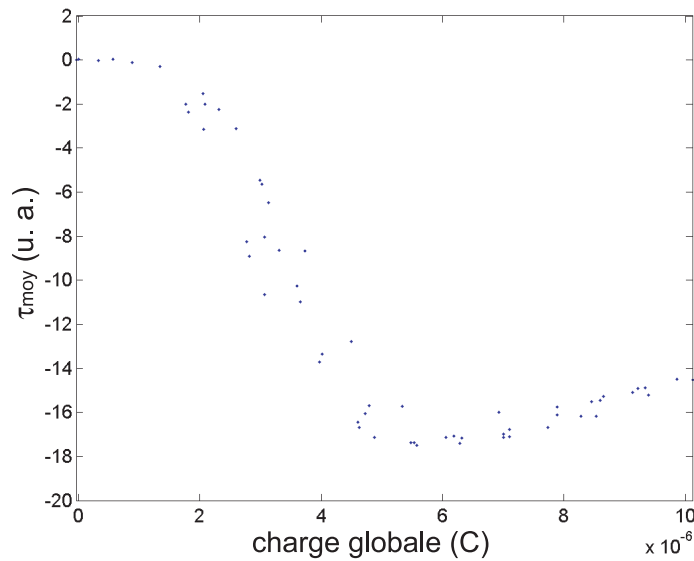


FIG. 3.35: Evolution du cisaillement en fonction de la charge globale de l'électrode.

Cette fois-ci, on est à l'équilibre mécanique et chimique (vérifié en changeant la vitesse de balayage). On teste donc le calcul fait au paragraphe 4.1. La figure 3.35 présente l'évolution du cisaillement en fonction de la charge globale de l'électrode. La reproductibilité est excellente, et on obtient une relation entre la charge portée par l'électrode et le cisaillement équivalent. On rappelle que la charge utilisée est la charge globale de l'électrode, calculée par intégration de la valeur du courant au cours du temps. Cette valeur de la charge est donc définie à une constante additive près. La forme obtenue est à rapprocher de l'équation (3.91), qui donne une forme quadratique en fonction de la charge.

L'écart est significatif, et se rapproche des effets observés par Gokhshtein et Valincius [137]. Leur explication est, à notre connaissance, encore très controversée.

5 Effets mécaniques de l'adsorption et de l'hybridation d'ADN

L'objectif dans cette partie est de tirer de l'expérience des informations sur les interactions à l'origine des effets mécaniques observés lors de l'hybridation d'ADN. On

Nom	Séquence
BioB3-SH	$5' - HS - (CH_2)_6 - CCG - GAA - GAT - TGC - 3'$
BioB3c	$5' - GCA - ATC - TTC - CGG - 3'$
BioB2c	$5' - CTT - CAA - ACA - GCA - 3'$

TAB. 3.1: Description des séquences utilisées.

utilise dans l'ensemble des expériences qui sont décrites, les séquences de 12 bases rapportées dans le tableau 3.1. Les chaînes BioB3-SH et BioB3c sont complémentaires l'une de l'autre.

5.1 Films de brins simples

5.1.1 Effets mécaniques lors de l'adsorption d'ADN

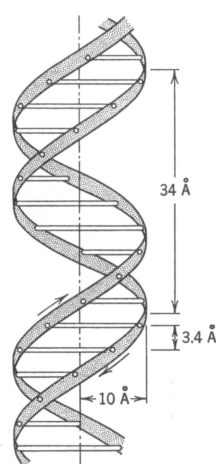


FIG. 3.36: Modèle géométrique simplifié de la structure en double hélice de l'ADN (d'après [138]).

On a vu au paragraphe 1.2.3 que les interactions électrostatiques ont été suspectées de jouer un rôle important dans les effets mécaniques observés. Or, au regard de la théorie de Debye-Hückel (voir l'annexe M), le simple fait de jouer sur la concentration de sel dans la solution permet de faire varier la portée de ces interactions. Plus la concentration en sel augmente, plus la distance d'écrantage des actions électrostatiques est faible. Dans l'eau à température ambiante, cette distance d'écrantage κ^{-1} s'approche par

$$\kappa^{-1} \simeq \frac{0.3}{\sqrt{c}} \text{ nm} \quad (3.92)$$

avec c la concentration en sel (monovalent) en mol/L. Le calcul détaillé dans l'annexe M fait l'hypothèse que les interactions électrostatiques sont faibles devant l'agitation thermique. On définit alors une autre longueur caractéristique (la longueur de Bjerrum l_B) telle que

$$l_B = \frac{e^2}{\epsilon_w kT} \quad (3.93)$$

Elle définit la distance à laquelle il faut placer deux charges unitaires pour que leur interaction électrostatique soit du même ordre de grandeur que l'énergie thermique. Dans l'eau à température ambiante, cette distance vaut $l_B \simeq 0.7$ nm. Si on retient le modèle géométrique de l'ADN présenté sur la figure 3.36, alors un brin simple porte une charge tous les 0.34 nm, et la double hélice une charge tous les 0.17 nm. On est donc hors du champ d'application de la théorie de Debye-Hückel à l'intérieur de la molécule d'ADN. Les interactions électrostatiques entre groupes phosphate rigidifient la molécule, que l'on peut alors se représenter comme une chaîne rigide, et utiliser (qualitativement) la théorie de Debye-Hückel à l'interaction entre différentes chaînes. Ce raisonnement est juste tant que l'on n'utilise pas de sel multivalent. Manning [139] a expliqué le premier que dans ce cas, les contre-ions ont tendance à se « condenser » autour des ions, et à réduire leur charge effective jusqu'à atteindre une densité de charges correspondant à la distance de Bjerrum. Les brins d'ADN ont alors un comportement tout à fait différent, et peuvent être vus, en première approche, comme des chaînes flexibles. Les contributions entropiques peuvent, dans ce cas, jouer un rôle important. On fait le choix, ici, de ne travailler qu'avec des sels monovalents (KCl). La cellule présentée sur la figure 3.8 est maintenant utilisée pour mesurer des effets mécaniques induits par l'adsorption de séquences BioB3-SH thiolées, dans la même configuration qu'au paragraphe 3. L'indice de la solution utilisable avec nos objectifs à immersion limite la concentration maximale de KCl à environ 1M. On présente ici des résultats pour l'adsorption dans une solution de KCl à 0,1 M.

La figure 3.37 présente l'évolution du champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption BioB3-SH dans une solution de KCl 0,1 M. Dès l'introduction de la solution d'oligonucléotides, on observe une nette flexion vers le bas, conforme aux effets d'adsorption déjà vus au paragraphe 3 lors de l'adsorption de décane-thiol. On peut extraire un champ de déplacement particulier (voir figure 3.38), et l'utiliser dans une procédure d'identification identique à celle menée aux paragraphes 2.3.2, 3.2.2 ou 4.2.2. Pour tous

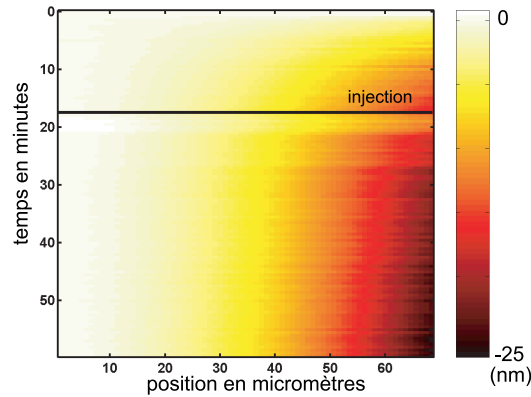


FIG. 3.37: Champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption de BioB3-SH.

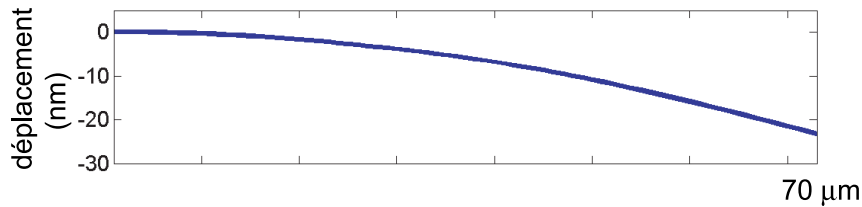


FIG. 3.38: Exemple de champ de déplacement obtenu au cours de l'adsorption d'ADN.

les pas de chargement, l'indicateur d'erreur w_r est inférieur à 0.2, ce qui démontre la qualité acceptable de l'identification. Le champ de raideur identifié (figure 3.39) est identique à celui trouvé dans tous les cas de chargement précédents. Le champ de cisaillement identifié (figure 3.40) est encore presque parfaitement homogène sur cet exemple pris à la fin de l'adsorption.

La figure 3.41 présente l'évolution du cisaillement sur les éléments 1 (près de l'encastrement) et 2. La cinétique observée en cours d'essai diffère sur les deux éléments, et un rattrapage brutal à lieu au milieu de l'essai, sans que l'on puisse donner d'explication sur cet effet.

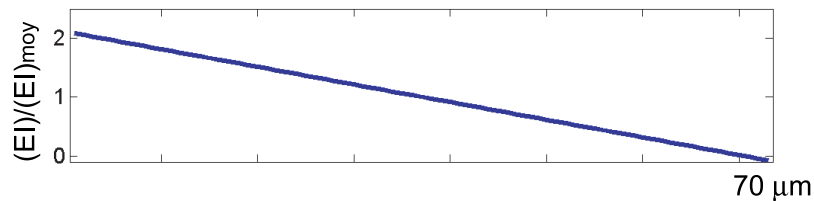


FIG. 3.39: Exemple de contraste élastique obtenu au cours de l'adsorption d'ADN.

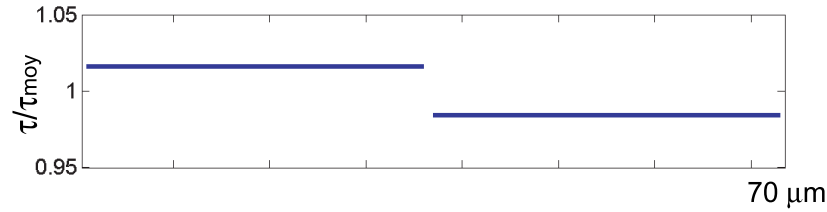


FIG. 3.40: Exemple de champ de cisaillement équivalent obtenu au cours de l'adsorption d'ADN.

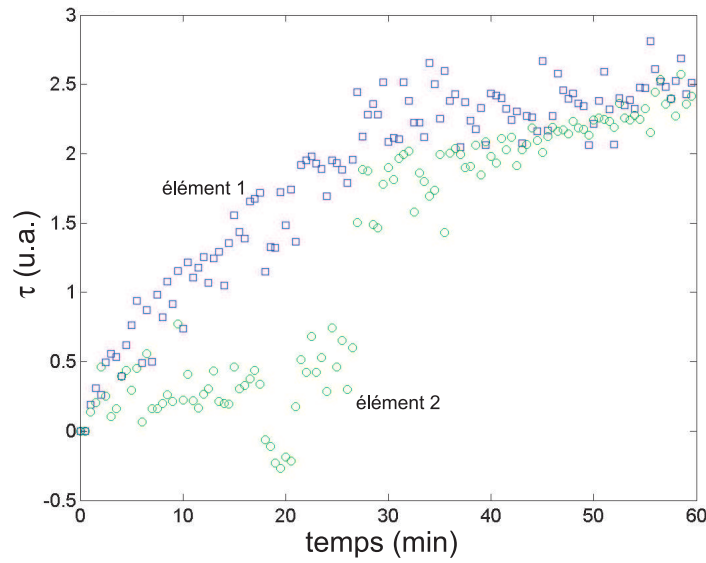


FIG. 3.41: Evolution du cisaillement au cours de l'adsorption d'ADN.

5.1.2 Sensibilité des films adsorbés à la concentration en sel de la solution

Pour vérifier l'importance des interactions électrostatiques dans les films d'ADN adsorbé, on modifie la concentration en sel de la solution baignant les leviers. On modifie ainsi la longueur de Debye-Hückel pour modifier ces interactions électrostatiques.

La figure 3.42 présente l'évolution du champ de déplacement obtenue en divisant cette concentration par 5, de 0,2 M à 0,04 M. On augmente alors la distance κ^{-1} , intensifiant les interactions électrostatiques. On observe alors une flexion du levier vers le bas, montrant l'influence de ces interactions électrostatiques. On peut extraire un champ de déplacement particulier (voir figure 3.43), et l'utiliser dans une procédure d'identification identique aux précédentes. L'indicateur d'erreur reste inférieur à 0,2, ce qui donne des résultats d'identification acceptables. Le contraste élastique identifié (voir figure 3.44) est identique aux précédents. La distribution de cisaillements équivalents identifiée (3.45) est maintenant significativement hétérogène.

L'observation des cinétiques (voir figure 3.46) sur les éléments 1 (près de l'encastrement) et 2 montre effectivement que les courbes correspondant au cisaillement sur chacun

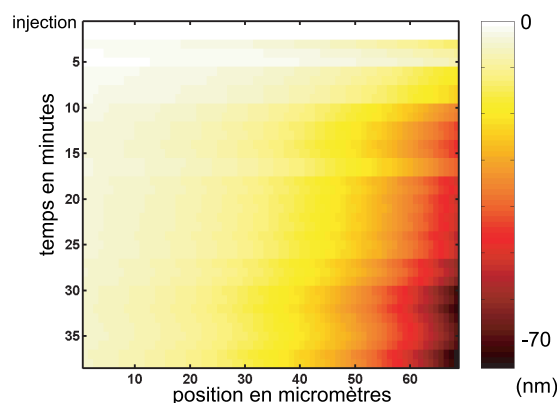


FIG. 3.42: Champ de déplacement obtenu après modification de la concentration en sel de la solution.

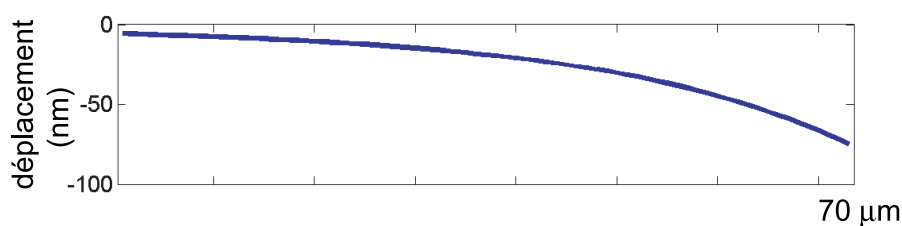


FIG. 3.43: Exemple de champ de déplacement obtenu après modification de la concentration en sel de la solution.

des deux éléments sont homothétiques l'une par rapport à l'autre. Ce résultat amène à penser que la densité de sondes greffées sur l'élément 2 est plus grande que sur l'élément 1, ce qui semble contradictoire avec les résultats du paragraphe 5.1.1. Quoiqu'il en soit, ils confirment la présence d'interactions électrostatiques dans les films d'ADN adsorbé.

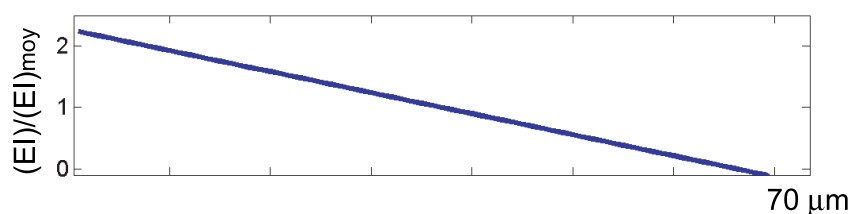


FIG. 3.44: Exemple de contraste élastique obtenu après modification de la concentration en sel de la solution.

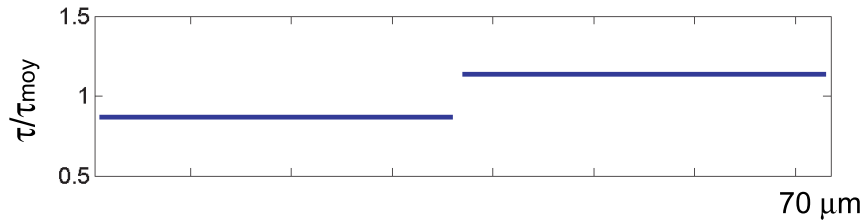


FIG. 3.45: Exemple de champ de cisaillement équivalent obtenu après modification de la concentration en sel de la solution.

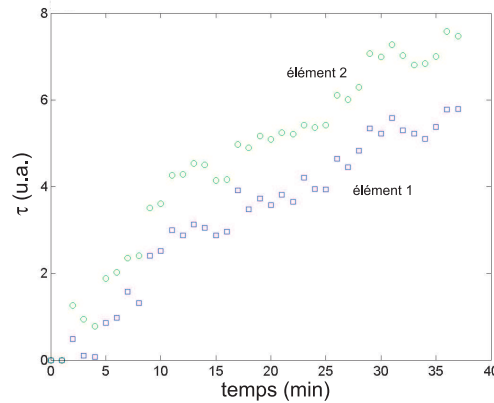


FIG. 3.46: Evolution des cisaillements équivalents après modification de la concentration en sel de la solution.

5.2 Effets de l'hybridation

5.2.1 Résultats expérimentaux : adsorption et hybridation dans KCl 1M

Les expériences menées pour définir les conditions optimales pour observer un signal dû à l'hybridation sans ambiguïté ont montré que la concentration en sel doit être la plus élevée possible. Cette observation est confirmée par les formules empiriques donnant les températures de dénaturation des doubles hélices utilisées par les biologistes. On présente donc un ensemble de résultats obtenus dans une solution de KCl 1M.

Champ de déplacement La figure 3.47 présente l'évolution du champ de déplacement obtenue au cours de l'hybridation du film de BioB3-SH avec les cibles BioB3c, en solution à 2×10^{-6} M dans du KCl à 1M. On observe une nette flexion du levier vers le bas après l'introduction de la solution contenant les séquences cibles.

Identification des contrastes de raideur et de chargement

On peut extraire de nouveau un champ de déplacement particulier (voir figure 3.48), et l'utiliser dans une procédure d'identification identique aux précédentes. Cette fois, l'indicateur d'erreur peut dépasser 1, et reste souvent supérieur à 0,5. L'identification est donc *a priori* de mauvaise qualité. Le contraste de raideur identifié (voir figure 3.49) est différent

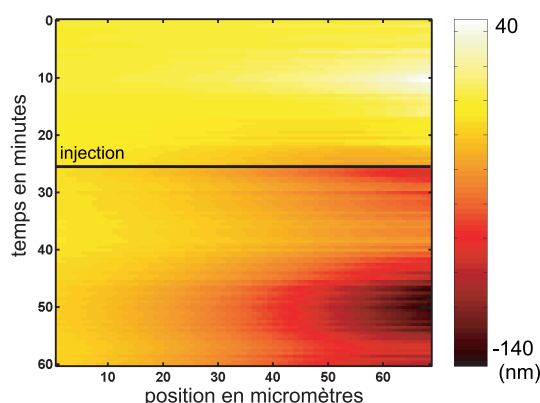


FIG. 3.47: Champ de déplacement mesuré au cours de l'hybridation de BioB3-SH.

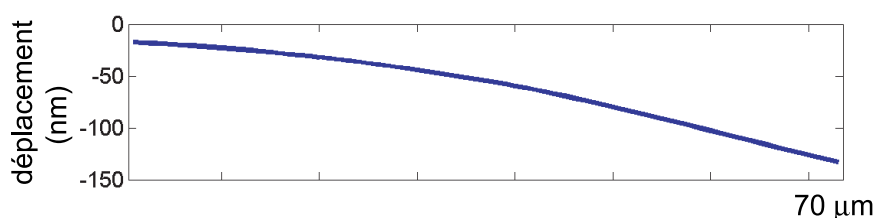


FIG. 3.48: Champ de déplacement obtenu après 1h au cours de l'hybridation de BioB3-SH.

des précédents (alors que le levier est identique) et devient négatif à l'extrémité du levier. Les conditions de mesure étant identiques aux précédentes, l'augmentation significative de l'indicateur d'erreur w_r est la signature d'une probable erreur de modélisation (voir la discussion au paragraphe 5.1 du chapitre 2). Deux origines sont possibles :

- l'hétérogénéité du chargement n'est pas suffisamment décrite (voir figure 3.50) ;
- le type de chargement n'est pas adéquat.

Encore une fois, c'est une mesure complémentaire, fournissant une description de la distribution de sondes, qui permettrait de trancher. La seconde hypothèse est néanmoins probable, puisque l'adsorption de molécules chargées à la surface d'un métal doit créer (voir l'équation de Poisson (L.2)) une différence de potentiel entre la solution et le métal, qui portera donc des charges opposées à celles de la molécule adsorbée. L'interaction

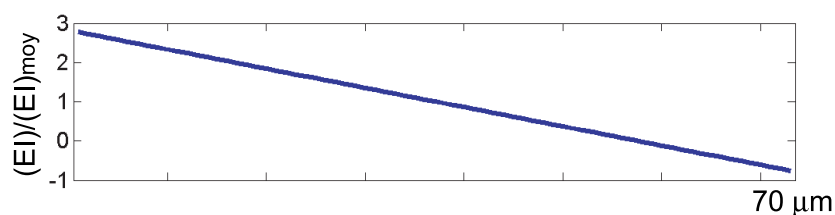


FIG. 3.49: Contraste élastique obtenu après 1h au cours de l'hybridation de BioB3-SH.

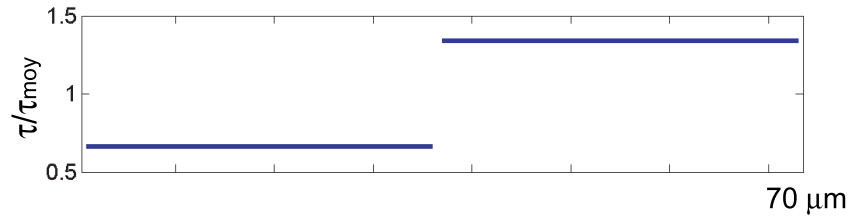


FIG. 3.50: Champ de cisaillement équivalent obtenu après 1h au cours de l'hybridation de BioB3-SH.

entre ces charges (portées par le métal) et les charges des molécules adsorbées est *a priori* attractive, et peut modifier significativement la structure de l'interphase. Il conviendrait donc de contrôler le comportement électrochimique de la surface au cours des opérations d'adsorption et d'hybridation pour vérifier la pertinence de cette remarque, qui corrobore un calcul de Vainrub *et al.* [140], montrant l'importance du potentiel de surface dans l'efficacité de l'hybridation.

5.2.2 Résultats expérimentaux : sensibilité et sélectivité

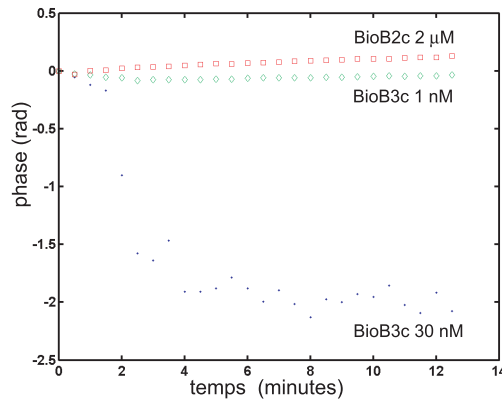


FIG. 3.51: Evolution de la phase mesurée pour deux concentrations de séquences cible complémentaires et pour une séquence non complémentaire.

Quoi qu'il en soit, on a pu vérifier, dans une solution de KCl 1M, la sensibilité et la sélectivité des capteurs formés en fonctionnalisant la surface d'un microlevier avec des sondes BioB3-SH, adsorbées dans KCl 1M. La figure 3.51 montre l'évolution de la phase lorsque l'on provoque l'hybridation avec une solution de KCl 1M contenant 30 et 1 nM de sonde complémentaire, ou lorsque l'on introduit une solution à 2×10^{-6} M de séquence BioB2c non complémentaire. Le signal est très net pour une concentration de 30 nM, et reste tout à fait détectable pour une concentration de 1 nM. Dans ces deux cas, la phase diminue après l'introduction des solutions, alors qu'elle augmente (légèrement) si l'on introduit une séquence non complémentaire, même à très forte concentration. Ces résultats

sont assez semblables à ceux rapportés par Hansen *et al.* [111] dans un sel divalent, et encouragent à persévérer dans cette voie.

6 Conclusions sur l'étude d'effets surfaciques

On a proposé, dans ce chapitre, l'utilisation de l'outil de mesure développé au chapitre 1 pour l'étude des effets mécaniques induits par divers couplages entre le micro-levier et son environnement (thermique, adsorption, électrocapillarité, adsorption et hybridation d'ADN). On a également proposé une méthode, basée sur l'utilisation d'une couche virtuelle solidaire de la surface des objets, pour représenter ces couplages entre les sollicitations mécaniques sur les objets et leur environnement. A chaque fois, les techniques d'identification développées au chapitre 2 ont été appliquées pour décrire les effets observés. On a notamment pu vérifier la singularité des effets mécaniques induits par l'hybridation d'ADN, qui nécessite des investigations plus poussées. En particulier, la prise en compte des interactions électrostatiques entre les charges portées par le métal et celles portées par l'ADN semble nécessaire.

Conclusion et perspectives

Dans le contexte de réorganisation de l'archipel des sciences évoqué au début de ce manuscript, le pari à l'origine de cette thèse était d'affirmer qu'il est possible, à partir des outils et concepts développés par la mécanique des solides, d'étudier des objets dont les dimensions diminuent pour approcher le micromètre. En se déplaçant vers ces échelles, le rapport surface sur volume des objets augmente considérablement, et leur comportement se trouve davantage affecté par des effets surfaciques que les objets « traditionnels » de la mécanique. Le défi se situait donc autant dans les concepts à utiliser que dans la pratique à développer. Poser ce nouveau problème appelle le développement de nouveaux savoir-faire, que ceux-ci recouvrent des techniques intellectuelles ou manuelles. Loin d'une invocation magique à la mobilité transdisciplinaire, il s'est agit de mobiliser les savoir-faire locaux, propres à quelques îlots de l'archipel :

- On a développé un dispositif d'imagerie interférométrique, qui, couplé à une technique d'intégration de phase permet de mesurer un champ de phase optique, avec une reproductibilité optimale de l'ordre de 10 à 15 pm. L'influence de divers défauts géométriques a été évaluée, et dans une situation où la phase optique est liée à la topographie (gradient d'orientation locale ou d'altitude), ce dispositif a été utilisé pour mesurer des champs de déplacement hors-plan. Le « bruit » de mesure sur ces champs a été qualifié. Par ailleurs, la faisabilité d'une mesure de champ de déplacement dans le plan de l'objet par corrélation de sa topographie a été démontrée.
- Partant de la remarque que les champs obtenus contiennent des informations redondantes, on a également montré leur utilisation pour identifier simultanément des distributions de propriétés élastiques et de chargement. Cette technique apparaît comme une extension de la méthode de l'écart à l'équilibre, adaptée aux cas où le nombre d'inconnues devient important relativement à l'information disponible. La qualité de l'identification est qualifiée par un indicateur d'erreur *a posteriori*, dont on a montré qu'il permet de détecter une erreur de modélisation quand les paramètres statistiques simples (distribution et longueur de corrélation) du bruit affectant la mesure de déplacements sont connus. Dans ce cas, un exemple de correction d'une erreur de modélisation a été traité.
- Le couplage mécanique-environnement à l'échelle micrométrique a été traité en « condensant » les propriétés de l'environnement dans une couche virtuelle fine devant l'épaisseur de la structure, astreinte à se déformer avec l'objet considéré. Cette modélisation a d'abord été validée en exploitant l'effet bilame des struc-

tures utilisées, avec une couche très fine devant l'autre. Puis les effets mécaniques de l'hybridation d'ADN ont été abordés en traitant séparément les phénomènes supposés prépondérants. Si tous les objets utilisés présentent une rigidité fortement hétérogène, l'adsorption de molécules neutres à la surface semble être un phénomène hétérogène, contrairement aux effets électrocapillaires. Pour ces derniers, on a pu identifier une forme de loi d'évolution du cisaillement introduit par la couche virtuelle en fonction de la charge électrique portée par l'électrode. La forme obtenue diffère sensiblement de celle prévue par la théorie de Gouy et Chapman.

L'étude de l'adsorption de séquences d'ADN thiolées montre alors un chargement hétérogène dont l'histoire, étonnante, reste inexpliquée. Si les interactions électrostatiques semblent dominantes, elles ne se réduisent probablement pas aux interactions entre molécules chargées. Il en est tout aussi probablement de même pour les effets liés à l'hybridation d'ADN. En effet, l'adsorption de molécules chargées sur une surface métallique crée une différence de potentiel entre la surface et la solution. Les charges que porte alors la surface métallique sont opposées aux charges adsorbées. Les interactions entre ces charges portées par le métal et les charges adsorbées peuvent *a priori* modifier significativement la structure de l'interface, et donc son comportement mécanique. Il est possible que ces effets, dans l'épaisseur de l'interphase, soient à l'origine de la mauvaise représentation des effets observés lors de l'hybridation par une couche virtuelle mince. On est donc tenté d'explorer de nouvelles voies reliant les îlots déjà décrits. Pour enrichir la description des interactions entre l'objet et son environnement, on peut imaginer complexifier la loi de comportement de la couche virtuelle, avec un comportement non-linéaire ou non-local. Ces modèles, plus riches, requièrent l'identification d'un nombre plus important de paramètres, et donc l'utilisation d'une information expérimentale de nature différente des seuls champs de déplacements. Sur le plan du savoir-faire expérimental, le couplage d'une mesure de champs de déplacements avec une mesure des propriétés optiques de la surface par ellipsométrie doit permettre de suivre in-situ les modifications de la composition d'une surface (*i.e.*, l'adsorption de molécules). Dans le cas d'une modulation des effets mécaniques avec un signal contrôlé (cas de l'électrocapillarité), cette mesure complémentaire peut prendre la forme d'une mesure des variations de réflectance. L'intérêt que l'on pense obtenir en couplant une mesure de champ de déplacement et une mesure d'un champ complémentaire n'est pas *a priori* restreint aux objets de dimensions micrométriques. L'étude de l'ensemble des phénomènes dits « multiphysiques » doit profiter de ces pratiques expérimentales.

Néanmoins, ce gain ne sera effectif que si l'on développe des techniques d'identification permettant d'exploiter au mieux la totalité des informations obtenues, de natures différentes. La quasi-totalité des techniques présentées au chapitre 2 prennent le parti de briser la symétrie entre les variables duales (contrainte-déformation, etc.) au profit de la seule variable, mesurée. Par conséquent, choisir d'intégrer deux informations duales nécessite de reconsidérer leur rôle respectif dans une procédure d'identification. Le principal gain attendu est une amélioration de la résolution spatiale des contrastes identifiables, mais aussi la détermination de la constante multiplicative qui transforme un

champ de contraste en champ de propriété élastique ou de chargement. L'amélioration de la résolution spatiale des champs identifiés passe également par l'étude du lien entre les approches continues des problèmes d'identification, souvent mal posées, et les approches discrètes qui tendent à régulariser ces mêmes problèmes d'identification. Si la motivation est tout à fait opposée, l'étude de ces liens se rapproche des méthodes de calcul multi-échelles en mécanique du solide. Toute la difficulté consiste à définir une projection, qui permette de traiter finement un élément de structure avec une représentation grossière des actions des autres éléments de la structure. De nouveau, la résolution de ces problèmes est susceptible de concerner l'étude mécanique des objets de toutes dimensions. Ces deux types d'avancées, sur la mesure et l'identification, peuvent permettre, à plus long terme, la définition de véritables essais de matériaux, hétérogènes, à l'échelle micrométrique.

Pour revenir aux applications, les deux approches, qui consistent à utiliser des sels monovalents ou multivalents pour l'hybridation de séquences d'ADN n'ont pas encore pu être comparées sur la base de leur capacité à fournir un signal mécanique aisément détectable et sans ambiguïté. Si l'utilisation de sels monovalents semble autoriser des phénomènes plus simple à l'échelle des interactions électrostatiques, il est probable que, conformément aux résultats empiriques obtenus par les biologistes, l'utilisation de sels multivalents favorise la réaction d'hybridation, et donc améliore la sensibilité des capteurs basés sur une fonctionnalisation des surfaces. Des objets fonctionnalisés pour reconnaître des protéines sont peut-être alors plus simples à mettre en œuvre, faisant majoritairement intervenir des interactions électrostatiques. Enfin, la conception de nouveaux capteurs sur le principe d'une fonctionnalisation d'un objet micromécanique n'est bridée que par la possibilité de réaliser cette fonctionnalisation. La possibilité d'observer simultanément un grand nombre d'objets indépendants met la mise au point de capteurs multiples, aisément portables et peu onéreux à portée de main. A l'heure de la prise de conscience du lien entre santé et environnement, du vote au parlement européen de la directive REACH qui vise à contrôler la toxicité et la dissémination d'un nombre significatif de substances chimiques, la mise au point de tels capteurs semble représenter un enjeu majeur. Leur mise au point ne pourra se faire sans passer par les îlots où se développent les méthodes de chimie analytique, et en particulier l'électrochimie qui a montré sa relative simplicité de mise en œuvre.

Le paradoxe est que l'on vient de tracer ici un chemin, qui, partant des interactions électrostatiques complexes dans un film de molécules chargées adsorbées sur une surface métallique, revient au rôle de l'électrochimie dans la définition de méthodes analytiques. Et le chemin de l'un à l'autre semble définir, à l'instant t , l'environnement que l'on imagine plus proche dans une réorganisation de l'archipel des sciences.

Annexes

Annexe A

Effet de l'ouverture numérique

On a montré dans la partie 2.2 que la phase mesurée contient une composante liée aux différences d'altitudes, ainsi qu'une composante liée à l'orientation de la surface. Le déphasage alors calculé dépend du point d'entrée du rayon lumineux sur le prisme, et donc de l'ouverture numérique de l'objectif utilisé.

1 Effet de l'ouverture sur la mesure de hauteur d'une marche

Pour obtenir l'équation (1.21), on a fait l'hypothèse que l'angle d'incidence sur l'objet reste faible. Cependant, cette hypothèse peut être mise en défaut si l'on utilise un objectif à forte ouverture numérique. En effet, l'équation (1.15) devient alors (dans le plan de la figure)

$$dI(\alpha) = dI_0 + dA \cos \left[\frac{4n\pi\Delta z}{\lambda} \cos(\alpha) + \psi \right] \quad (\text{A.1})$$

où ψ représente l'ensemble des contributions ne venant pas de l'objet. L'interfrange dépend de l'angle α . Si toute la pupille de l'objectif est éclairée par un faisceau cohérent, la phase introduite avec la marche sur l'objet s'obtient en pondérant et en sommant les contributions de chacune des incidences α comprises entre $\alpha = 0$ et $\alpha = \alpha_{max}$. D'où

$$I = I_0 + A \frac{2}{\sin^2(\alpha_{max})} \int_0^{\alpha_{max}} \cos \left[\frac{4n\pi\Delta z}{\lambda} \cos(\alpha) + \psi \right] P(\alpha)^2 \sin(\alpha) d\alpha \quad (\text{A.2})$$

α_{max} est donné par l'ouverture numérique ON de l'objectif

$$ON = n \sin(\alpha_{max}) \quad (\text{A.3})$$

La relation entre la différence d'altitude Δz et la phase correspondante ϕ_m dépend de l'hypothèse retenue pour la répartition angulaire d'éclairement $P(\alpha)$. Ce problème a été largement traité (voir par exemple [31], [32], [33]), et il est usuel de retenir une fonction

de la forme $P(\alpha) = (\cos(\alpha))^m$, où m est un exposant dépendant de l'objectif. Le signal d'intensité se met alors sous la forme

$$I = I_0 + A_m F_{ON,m}(\Delta z, \psi) \quad (\text{A.4})$$

En particulier, pour $m = 0$,

$$F_{ON,0}(\Delta z, \psi) \simeq \frac{\sin(k\Delta z(1 - \cos(\alpha_{\max})))}{k\Delta z(1 - \cos(\alpha_{\max}))} \cos(k\Delta z(1 + \cos(\alpha_{\max})) + \psi) \quad (\text{A.5})$$

avec $k = \frac{2n\pi}{\lambda}$. Pour $m \neq 0$, l'intégration n'est pas analytique, mais on peut obtenir une forme approchée par un développement de Taylor par rapport à $\alpha_{\max}$

$$\begin{aligned} F_{ON,m}(\Delta z, \psi) &= \frac{2}{\sin^2(\alpha_{\max})} \int_0^{\alpha_{\max}} \cos(2k\Delta z \cos(\alpha) + \psi) P(\alpha)^{2m} \sin(\alpha) d\alpha \\ &\simeq \cos(2k\Delta z + \psi) + \left(\frac{1-2m}{4} \cos(2k\Delta z + \psi) + \frac{1}{2} \sin(2k\Delta z + \psi) k\Delta z \right) \alpha_{\max}^2 \\ &\quad + \left(\frac{1+4(m^2-m-k^2\Delta z^2)}{24} \cos(2k\Delta z + \psi) \right. \\ &\quad \left. + \frac{k\Delta z(1-4m)}{12} \sin(2k\Delta z + \psi) \right) \alpha_{\max}^4 + \dots \end{aligned} \quad (\text{A.6})$$

Quand $\alpha_{\max}$ tend vers 0, $F_{ON,m}(\Delta z, \psi)$ tend vers

$$\lim_{\alpha_{\max} \rightarrow 0} F_{ON,m}(\Delta z, \psi) = \cos(2k\Delta z + \psi) \quad (\text{A.7})$$

qui est la fonction attendue. Son interfrange correspond à une variation $k\Delta z = \pi$. Quand l'ouverture numérique augmente, l'interfrange i_{interf} , défini comme la variation du produit $k\Delta z$ qui permet de passer entre deux maxima successifs de l'intensité de la figure d'interférences, ne vaut plus exactement π . On définit l'écart

$$\varepsilon_{\text{interf}} = 1 - \frac{i_{\text{interf}}}{\pi} \quad (\text{A.8})$$

qui vaut 0 quand la variation de $k\Delta z$ entre deux maxima d'intensité vaut π . La figure A.1 présente la valeur de l'indicateur $\varepsilon_{\text{interf}}$, calculé pour le premier maximum local de la fonction F , pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.6, et un indice m variant de 0 à 2. Les valeurs prises sont négatives, signifiant que l'interfrange est toujours agrandi sous l'effet de l'ouverture du faisceau. L'erreur commise si on ne tient pas compte de l'ouverture peut atteindre 10% de la valeur mesurée. Pour les objectifs avec une ouverture numérique inférieure à 0.4, l'influence de m est relativement faible, et la prise en compte de la seule valeur de l'ouverture est suffisante pour obtenir une estimation de Δz . Il faut pouvoir corriger l'expression (1.21) pour prendre en compte les effets d'ouverture. Cette correction est aisée si $F_{ON,m}(\Delta z, \psi)$, donnée par l'expression (A.6) est pseudo-périodique sur un intervalle de Δz suffisant pour la topographie observée. On définit le rapport

$$r_i = \frac{i_{10}}{10i_{\text{interf}}} \quad (\text{A.9})$$

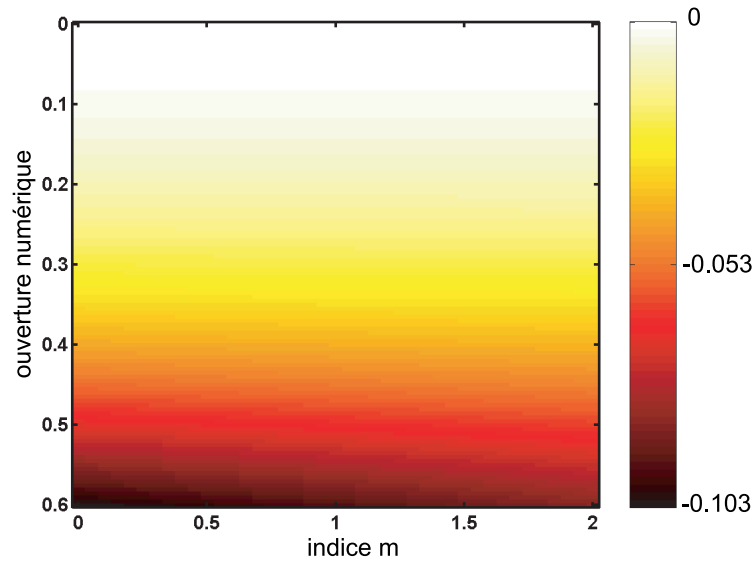


FIG. A.1: Carte de l'indicateur ε_{interf} pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.6, et un indice m variant de 0 à 2.

entre la position du dixième maximum de la fonction $F_{ON,m}(\Delta z, \psi)$ et la position du premier maximum. Ce rapport est tracé sur la figure A.2 pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.4, et un indice m variant de 0 à 2. Pour les valeurs d'ouverture numérique inférieures à 0.3, r_i vaut 1, indiquant que la fonction est pseudo-périodique sur l'intervalle contenant 10 maxima de la figure d'interférences. La correction à apporter à la formule (1.21) se met sous la forme

$$\phi_m = \frac{4\pi n \Delta z}{\iota \lambda} \quad (\text{A.10})$$

où ι est un paramètre à calculer en fonction de l'ouverture numérique et des hypothèses de répartition d'éclairement dans la pupille de l'objectif. La figure A.3 montre la valeur de la correction à apporter, en fonction de l'ouverture numérique de l'objectif utilisé et de l'exposant m . L'influence de m sur cette correction étant négligeable, la donnée de la seule ouverture numérique (si celle-ci est inférieure à 0.3) permet d'effectuer une exploitation simple de la phase ϕ_m .

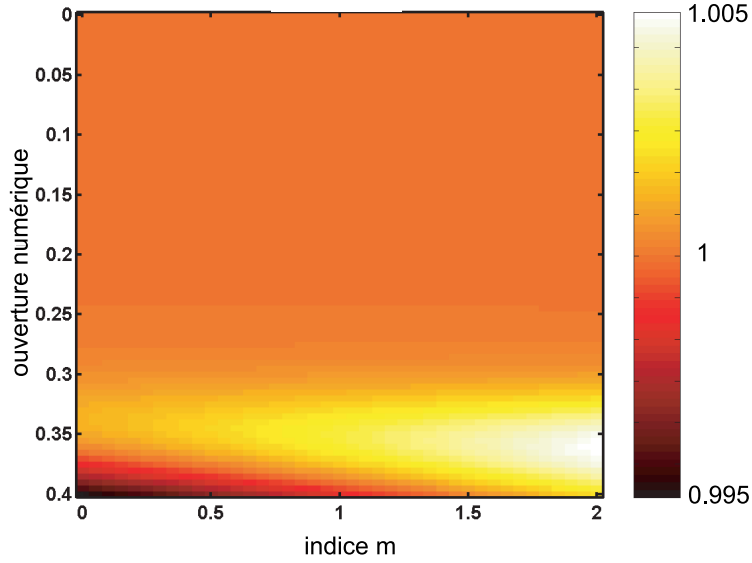


FIG. A.2: Carte de l'indicateur r_i pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.4, et un indice m variant de 0 à 2.

2 Effet de l'ouverture sur la mesure de l'orientation de la surface

En reprenant le raisonnement qui a mené à l'équation (A.6), avec l'expression de la phase (1.42) on obtient

$$\begin{aligned}
 F_{ON,m}(\Delta z, \psi) = & \cos\left(\frac{4\pi n}{\lambda}\Delta z + \phi + \frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f\right) \left(1 + \frac{1-2m}{4}\alpha_{max}^2\right. \\
 & + \left(\frac{1-4m(m-1)}{24} - \frac{1}{6}\left(\frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f - \frac{2\pi n}{\lambda}\Delta z\right)^2\right)\alpha_{max}^4 \\
 & + \sin\left(\frac{4\pi n}{\lambda}\Delta z + \phi + \frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f\right) \\
 & \times \left(-\frac{1}{6}\left(\frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f - \frac{2\pi n}{\lambda}\Delta z\right)\alpha_{max}^2\right. \\
 & + \left[\frac{3m-1}{9}\left(\frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f - \frac{2\pi n}{\lambda}\Delta z\right) \right. \\
 & \quad \left. + \frac{\frac{2\pi n}{\lambda}\Delta z}{12} + \frac{4}{9}\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_o\epsilon_n f\right)(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\right]\alpha_{max}^4 \\
 & \left. + \dots \right) \tag{A.11}
 \end{aligned}$$

La forme est identique à (A.6). Quand α_{max} tend vers 0, la figure d'interférence tend vers

$$\cos\left(\frac{4\pi n}{\lambda}\Delta z + \phi + \frac{4\pi}{\lambda}n_o(\gamma_{TE} - \gamma_{TM})\epsilon_n f\right) \tag{A.12}$$

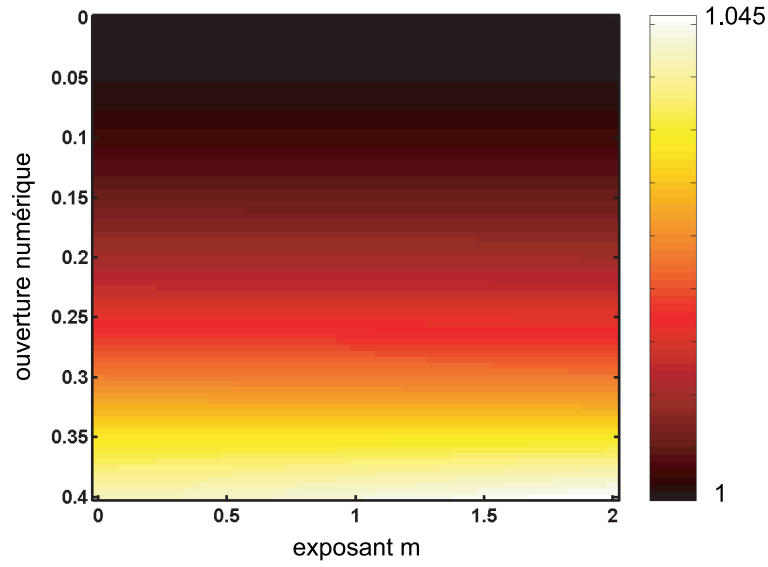


FIG. A.3: Carte de la correction ϵ pour une ouverture numérique variant de 0 à 0.4, et un indice m variant de 0 à 2.

où ϕ représente les autres contributions. Le terme dû à l'orientation de l'échantillon peut s'écrire (dans le cas d'un Wollaston mince)

$$\phi_{W,ori} = \frac{4\pi}{\lambda} n_o (\gamma_{TE} - \gamma_{TM}) \epsilon_n f + \phi_{W,tilt} \quad (\text{A.13})$$

La forme analytique de la figure d'interférence n'est pas affectée, on peut donc considérer les différents termes de phase comme additifs.

Annexe B

Propriétés d'usage d'un prisme de Wollaston

Les calculs dans les paragraphes qui suivent sont déduits de ceux proposés dans [141].

1 Propriétés d'un prisme de Wollaston simple

1.1 Calcul dans le plan de symétrie du prisme

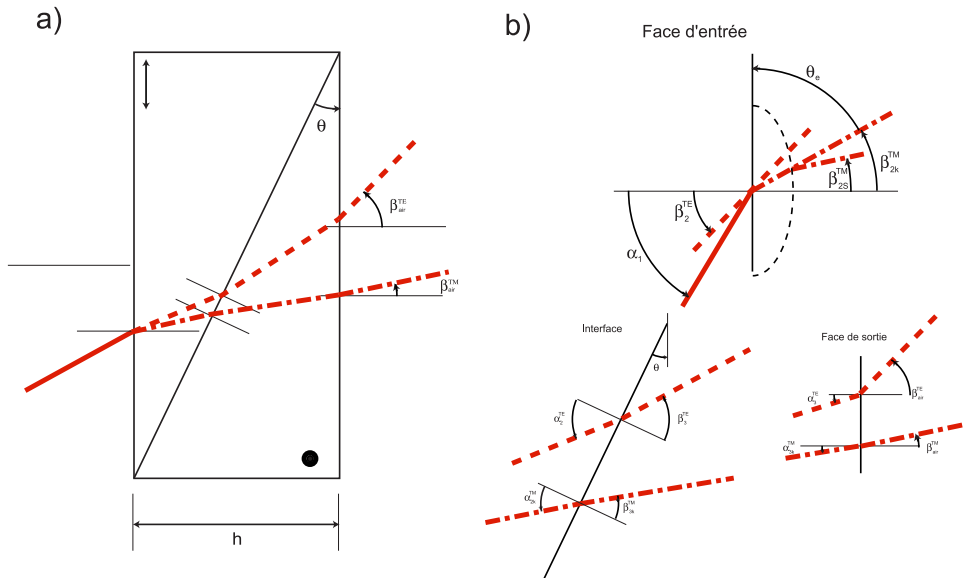


FIG. B.1: a) Géométrie du prisme de Wollaston, b) Définition des angles de réfraction.

La figure B.1 montre le tracé des rayons pour le prisme de Wollaston utilisé dans la partie 2.2.2, quand le rayon incident forme un angle α_1 avec la face d'entrée du prisme, dans son plan de symétrie. L'objectif est ici de définir les fonctions $l^{TE}(y, \alpha_1)$ et $l^{TM}(y, \alpha_1)$

qui permettent de calculer les déphasages supplémentaires introduits par le prisme de Wollaston quand il n'y a pas de compensation exacte lors d'un trajet aller-retour. Sur la face d'entrée

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_o \sin(\beta_2^{TE}) \quad (\text{B.1})$$

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_e(\theta_e) \sin(\beta_{2k}^{TM}) \quad (\text{B.2})$$

où β_{2k}^{TM} donne l'orientation du vecteur d'onde, pour la polarisation TM . $n_e(\theta_e)$ est donné par

$$n_e(\theta_e) = \frac{n_o n_E}{\sqrt{n_o^2 \sin(\theta_e)^2 + n_E^2 \cos(\theta_e)^2}} \quad (\text{B.3})$$

θ_e est calculé en vérifiant la contrainte

$$\beta_{2k}^{TM} + \theta_e = \frac{\pi}{2} \quad (\text{B.4})$$

En rapprochant de (B.1), on obtient

$$\cos(\theta_e)^2 = \sin(\beta_{2k}^{TM})^2 = \frac{(n_o n_1 \sin(\alpha_1))^2}{n_o^2 n_E^2 - n_E^2 n_1^2 \sin(\alpha_1)^2 + n_o^2 n_1^2 \sin(\alpha_1)^2} \quad (\text{B.5})$$

La direction de propagation de la polarisation TM est alors donnée en posant

$$\tan \Phi_e = \frac{n_o^2}{n_E^2} \tan(\theta_e) \quad (\text{B.6})$$

La direction de propagation est donnée par

$$\beta_{2S}^{TM} = \frac{\pi}{2} - \Phi_e \quad (\text{B.7})$$

Les relations de Descartes à l'interface entre les deux demi-prismes s'écrivent

$$n_o \sin(\alpha_2^{TE}) = n_E \sin(\beta_3^{TE}) \quad (\text{B.8})$$

$$n_e(\theta_e) \sin(\alpha_{2k}^{TM}) = n_o \sin(\beta_{3k}^{TM}) \quad (\text{B.9})$$

$$\alpha_2^{TE} = \theta + \beta_2^{TE} \quad (\text{B.10})$$

$$\alpha_{2k}^{TM} = \theta + \beta_{2k}^{TM} \quad (\text{B.11})$$

L'intersection de l'ellipsoïde des indices avec le plan de propagation étant un cercle dans le second demi-prisme, l'angle β_{3k}^{TM} donne également la direction de propagation du rayon polarisé TM . Finalement, sur la dernière interface

$$n_E \sin(\alpha_3^{TE}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TE}) \quad (\text{B.12})$$

$$n_o \sin(\alpha_{3k}^{TM}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TM}) \quad (\text{B.13})$$

$$\alpha_3^{TE} = -\theta + \beta_3^{TE} \quad (\text{B.14})$$

$$\alpha_{3k}^{TM} = -\theta + \beta_{3k}^{TM} \quad (\text{B.15})$$

Les fonctions cherchées s'expriment alors (au premier ordre en α_1)

$$l^{TE}(y, \alpha_1, 0) = l_{00}^{TE}(\alpha_1) + y l_{01}^{TE}(\alpha_1) \quad (\text{B.16})$$

$$l^{TM}(y, \alpha_1, 0) = l_{00}^{TM}(\alpha_1) + y l_{01}^{TM}(\alpha_1) \quad (\text{B.17})$$

où on a posé (fonctions linéarisées au premier ordre en θ)

$$l_{00}^{TE}(\alpha_1) = h \left(\frac{n_o + n_E}{2} + \frac{\alpha_1 n_1 \theta}{2} \left(\frac{n_o}{n_E} - \frac{n_E}{n_o} \right) \right) \quad (\text{B.18})$$

$$l_{01}^{TE}(\alpha_1) = (-n_o + n_E) \theta \quad (\text{B.19})$$

$$l_{00}^{TM}(\alpha_1) = h \left(\frac{n_o + n_E}{2} + \frac{\alpha_1 n_1 \theta}{2} \left(1 - \left(\frac{n_E}{n_o} \right)^2 \right) \right) \quad (\text{B.20})$$

$$l_{01}^{TM}(\alpha_1) = (n_o - n_E) \theta \quad (\text{B.21})$$

L'orientation des rayons à la sortie du prisme est donnée par

$$\beta_{air}^{TE} = \alpha_1 + \theta \frac{n_o - n_E}{n_1} \quad (\text{B.22})$$

$$\beta_{air}^{TM} = \alpha_1 - \theta \frac{n_o - n_E}{n_1} \quad (\text{B.23})$$

On remarque que les fonctions $l_{01}^{TE}(\alpha_1)$ et $l_{01}^{TM}(\alpha_1)$ sont en fait indépendantes de α_1 .

2 Propriétés d'un prisme de Wollaston modifié

En dépit de la relative simplicité de calcul qu'ils induisent, les prismes de Wollaston semblables à ceux décrits dans la partie 2.2.2 du chapitre 1 ne sont pas réalisables. En particulier, chaque demi-prisme est en général usiné séparément, puis les demi-prismes sont assemblés. Par conséquent, une sur-épaisseur doit toujours être prévue sur chacun des demi-prismes, afin de pouvoir les mettre en position dans la machine servant à usiner le plan incliné. En pratique, une sur-épaisseur d'au moins 0.5mm doit toujours être conservée si le prisme est fabriqué à façon. Par ailleurs, l'axe optique du quartz peut faire un angle quelconque avec les faces latérales du prisme, permettant ainsi de réaliser des prismes avec un plan apparent de séparation éloigné du prisme.

2.1 Calcul direct dans le plan de symétrie du prisme

On propose ici le tracé des rayons traversant un prisme de Wollaston proche de celui décrit dans la partie 1, mais possédant deux sur-épaisseurs d'usinage s_1 et s_2 , ainsi qu'un axe optique (dans le second demi-prisme) incliné d'un angle ξ par rapport à la face latérale du prisme (voir figure B.2). Sur la face d'entrée

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_E \sin(\beta_2^{TE}) \quad (\text{B.24})$$

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_o \sin(\beta_2^{TM}) \quad (\text{B.25})$$

à l'interface entre les deux prismes, les angles d'incidence sont donnés par

$$\alpha_2^{TE} = \frac{\pi}{2} - \theta + \beta_2^{TE} \quad (\text{B.26})$$

$$\alpha_2^{TM} = \frac{\pi}{2} - \theta + \beta_2^{TM} \quad (\text{B.27})$$

Les lois de Descartes s'écrivent alors

$$n_E \sin(\alpha_2^{TE}) = n_o \sin(\beta_3^{TE}) \quad (\text{B.28})$$

$$n_o \sin(\alpha_2^{TM}) = n_e(\theta_e) \sin(\Psi - \theta_e) \quad (\text{B.29})$$

avec

$$\Psi = \frac{\pi}{2} - \theta + \chi \quad (\text{B.30})$$

On en déduit

$$\beta_{3k}^{TM} = \Psi - \theta_e \quad (\text{B.31})$$

$$n_E^2 \tan(\Phi_e) = n_o^2 \tan(\theta_e) \quad (\text{B.32})$$

$$\beta_{3s}^{TM} = \Psi - \Phi_e \quad (\text{B.33})$$

β_{3s}^{TM} donne la direction de propagation de la polarisation *TM* dans le milieu 3. Elle traverse alors un milieu d'indice

$$n_{es} = n_e(\theta_e) \cos(\beta_{3k}^{TM} - \beta_{3s}^{TM}) \quad (\text{B.34})$$

Enfin, sur l'interface avec le milieu ambiant, les lois de Descartes s'écrivent

$$n_o \sin(\alpha_3^{TE}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TE}) \quad (\text{B.35})$$

$$n_e(\theta_e) \sin(\alpha_{3k}^{TM}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TM}) \quad (\text{B.36})$$

avec

$$\alpha_3^{TE} = -\frac{\pi}{2} + \theta + \beta_3^{TE} \quad (\text{B.37})$$

$$\alpha_{3k}^{TM} = -\frac{\pi}{2} + \theta + \beta_{3k}^{TM} \quad (\text{B.38})$$

Les fonctions de phase sont alors déterminées numériquement.

2.2 Détermination de la géométrie d'un prisme modifié à partir de ses propriétés d'usage

Au paragraphe précédent, on a détaillé les étapes du calcul direct des angles dans toutes les lames, ainsi qu'en sortie du prisme. Il est aisé d'en déduire les propriétés d'usage du prisme (*i.e.*, angle de séparation, position du plan de séparation apparent et déphasage introduit lors d'une traversée). La position du plan de séparation apparent par rapport à la face de sortie du prisme est décrite par les paramètres d et η (voir figure B.3). Le problème inverse, qui consiste à déterminer la géométrie d'un prisme à partir des propriétés d'usage :

– angle de séparation $\Delta\beta$;
 – orthogonalité du plan de séparation apparent et du faisceau incident (η) ;
 – distance du plan de séparation apparent à la face de sortie du prisme d_{imp} ;
 est résolu en minimisant un critère Ξ tel que

$$\Xi = (\Delta\beta - |\beta_{air}^{TE} - \beta_{air}^{TM}|)^2 + (|\eta - \alpha| - \frac{\pi}{2})^2 + (d - d_{imp})^2 + p(s_1) + p(s_2) \quad (B.39)$$

Les termes $p(s_1)$ et $p(s_2)$ sont des termes de pénalisation, pour prendre en compte les contraintes de fabrication, qui imposent une valeur minimale de 0.5 mm pour s_1 et s_2 .

3 Propriétés d'un prisme de Wollaston double quelconque

Les prismes décrits au paragraphe 2 permettent d'obtenir des plans de séparation apparents éloignés de la face de sortie du prisme, mais uniquement avec des angles entre les rayons à la sortie $|\beta_{air}^{TE} - \beta_{air}^{TM}|$ faibles. On obtient des séparations importantes en utilisant de la calcite plutôt que du quartz, ce qui augmente nettement le prix du prisme. Il peut être plus avantageux de recourir à un prisme double, composé de trois couches de quartz.

3.1 Calcul dans le plan de symétrie du prisme

On propose ici le tracé des rayons traversant un prisme de Wollaston proche de celui décrit dans la partie 2, mais possédant une lame supplémentaire, avec un axe optique (dans la troisième lame) incliné d'un angle χ_2 par rapport à la face latérale du prisme (voir figure B.4). Sur la face d'entrée :

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_E \sin(\beta_2^{TE}) \quad (B.40)$$

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_o \sin(\beta_2^{TM}) \quad (B.41)$$

à l'interface entre les deux premières lames, les angles d'incidence sont donnés par

$$\alpha_2^{TE} = \frac{\pi}{2} - \theta_1 + \beta_2^{TE} \quad (B.42)$$

$$\alpha_2^{TM} = \frac{\pi}{2} - \theta_1 + \beta_2^{TM} \quad (B.43)$$

Les lois de Descartes s'écrivent alors

$$n_E \sin(\alpha_2^{TE}) = n_o \sin(\beta_3^{TE}) \quad (B.44)$$

$$n_o \sin(\alpha_2^{TM}) = n_{e1}(\theta_{e1}) \sin(\Psi_1 - \theta_{e1}) \quad (B.45)$$

avec

$$\Psi_1 = \frac{\pi}{2} - \theta_1 + \chi_1 \quad (B.46)$$

On en déduit

$$\beta_{3k}^{TM} = \Psi_1 - \theta_{e1} \quad (\text{B.47})$$

$$n_E^2 \tan(\Phi_{e1}) = n_o^2 \tan(\theta_{e1}) \quad (\text{B.48})$$

$$\beta_{3s}^{TM} = \Psi_1 - \Phi_{e1} \quad (\text{B.49})$$

β_{3s}^{TM} donne la direction de propagation de la polarisation TM dans le milieu 3. Elle traverse alors un milieu d'indice

$$n_{es1} = n_{e1}(\theta_{e1}) \cos(\beta_{3k}^{TM} - \beta_{3s}^{TM}) \quad (\text{B.50})$$

A l'interface entre la seconde et la troisième lame, les angles d'incidence sont donnés par

$$\alpha_3^{TE} = \theta_1 - \theta_2 + \beta_3^{TE} \quad (\text{B.51})$$

$$\alpha_{3k}^{TM} = \theta_1 - \theta_2 + \beta_{3k}^{TM} \quad (\text{B.52})$$

Les lois de Descartes donnent

$$\alpha_3^{TE} = \beta_4^{TE} \quad (\text{B.53})$$

$$n_{e1}(\theta_{e1}) \sin(\alpha_{3k}^{TM}) = n_{e2}(\theta_{e2}) \sin(\Psi_2 - \theta_{e2}) \quad (\text{B.54})$$

avec

$$\Psi_2 = \frac{\pi}{2} - \theta_2 + \chi_2 \quad (\text{B.55})$$

On en déduit

$$\beta_{4k}^{TM} = \Psi_2 - \theta_{e2} \quad (\text{B.56})$$

$$n_E^2 \tan(\Phi_{e2}) = n_o^2 \tan(\theta_{e2}) \quad (\text{B.57})$$

$$\beta_{4s}^{TM} = \Psi_2 - \Phi_{e2} \quad (\text{B.58})$$

β_{4s}^{TM} donne la direction de propagation de la polarisation TM dans le milieu 4. Elle traverse alors un milieu d'indice

$$n_{es2} = n_{e2}(\theta_{e2}) \cos(\beta_{4k}^{TM} - \beta_{4s}^{TM}) \quad (\text{B.59})$$

Enfin, sur l'interface avec le milieu ambiant, les lois de Descartes s'écrivent

$$n_o \sin(\alpha_4^{TE}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TE}) \quad (\text{B.60})$$

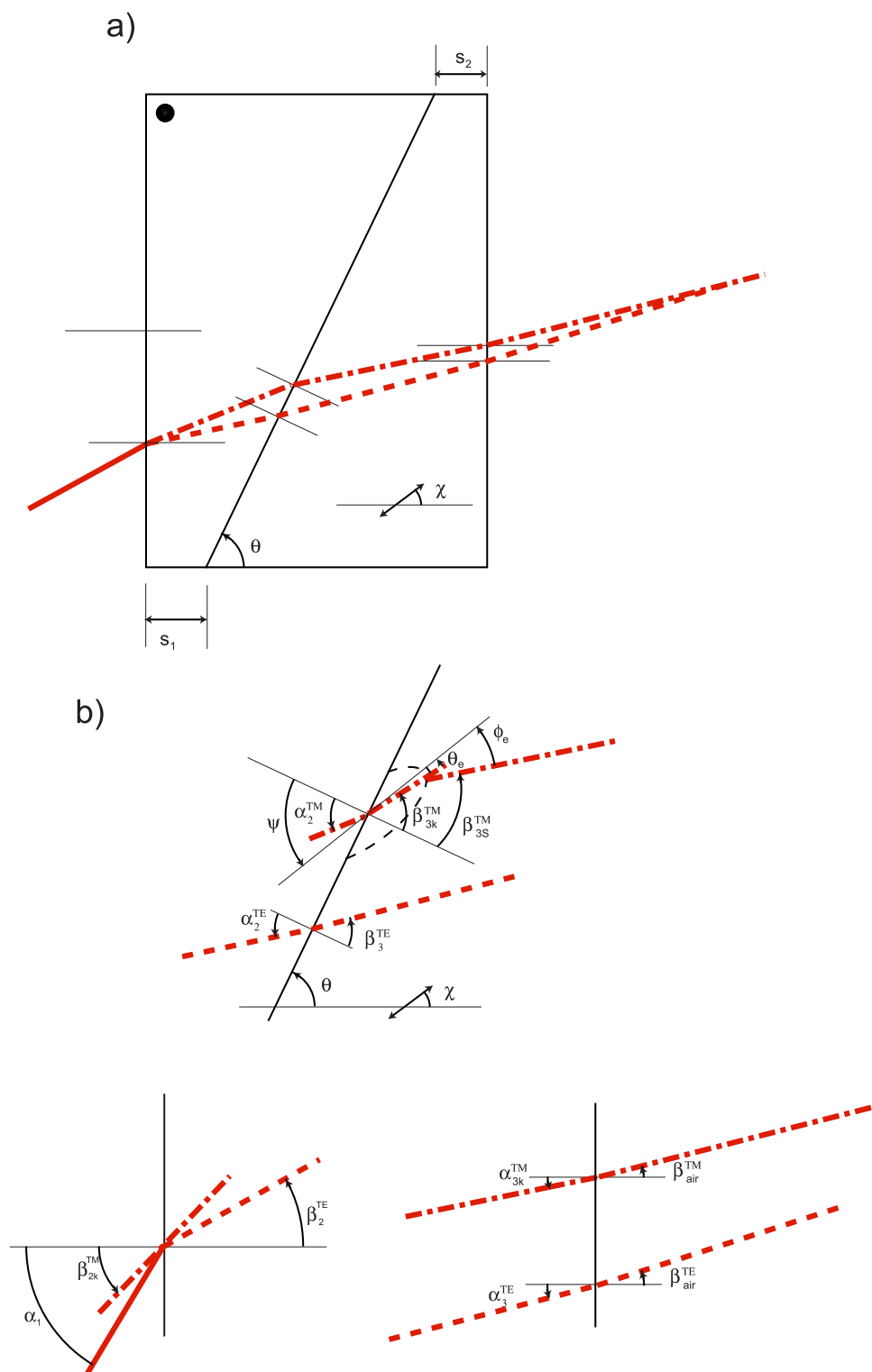
$$n_e(\theta_{e2}) \sin(\alpha_{4k}^{TM}) = n_1 \sin(\beta_{air}^{TM}) \quad (\text{B.61})$$

avec

$$\alpha_4^{TE} = -\frac{\pi}{2} + \theta_2 + \beta_4^{TE} \quad (\text{B.62})$$

$$\alpha_{4k}^{TM} = -\frac{\pi}{2} + \theta_2 + \beta_{4k}^{TM} \quad (\text{B.63})$$

De même que précédemment, les fonctions de phase sont calculées numériquement.



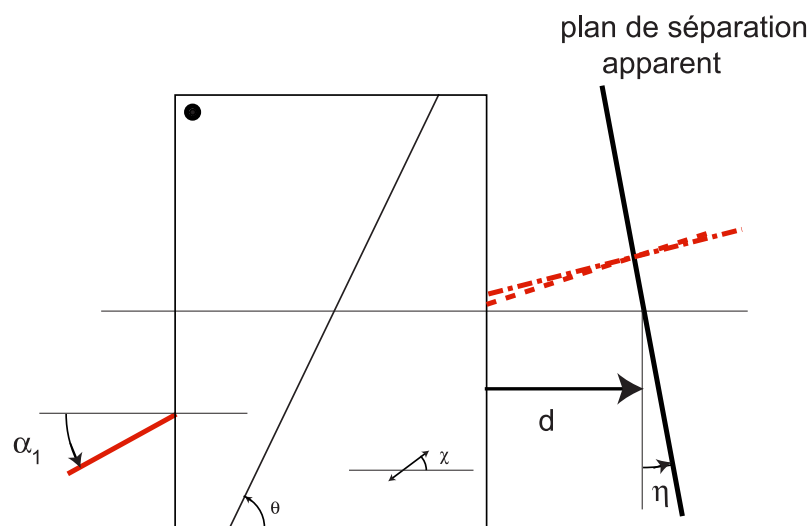


FIG. B.3: Définition de la position du plan de séparation apparent par rapport à la face de sortie du prisme.

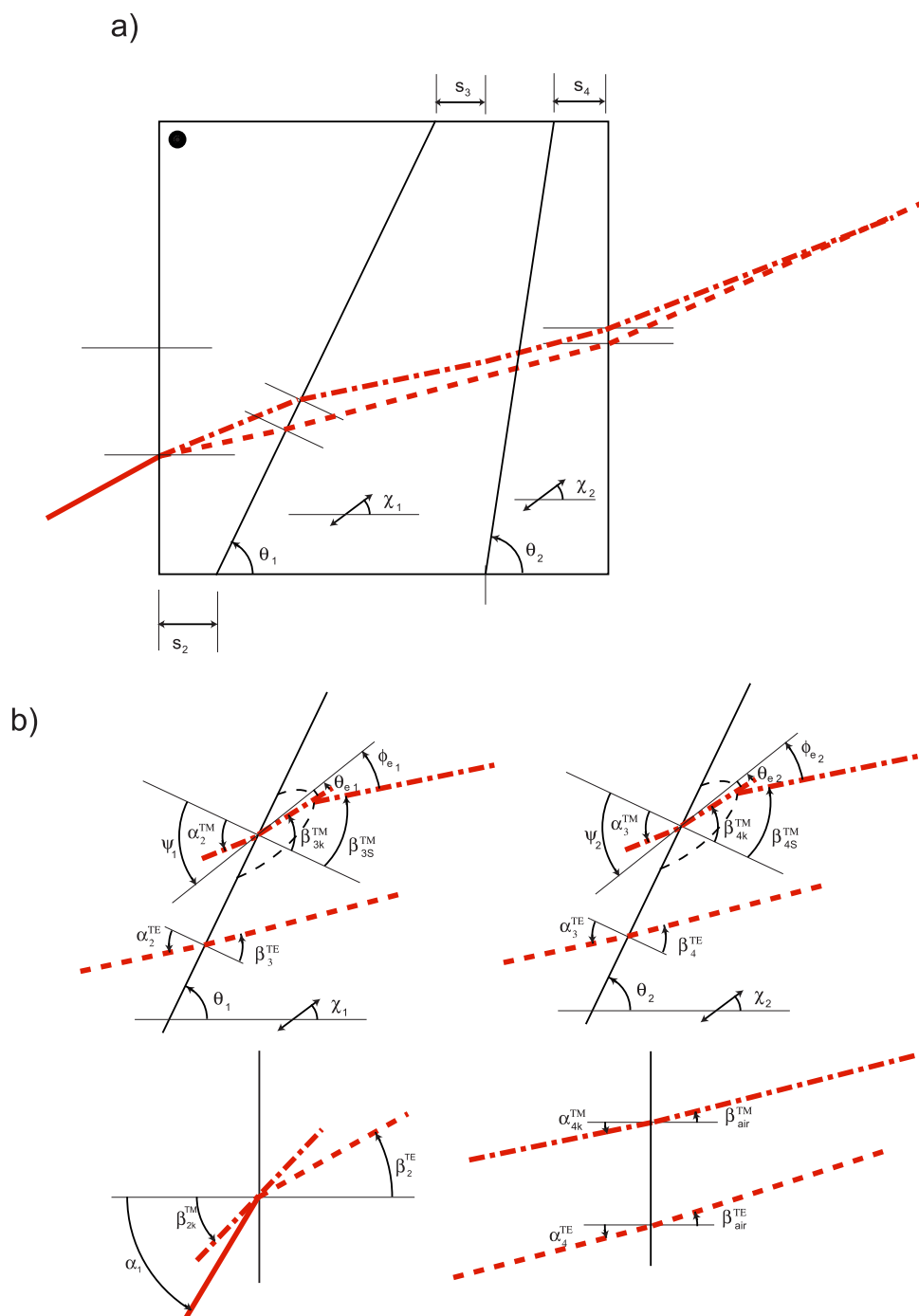


FIG. B.4: a) Géométrie du prisme de Wollaston double, b) Définition des angles de réfraction.

Annexe C

Calcul des paramètres de modulation pour une source « lente »

Formellement, la figure d'interférences se met sous la forme

$$I(l, m, t) = (1 - \exp(-\frac{t - t_0}{\tau})) (I_0 + A \cos[\phi(l, m) + \psi(t)]) \quad (C.1)$$

où τ est le temps de montée de la LED, et t_0 est l'instant d'allumage de la LED. On garde une modulation de la forme

$$\psi(t) = \psi_0 \sin(2\pi f_{mod} t + \theta). \quad (C.2)$$

et les images obtenues en intégrant sur un quart de période de modulation s'obtiennent avec

$$E_p = \int_{\frac{(p-1)T}{4}}^{\frac{pT}{4}} I(t) dt. \quad (C.3)$$

On forme les combinaisons linéaires

$$\Sigma_s = -(E_1 - E_2 - E_3 + E_4) = \frac{A}{\Gamma_s} \sin(\phi) \quad (C.4)$$

$$\Sigma_c = -(E_1 - E_2 + E_3 - E_4) = \frac{A}{\Gamma_c} \cos(\phi) \quad (C.5)$$

avec

$$\Gamma_s = \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \frac{8J_{2n+1}(\psi_0)}{\omega(2n+1)} \sin((2n+1)\theta) \quad (C.6)$$

$$\begin{aligned} \Gamma_c = & \sum_{n=0}^{\infty} J_{4n+2}(\psi_0) \left[\frac{8}{\omega(2n+1)} \sin(2(2n+1)\theta) \right. \\ & + \frac{4\tau}{1 + 4(2n+1)^2 \omega^2 \tau^2} \times \\ & \left. \left\{ (1 + \exp(-\frac{\pi}{2\tau\omega})) (\cos(2\theta(2n+1)) - 2\tau(2n+1)\omega \sin(2\theta(2n+1))) \right\} \right] \quad (C.7) \end{aligned}$$

où on a posé

$$\omega = 2\pi f_{mod} \quad (C.8)$$

Pour choisir les paramètres de modulation ψ et θ , on suppose chaque image E_p affectée par un bruit blanc, gaussien n_p , d'écart-type σ . On pose

$$N_s = -n_1 + n_2 + n_3 - n_4 \quad (C.9)$$

$$N_c = -n_1 + n_2 - n_3 + n_4 \quad (C.10)$$

La mesure de la phase ϕ est alors entachée d'une erreur ε

$$\eta = \tan(\phi + \varepsilon) = \frac{\Sigma_s + N_s}{\Sigma_c + N_c} \quad (C.11)$$

Comme $|n_p| \ll |E_p|$

$$\eta \simeq \tan(\phi) \left(1 + \frac{N_s}{\Sigma_s} \right) \left(1 - \frac{N_c}{\Sigma_c} + \left(\frac{N_c}{\Sigma_c} \right)^2 \right) \quad (C.12)$$

$$\eta^2 \simeq \tan^2(\phi) \left(1 + 2\frac{N_s}{\Sigma_s} + \left(\frac{N_s}{\Sigma_s} \right)^2 \right) \left(1 - 2\frac{N_c}{\Sigma_c} + 3\left(\frac{N_c}{\Sigma_c} \right)^2 \right) \quad (C.13)$$

On en déduit

$$\langle \eta \rangle \simeq \tan(\phi) \left(1 + \frac{4\sigma^2}{\Sigma_c^2} \right) \quad (C.14)$$

$$\langle \eta^2 \rangle \simeq \tan^2(\phi) \left(1 + 4\sigma^2 \left(\frac{1}{\Sigma_s^2} + \frac{3}{\Sigma_c^2} \right) \right) \quad (C.15)$$

En écrivant le développement de (C.11), on a par ailleurs

$$\langle \eta \rangle \simeq \tan(\phi) + (1 + \tan^2(\phi)) \langle \varepsilon \rangle + \tan(\phi) (1 + \tan^2(\phi)) \langle \varepsilon^2 \rangle \quad (C.16)$$

$$\begin{aligned} \langle \eta^2 \rangle \simeq & \tan^2(\phi) + 2\tan(\phi)(1 + \tan^2(\phi)) \langle \varepsilon \rangle \\ & + ((1 + \tan^2(\phi))^2 + 2\tan^2(\phi)(1 + \tan^2(\phi))) \langle \varepsilon^2 \rangle \end{aligned} \quad (C.17)$$

On en déduit

$$\langle \varepsilon \rangle = 4\sigma^2 \sin(\phi) \cos(\phi) \left(\frac{1}{\Gamma_c^2} - \frac{1}{\Gamma_s^2} \right) \quad (C.18)$$

$$\langle \varepsilon^2 \rangle = 4\sigma^2 \left(\frac{\sin^2(\phi)}{\Gamma_c^2} + \frac{\cos^2(\phi)}{\Gamma_s^2} \right) \quad (C.19)$$

L'optimisation des paramètres de modulation consiste donc à chercher le couple (ψ_0, θ) qui maximise $\Gamma = \Gamma_s = \Gamma_c$. Pour une fréquence de modulation de 50.3kHz on obtient :

- $\psi_{sol} = 2.45rad$ et $\theta = 0.98rad$ pour $\tau = 0s$,
- $\psi_{sol} = 2.55rad$ et $\theta = 0.85rad$ pour $\tau = 3.84 \times 10^{-6}s$ (temps mesuré sur une LED ROITHNER de référence LED630-66-60). Le temps caractéristique τ est alors proche du temps d'éclairage dans une séquence à quatre images à la fréquence de modulation ($\simeq 5 \times 10^{-6}s$).

Annexe D

Indices de réfraction de solutions

Le tableau présente les indices de réfraction d'un certain nombre de solutions utilisées. Ils ont été mesurés pour une longueur d'onde de 633 nm, à une température de 25°C. On a utilisé un réfractomètre de Pulfrich, avec un prisme dont l'indice est $N = 1.61658$. En mesurant l'angle limite de réfraction i , on déduit l'indice n du liquide en contact avec le prisme par

$$n^2 = N^2 - \sin^2 i \quad (\text{D.1})$$

L'incertitude sur la mesure de i est de l'ordre de la minute d'angle, de sorte que l'incertitude sur la valeur mesurée de l'indice est de l'ordre de 5×10^{-5} . Disposant d'une mesure

Solution	indice de réfraction
Eau (milliQ)	1.3307
ethanol (pur)	1.3597
eau + 2% d'éthanol (en volume)	1.3314
eau + 1% d'éthanol (en volume)	1.3309
acétone (pur)	1.3549
formamide (pur)	1.4419
solution de KCl 1M	1.3340
solution de KCl $10^{-1}M$	1.3317
solution de KCl $10^{-2}M$	1.3309
tampon KH_2PO_4 , pH7 1M	1.3503
tampon SSC, 1M	1.3331

TAB. D.1: Indice de réfraction de quelques solutions à 25°C.

de l'indice de solutions de KCl à plusieurs concentrations, on peut en déduire une relation empirique entre la concentration en sel et l'indice de réfraction. La figure D.1 présente l'évolution de l'indice de réfraction d'une solution de KCl en fonction de la racine carrée de sa concentration. Le graphe est linéaire, et un ajustement fournit la relation empirique :

$$n_{KCl} \simeq 1.3306 + 3.4 \times 10^{-3} \sqrt{c[M]} \quad (\text{D.2})$$

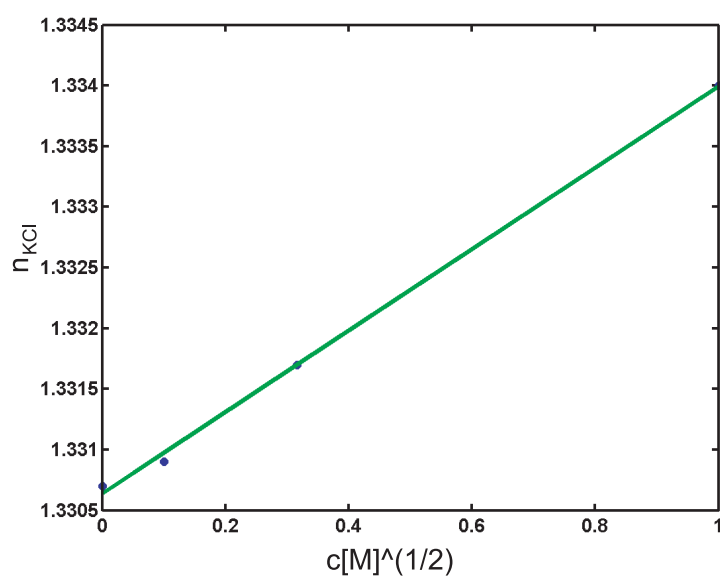


FIG. D.1: Indice de réfraction d'une solution de KCl en fonction de sa concentration.

Annexe E

Les poutres d'Euler-Bernoulli traitées en éléments finis

On a montré, au paragraphe 1.3 du chapitre 2 que la résolution du problème direct se ramène à la minimisation de l'énergie potentielle $\Delta_u(\mathbf{u}^*)$ par rapport au champ de déplacement $\mathbf{u}^*$ de la structure. La méthode des éléments finis consiste donc à choisir une base de champs de déplacements définis par morceaux, et à minimiser l'énergie potentielle sur la base ainsi définie. On se restreint ici au cas d'une poutre, soumise à de la flexion plane dans son plan.

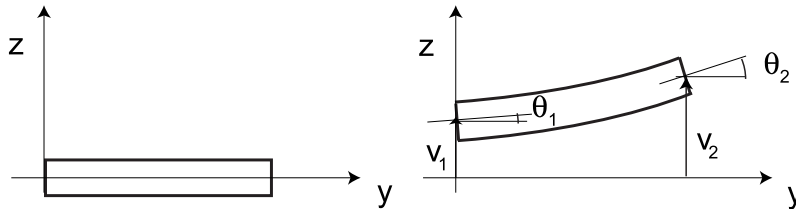


FIG. E.1: Description de la cinématique d'un élément poutre.

La figure E.1 décrit les paramètres qui vont être utilisés pour représenter les déformations d'un élément de poutre de longueur l . A chaque extrémité de l'élément, le déplacement se résume à un déplacement vertical noté v , et une rotation de la section correspondante, notée θ . On choisit de décrire, entre les noeuds, les déplacements verticaux sous la forme d'un polynôme de degré 3

$$v(y) = a_3 y^3 + a_2 y^2 + a_1 y + a_0 \quad (\text{E.1})$$

L'hypothèse d'Euler-Bernoulli précise qu'en tout point

$$\theta(y) \simeq \frac{\partial v(y)}{\partial y} = 3a_3 y^2 + 2a_2 y + a_1 \quad (\text{E.2})$$

En introduisant les conditions aux extrémités de l'élément, on obtient le déplacement $v(y)$

et la rotation $\theta(y)$ en fonction des déplacements aux extrémités

$$\begin{bmatrix} v(y) \\ \theta(y) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 - 3\tilde{y}^2 + 2\tilde{y}^3 & l(\tilde{y} - 2\tilde{y}^2 + \tilde{y}^3) & (3\tilde{y}^2 - 2\tilde{y}^3) & l(\tilde{y}^3 - \tilde{y}^2) \\ \frac{6}{l}(\tilde{y}^2 - \tilde{y}) & (3\tilde{y}^2 - 4\tilde{y} + 1) & -\frac{6}{l}(\tilde{y}^2 - \tilde{y}) & (3\tilde{y}^2 - 2\tilde{y}) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} v_1 \\ \theta_1 \\ v_2 \\ \theta_2 \end{bmatrix} \quad (\text{E.3})$$

où on a introduit

$$\tilde{y} = \frac{y}{l} \quad (\text{E.4})$$

L'assemblage des matrices (E.3) relatives à tous les éléments de la structure constitue un exemple des décompositions décrites formellement par l'équation (1.100). L'équation (2.19) a montré que l'énergie potentielle $\Delta_u(\mathbf{u}^*)$ s'écrit comme la différence entre l'énergie de déformation et le travail du champ de déplacement $\mathbf{u}^*$ dans les efforts imposés.

$$\Delta_u = E_d - W_F \quad (\text{E.5})$$

L'énergie élastique s'écrit, si on néglige l'énergie de déformation associée au cisaillement

$$E_d = \frac{1}{2} \int_{y=0}^{y=l} EI \left(\frac{\partial^2 v}{\partial y^2} \right)^2 dy \quad (\text{E.6})$$

On obtient, à partir de l'expression (E.3)

$$E_d = \frac{12}{l^3} (v_2 - v_1)^2 + \frac{4}{l} (\theta_2^2 + \theta_1^2 + \theta_1 \theta_2) + \frac{12}{l^2} (v_1 \theta_1 + v_1 \theta_2 - v_2 \theta_1 - v_2 \theta_2) \quad (\text{E.7})$$

qui se réécrit

$$E_d = \frac{1}{2} \mathbf{U}^t \mathcal{K}_G \mathbf{U} \quad (\text{E.8})$$

avec

$$\mathbf{U}^t = [v_1, \theta_1, v_2, \theta_2] \quad (\text{E.9})$$

$\mathcal{K}_G$ est appelée matrice de rigidité de l'élément, et est symétrique :

$$\mathcal{K}_G = \frac{EI}{l^3} \begin{bmatrix} 12 & 6l & -12 & 6l \\ 6l & 4l^2 & -6l & 2l^2 \\ -12 & -6l & 12 & -6l \\ 6l & 2l^2 & -6l & 4l^2 \end{bmatrix} \quad (\text{E.10})$$

Il est à noter que cette fonction E_d est celle qui sert à construire la fonction f (équation (2.44)) dans la procédure d'identification. Quand on considère une structure complète, composée de N éléments, on écrit de la même manière l'énergie de déformation totale comme la somme des énergies de déformation de chaque élément. L'énergie de déformation de la structure s'écrit

$$E_d^{struct} = \mathbf{U}^{struct^t} \mathcal{K}_{struct} \mathbf{U}^{struct} \quad (\text{E.11})$$

Le travail des efforts imposés s'écrit sous la forme

$$W_F = \mathbf{U}^{\text{struct}^t} \mathbf{F} \quad (\text{E.12})$$

de sorte que la minimisation de l'énergie potentielle $\Delta_u(\mathbf{U}^{\text{struct}})$ par rapport au champ $\mathbf{U}^{\text{struct}}$ revient à résoudre le système linéaire

$$\mathcal{K}_{\text{struct}} \mathbf{U}^{\text{struct}} = \mathbf{F} \quad (\text{E.13})$$

La matrice $\mathcal{K}_{\text{struct}}$ ainsi écrite n'est en général pas inversible, les deux modes singuliers correspondants aux deux déplacements de corps rigide de la structure (translation et rotation dans le plan). Au moins deux conditions sur les déplacements doivent être imposées dans le système (E.13) (déplacement imposés) pour qu'il possède une solution unique.

Annexe F

Algorithme de décomposition en valeurs singulières

1 Algorithme

L'objectif est de calculer la décomposition en valeurs singulières de la matrice $\mathcal{M}$

$$\mathcal{M} = \mathcal{H} \mathcal{J} \mathcal{K}^t \tag{F.1}$$

avec $\mathcal{J}$ une matrice diagonale, $\mathcal{H}$ et $\mathcal{K}$ deux matrices orthogonales. La matrice $\mathcal{K}$ étant initialisée avec

$$\mathcal{K} = I \tag{F.2}$$

l'algorithme « standard » consiste en la répétition de la séquence suivante :

$$\forall (i, j), i < j$$

extraire la sous-matrice de (i, j) de $\mathcal{M}^t \mathcal{M}$

$$\begin{bmatrix} a & c \\ c & b \end{bmatrix}$$

$$a = \sum_{k=1}^n M_{ki}^2$$

$$b = \sum_{k=1}^n M_{kj}^2$$

$$c = \sum_{k=1}^n M_{ki} M_{kj}$$

calculer la rotation qui diagonalise la sous-matrice

$$\xi = \frac{b-a}{2c}$$

$$t = \frac{\text{sign} \xi}{|\xi| + \sqrt{1 + \xi^2}}$$

$$cs = \frac{1}{\sqrt{1+t^2}}$$

$$sn = cs \times t$$

appliquer cette rotation à $\mathcal{M}$

$$\forall k \in \{1 \dots n\}$$

$$tmp = M_{ki}$$

$$M_{ki} = cs \times tmp - sn \times M_{kj}$$

$$M_{kj} = sn \times tmp + cs \times M_{kj}$$

appliquer cette rotation à $\mathcal{K}$

$$\forall k \in \{1 \dots n\}$$

$$tmp = K_{ki}$$

$$K_{ki} = cs \times tmp - sn \times K_{kj}$$

$$K_{kj} = sn \times tmp + cs \times K_{kj}$$

Les valeurs singulières sont alors la norme euclidienne de chacune des colonnes de la matrice $\mathcal{M}$ finale, et les vecteurs singuliers gauches sont les colonnes normées de cette même matrice finale. L'algorithme standard de décomposition utilise le critère de convergence suivant : si on appelle $\mathcal{S} = \mathcal{M}^t \mathcal{M}$, alors le calcul se termine lorsque

$$\frac{S_{ij}}{\max_{kl} |S_{kl}|} < tol \quad (F.3)$$

Demmel *et al.* [82] ont proposé d'arrêter le calcul après N_r itérations quand

$$C(N_r) = \frac{S_{ij}}{\sqrt{S_{ii} S_{jj}}} < tol \quad \forall (i, j) \quad (F.4)$$

La démonstration des gains induits par cette modification, ainsi que plusieurs exemples peuvent être trouvés dans [142].

2 Bornes d'erreur et critère d'arrêt

Si N_r est le nombre d'itérations effectué, ε la précision de la machine et tol la tolérance imposée par l'utilisateur, alors l'erreur relative sur la valeur singulière J_{ll} est bornée

$$\frac{|J_{ll} - \tilde{J}_{ll}|}{J_{ll}} \leq (72 \times N_r \varepsilon + n^2 \times \varepsilon + n \times tol) \times \kappa + n\varepsilon \quad (\text{F.5})$$

où $\tilde{J}_{ll}$ est la valeur calculée de J_{ll} , et $\kappa = \frac{\max_l J_{ll}}{\min_l J_{ll}}$. Il est également possible de démontrer le caractère optimal de cette borne [142]. Aussi, une nouvelle itération améliore la qualité de la décomposition si la somme

$$S_c = 72 \times N_r \varepsilon + n \times \left(\max_{ij} \frac{S_{ij}}{\sqrt{S_{ii}S_{jj}}} \right) \quad (\text{F.6})$$

diminue, $\max_{ij} \frac{S_{ij}}{\sqrt{S_{ii}S_{jj}}}$ estime la qualité de la solution obtenue après N_r itérations. On ne garde donc le résultat d'une itération que si

$$C(N_r + 1) < C(N_r) - \frac{72\varepsilon}{n} \quad (\text{F.7})$$

En pratique, ce critère est vérifié en moyenne sur les 10 dernières itérations.

Annexe G

Calcul du jacobien d'une décomposition en valeurs singulières

1 Cas général

Les principales idées de cette démonstration ont initialement été proposées dans [143]. Connaissant la décomposition en valeurs singulières de la matrice $\mathcal{M}$

$$\mathcal{M} = \mathcal{H} \mathcal{J} \mathcal{K}^t \quad (\text{G.1})$$

on cherche à déterminer le jacobien $\mathbf{D}_p$

$$\mathbf{D}_p = \frac{\partial \mathcal{M}}{\partial p} \quad (\text{G.2})$$

où p est un paramètre scalaire servant à construire $\mathcal{M}$ (par exemple, p est une composante du champ de déplacement ou un paramètre de modélisation). Rappelons que, par définition de la décomposition en valeurs singulières [37], $\mathcal{J}$ est diagonale, et les matrices $\mathcal{H}$ et $\mathcal{K}$ sont orthogonales. Les éléments sur la diagonale de $\mathcal{J}$ sont les valeurs singulières, les colonnes des matrices $\mathcal{H}$ (resp. $\mathcal{K}$) sont les vecteurs singuliers gauches (resp. droits). Les conditions d'orthogonalité s'écrivent

$$\mathcal{H}^t \mathcal{H} = I \quad (\text{G.3})$$

$$\mathcal{K}^t \mathcal{K} = I \quad (\text{G.4})$$

où I est la matrice identité. La dérivation de l'équation (G.1) par rapport au paramètre p donne

$$\frac{\partial \mathcal{M}}{\partial p} = \frac{\partial \mathcal{H}}{\partial p} \mathcal{J} \mathcal{K}^t + \mathcal{H} \frac{\partial \mathcal{J}}{\partial p} \mathcal{K}^t + \mathcal{H} \mathcal{J} \frac{\partial \mathcal{K}^t}{\partial p} \quad (\text{G.5})$$

On pose alors $\mathcal{M}_p$ comme

$$\mathcal{M}_p = \frac{\partial \mathcal{M}}{\partial p} \quad (\text{G.6})$$

Par dérivation des équations (G.3), on obtient

$$\frac{\partial \mathcal{H}^t}{\partial p} \mathcal{H} + \mathcal{H}^t \frac{\partial \mathcal{H}}{\partial p} = (\Omega_H^p)^t + \Omega_H^p = 0 \quad (\text{G.7})$$

$$\frac{\partial \mathcal{K}^t}{\partial p} \mathcal{K} + \mathcal{K}^t \frac{\partial \mathcal{K}}{\partial p} = (\Omega_K^p)^t + \Omega_K^p = 0 \quad (\text{G.8})$$

avec

$$\Omega_H^p = \mathcal{H}^t \frac{\partial \mathcal{H}}{\partial p} \quad (\text{G.9})$$

$$\Omega_K^p = \frac{\partial \mathcal{K}^t}{\partial p} \mathcal{K} \quad (\text{G.10})$$

Ω_H^p et Ω_K^p sont donc des matrices anti-symétriques. On déduit des équations (G.5) et (G.9)

$$\mathcal{H}^t \mathcal{M}_p \mathcal{K} = \Omega_H^p \mathcal{J} + \frac{\partial \mathcal{J}}{\partial p} + \mathcal{J} \Omega_K^p \quad (\text{G.11})$$

Par souci de généralité, on écrit

$$\mathcal{M}_p = \sum_{i,j=1}^{N_p} \alpha_{pij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j \quad (\text{G.12})$$

Comme Ω_H^p et Ω_K^p sont des matrices anti-symétriques, et comme $\mathcal{J}$ est diagonale, les éléments diagonaux de $\Omega_H^p \mathcal{J}$ et $\mathcal{J} \Omega_K^p$ sont nuls. On en déduit la dérivée des valeurs singulières par rapport à p

$$\frac{\partial J_{rr}}{\partial p} = \sum_{i,j=1}^{N_p} \alpha_{pij} H_{ir} K_{jr} \quad (\text{G.13})$$

En utilisant leurs propriétés d'antisymétrie, les éléments des matrices Ω_H^p et Ω_K^p satisfont un système d'équations linéaires, obtenu à partir des éléments non diagonaux de l'équation (G.11)

$$J_{ss} \Omega_{Hrs}^p + J_{rr} \Omega_{Krs}^p = \sum_{i,j=1}^{N_p} \alpha_{pij} H_{ir} K_{js} \quad (\text{G.14})$$

$$J_{rr} \Omega_{Hrs}^p + J_{ss} \Omega_{Krs}^p = - \sum_{i,j=1}^{N_p} \alpha_{pij} H_{is} K_{jr} \quad (\text{G.15})$$

Ce système a une solution unique pourvu que $J_{ss} \neq J_{rr}$ pour $s \neq r$, c'est-à-dire si la décomposition en valeurs singulières a une solution unique. Une fois Ω_H^p et Ω_K^p calculées, on obtient

$$\mathbf{D}_p = \frac{\partial \mathcal{K}}{\partial p} = -\mathcal{K} \Omega_K^p \quad (\text{G.16})$$

Ce calcul permet de calculer de manière semi-analytique le jacobien de l'écart à l'équilibre (2.52)

$$\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} = \frac{\partial \mathcal{M}}{\partial \mathbf{U}} \mathbf{L} + \mathcal{M} \frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{U}} \quad (\text{G.17})$$

En remarquant que le premier terme s'assimile à la matrice de rigidité identifiée multipliée par le champ de déplacement mesuré,

$$\frac{\partial \mathcal{M}}{\partial \mathbf{U}} \mathbf{L} = \mathcal{K}_G \quad (\text{G.18})$$

il vient

$$\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} = \mathcal{K}_G + \mathcal{M} \frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{U}} \quad (\text{G.19})$$

Du fait de la procédure employée (voir paragraphe 3.1) du chapitre 2), le jacobien $\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}}$ peut donc être obtenu de manière semi-analytique à partir de la décomposition en valeurs singulières de la matrice $\mathcal{M}$.

2 Dégénérescence à proximité de la singularité

A la solution, la plus petite valeur singulière est nulle (voir paragraphe 3.1 du chapitre 2)

$$J_{NN} = 0 \quad (\text{G.20})$$

Le système (G.14) donne

$$J_{tt} \Omega_{KtN}^p = \sum_{i,j=1}^{N_p} \alpha_{pij} H_{it} K_{jN} \quad (\text{G.21})$$

en remarquant que

$$K_{Gip} = \sum_{j=1}^{N_p} \alpha_{pij} K_{jN} \quad (\text{G.22})$$

(G.21) se réduit à

$$\Omega_{KtN}^p = \frac{1}{J_{tt}} \sum_{l=1}^{N_p} H_{lt} K_{Glp} \quad (\text{G.23})$$

On en déduit (avec (G.9)) le gradient

$$\frac{\partial K_{rN}}{\partial \mathbf{U}} = - \sum_{t=1}^{N_p-1} K_{rt} \Omega_{KtN}^p \quad (\text{G.24})$$

et le jacobien

$$\left. \frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} \right|_i = K_{Gip} + \sum_{r=1}^{N_p} M_{ir} \frac{\partial K_{rN}}{\partial \mathbf{U}} \quad (\text{G.25})$$

$$= K_{Gip} - \sum_{l=1}^{N_p} K_{Glp} \sum_{r=1}^{N_p} M_{ir} L_{rl} \quad (\text{G.26})$$

avec

$$L_{rl} = \sum_{t=1}^{N_p-1} \frac{K_{rt} H_{lt}}{J_{tt}} \quad (\text{G.27})$$

$\mathcal{L}$ apparaît comme le pseudo-inverse de $\mathcal{M}$, c'est-à-dire qu'avec la notation retenue

$$\mathcal{L} = \mathcal{K} \mathcal{J}^* \mathcal{H}^t \quad (\text{G.28})$$

$\mathcal{J}^*$ est déduite de $\mathcal{J}$ avec

$$J_{kk}^* \begin{cases} = \frac{1}{J_{kk}} & \text{si } J_{kk} > 0 \\ = 0 & \text{sinon} \end{cases}$$

de sorte qu'avec $J_{NN} = 0$,

$$\sum_{r=1}^{N_p} M_{ir} L_{rl} = \sum_{q=1}^{N-1} H_{iq} H_{lq} \quad (\text{G.29})$$

$$= \sum_{q=1}^N H_{iq} H_{lq} - H_{iN} H_{lN} \quad (\text{G.30})$$

$$= \delta_{il} - H_{iN} H_{lN} \quad (\text{G.31})$$

où δ_{il} représente le symbole de Kronecker. Il vient alors

$$\left. \frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} \right|_i = \sum_{l=1}^{N_p} K_{GlP} H_{iN} H_{lN} \quad (\text{G.32})$$

Si on appelle $\mathbf{H}_0$ la dernière colonne de la matrice $\mathcal{H}$, on appelle $\mathbf{U}_p$ la direction donnée par

$$\mathbf{U}_p = \mathbf{H}_0^t \mathcal{K}_{\mathcal{G}} \quad (\text{G.33})$$

Le jacobien s'exprime alors

$$\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} = \mathbf{H}_0 \otimes \mathbf{U}_p \quad (\text{G.34})$$

Par conséquent, pour toute perturbation $\delta \mathbf{U}$ orthogonale à la direction $\mathbf{U}_p$

$$\mathbf{U}_p \cdot \delta \mathbf{U} = 0 \quad (\text{G.35})$$

$$\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}} \cdot \delta \mathbf{U} = \mathbf{0} \quad (\text{G.36})$$

Ainsi, $\mathbf{U}_p$ apparaît comme la seule direction non-singulière du gradient $\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}}$. C'est le nombre de valeurs singulières nulles de $\mathcal{M}$ qui détermine le nombre de directions non-singulières du jacobien $\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}}$. Cette direction reste donc unique, quelle que soit la dimension de la matrice $\mathcal{M}$, tant que la valeur singulière nulle de $\mathcal{M}$ reste unique, c'est-à-dire tant que la décomposition de $\mathcal{M}$ est unique, aux permutations près.

Annexe H

Effet d'un bruit de mesure sur la projection d'un champ de déplacement

On reprend dans cette annexe les notations introduites au paragraphe 4.2.3 du chapitre 1. La projection des champs de déplacements qui y est décrite vise en général à conserver les composantes à grande longueur de variation, éliminant ainsi les variations à haute fréquence, caractéristique du bruit de mesure (on a vérifié au paragraphe 3.1 du chapitre 1 qu'il est décorrélé spatialement). En pratique, le résultat de ce filtrage est (faiblement) affecté par le bruit de mesure, de sorte que la composante de la perturbation $\delta\mathbf{U}$ correspondante parallèle à $\mathbf{U}_p$ n'est pas nulle. Le bruit de mesure affecte donc l'identification par la technique présentée au chapitre 2. On cherche, connaissant une description statistique du bruit de mesure, à donner une description des erreurs commises sur la composante $\mathbf{U}_p$ du champ de déplacement, puisqu'elle est déterminante dans la procédure d'identification (voir paragraphe 5.1 du chapitre 2). On décompose la perturbation $\delta\mathbf{U}$

$$\delta\mathbf{U} = \kappa\mathbf{U}_p + \mathcal{W}s \quad (\text{H.1})$$

$\mathbf{U}_p$ et $\mathcal{W}$ sont construits à partir de la décomposition en valeur singulière du jacobien $\frac{\partial \mathbf{F}_r}{\partial \mathbf{U}}$ calculé selon les techniques décrites dans l'annexe 1. Aussi, $\mathbf{U}_p$ et $\mathcal{W}$ sont les colonnes de la matrice des vecteurs singuliers droits du jacobien. Par conséquent

$$\mathcal{W}^t \mathbf{U}_p = \mathbf{0} \quad (\text{H.2})$$

$$\mathcal{W}^t \mathcal{W} = \mathbf{I} \quad (\text{H.3})$$

$$\mathbf{U}_p^t \mathbf{U}_p = 1 \quad (\text{H.4})$$

La réalisation de la projection, c'est à dire la minimisation de η_s (voir le paragraphe 4.2.3 du chapitre 1), donne

$$A\kappa = \mathbf{U}_p^t \mathcal{P}^t \mathbf{b} - \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \mathcal{W} \cdot^{-1} \mathcal{W}^t \mathcal{P}^t \quad (\text{H.5})$$

avec les notations

$$A = \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \mathbf{U}_p - \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \mathcal{W} \cdot^{-1} \mathcal{W}^t \mathcal{H} \mathbf{U}_p \quad (\text{H.6})$$

$$\cdot = \mathcal{W}^t \mathcal{H}^t \mathcal{W} \quad (\text{H.7})$$

$$\mathcal{H} = \mathcal{P}^t \mathcal{P} \quad (\text{H.8})$$

De plus, la partition (H.1) implique

$$\delta \mathbf{U}^t \delta \mathbf{U} = B \kappa^2 - \frac{2}{A} \mathbf{b}^t \mathcal{P} \mathcal{F} \mathcal{P}^t \mathbf{b} \quad (\text{H.9})$$

avec

$$B = 1 + \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \times \mathcal{H} \mathbf{U}_p \quad (\text{H.10})$$

$$\times = \mathcal{W}^{\cdot -1} \mathcal{W}^t \mathcal{W}^{\cdot -1} \mathcal{W}^t \quad (\text{H.11})$$

$$\mathcal{F} = \mathbf{U}_p \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \times - \mathcal{W}^{\cdot -1} \mathcal{W}^t \mathcal{H} \mathbf{U}_p \mathbf{U}_p^t \mathcal{H} \times + \times \quad (\text{H.12})$$

On en déduit l'espérance de κ^2

$$\begin{aligned} E[\kappa^2] &= \frac{\sigma_B^2}{B} \left(\mathcal{H}^{-1} \mathcal{H}^{-1} + \frac{2}{A} \mathcal{F} \right) : \mathcal{H} \\ &= \sigma_\kappa^2 \end{aligned} \quad (\text{H.13})$$

On peut également déduire le moment d'ordre supérieur

$$\begin{aligned} E[(\kappa^2 - E[\kappa^2])^2] &= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^4}{\sigma_\kappa \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma_\kappa^2}\right) dx - \sigma_\kappa^4 \\ &= 2\sigma_\kappa^4 \end{aligned} \quad (\text{H.14})$$

Connaissant une mesure du champ de déplacement $\mathbf{U}_{\text{mes}}$ et sa composante suivant $\mathbf{U}_p$, ces deux derniers résultats permettent de décrire la densité de probabilité de trouver la véritable valeur de $\mathbf{U}^t \mathbf{U}_p$ à la distance κ de $\mathbf{U}_{\text{mes}}^t \mathbf{U}_p$.

Annexe I

Caractérisation des micro-objets

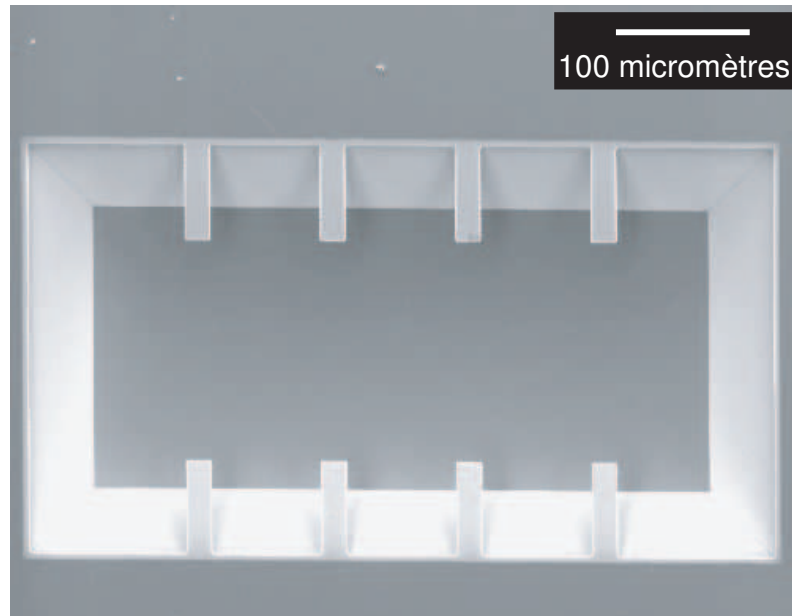


FIG. I.1: Vue au microscope électronique à balayage des objets utilisés (15 kV).

Les objets considérés (figure I.1) sont constitués de trois phases. La structure en silice est obtenue, suivant le processus décrit sur la figure 1.1, par oxydation thermique du silicium monocristallin. L'épaisseur est contrôlée par le temps et la température d'oxydation. Dans les expériences proposées, l'épaisseur de silice vaut $e_{SiO_2} = 800nm$. Après libération de la structure, une couche de titane est évaporée et condensée (20 nm), afin de permettre une bonne liaison entre la silice et la couche d'or, elle aussi évaporée-condensée, et d'épaisseur variable. On a rassemblé dans cette annexe les résultats expérimentaux obtenus et les résultats tirés de la littérature qui permettent de définir un modèle mécanique de l'objet utilisé.

1 Caractérisation géométrique

La caractérisation des dimensions et de la forme des objets utilisés s’est faite par contrôle visuel au microscope électronique à balayage. On retient pour les dimensions des leviers une longueur de 70 micromètres pour une largeur de 20 micromètres. On retiendra donc un modèle de poutre pour décrire le comportement mécanique des objets utilisés. Par ailleurs, les épaisseurs des différentes couches ont été contrôlées en microscopie électronique par analyse des courants générés dans l’échantillon en fonction de la tension d’accélération utilisée (Mesure effectuée par M. Spirckel, CTA). En effet, la « poire d’interaction » entre les électrons et la matière est située plus profondément sous la surface quand la tension d’accélération augmente. Le courant mesuré dépend des éléments en interaction avec le faisceau électronique. Pour ces objets, on a utilisé les tensions suivantes : 6 kV, 7 kV, 8 kV, 9 kV, 10 kV, 11 kV, 12 kV, 15 kV, 20 kV. La figure I.2 présente

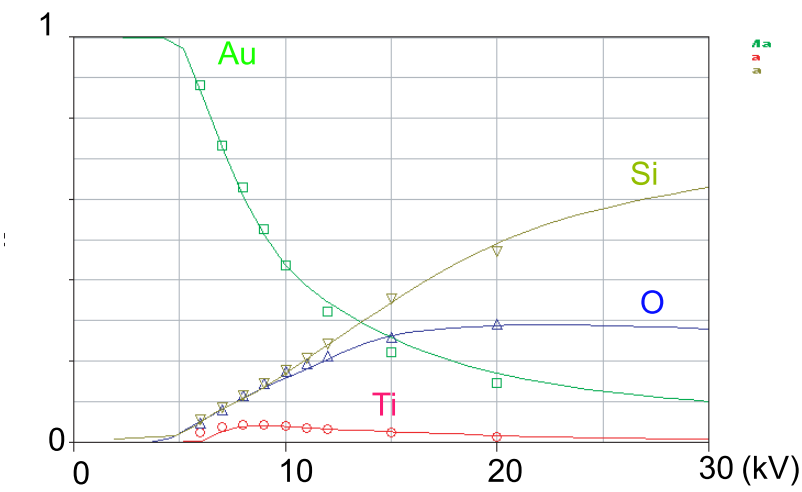


FIG. I.2: Contribution de chaque élément à l’intensité totale mesurée en fonction de la tension d’accélération.

la contribution de chaque élément à l’intensité totale mesurée en fonction de la tension d’accélération (points).

Matériau	Epaisseur (nm)	Stoechiométrie
<i>Au</i>	46 [nom. : 50]	1
<i>Ti</i>	19.8 [nom. : 20]	1
<i>SiO₂</i>	492-650 [nom. : 770]	2 :1

TAB. I.1: Paramètres géométriques identifiés.

Les traits continus sont le résultat d’une optimisation d’une simulation de cette expérience à l’aide d’un modèle multi-couche, les paramètres étant les épaisseurs et la stoechiométrie des couches. Les paramètres identifiés sont résumés dans le tableau I.1.

2 Estimation des tailles de grains

Ayant estimé la géométrie des leviers à notre disposition, on vérifie que la dimension des leviers est suffisante pour pouvoir retenir une description homogène des propriétés mécaniques. On cherche à déterminer la taille des grains de la couche d'or. En effet, l'application du formalisme de la mécanique des milieux continus est subordonnée à la définition d'un volume élémentaire représentatif (VER) satisfaisant. Pour ce faire, nous avons réalisé une attaque micrographique d'une surface d'or déposée par évaporation-condensation. La solution utilisée est obtenue en dissolvant 2,5g de di-iodure I_2 et 10 g de iodure de potassium (KI) dans 500 ml d'eau distillée. L'échantillon est trempé 4s avant d'être abondamment rincé puis séché sous un flux d'air sec. De cette manière, on attaque préférentiellement les joints de grains. On révèle leur forme et leur taille.

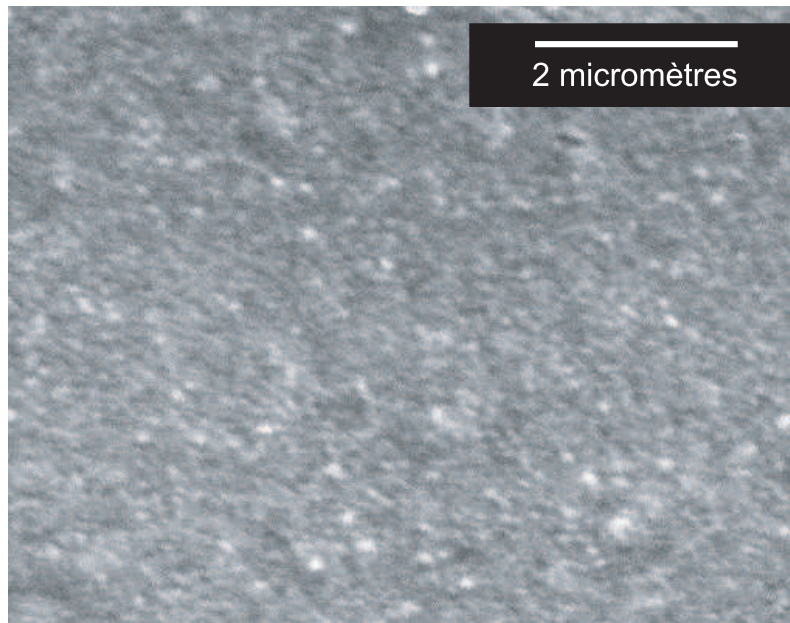


FIG. I.3: Surface d'or après attaque micrographique (MEB, 25 kV).

La figure I.3 montre la surface ainsi obtenue. La taille de grain moyenne observée sur cette image est de 93 nm. Cette valeur est confirmée par une image en microscopie à force atomique (figure I.4, image obtenue par L. Williame, LOP-ESPCI). Bien que le nombre de grains dans le champ soit trop faible pour que cette image ait une valeur statistique, la taille de grain trouvée à partir de l'image MEB (alors proche de sa limite de résolution) est retrouvée (figure I.3).

Ce résultat est de plus similaire à celui obtenu par Oliva et al. [49] en microscopie à effet tunnel (figure I.5). Dans le plan de l'objet, la taille de grain est donc suffisamment faible (environ 10 grains par micromètre dans le plan des objets). On admettra par contre que les grains présentent une structure colonnaire dans l'épaisseur du film. Ainsi, il est possible de définir un VER satisfaisant de dimension $1 \times 1 \times e_{Au} \mu m^3$, en supposant que la structure est homogène suivant l'épaisseur du film d'or. Si on admet cette hypothèse, on

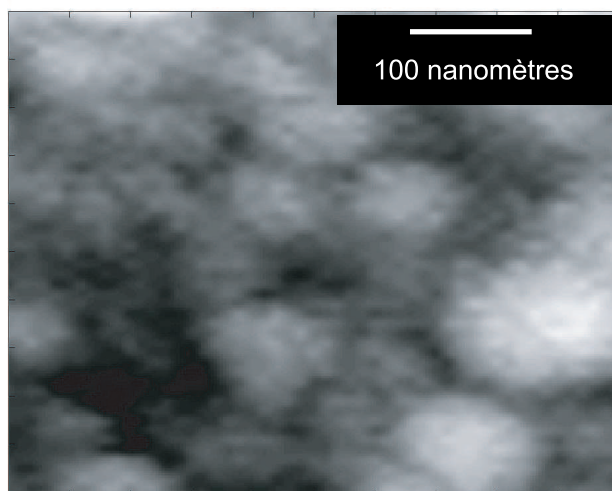


FIG. I.4: Surface d'or après attaque micrographique (microscope AFM).

peut estimer le comportement élastique de la couche d'or, par exemple à l'aide des bornes de Voigt et Reuss.

3 Caractérisation de la structure cristalline

3.1 Silice

La couche de silice est obtenue par oxydation d'un substrat de silicium monocristallin (100) (figure 1.1). Ce procédé, développé initialement pour les besoins de la micro-électronique, commence à être modélisé [144]. Des observations en microscopie électronique à transmission ont confirmé que la couche d'oxyde était essentiellement amorphe en volume, et cristalline près de la surface à partir de laquelle elle a crû (quelques couches atomiques). Il se forme dans cette région, outre des cristaux de trydimite (SiO_2 monoclinique), des phases cristallines de monoxyde de silicium [145] [146]. Ces études expérimentales montrent également la présence de pores dans la partie amorphe.

Une série d'analyses par diffraction des rayons X menée au LM3 de l'ENSAM (W. Seiler) sur des leviers en silice non recouverte d'or montre effectivement un signal faible, et un spectre de diffraction des rayons X sans signature particulière (figure I.6). On observe néanmoins un léger pic vers $2\theta = 33.8^\circ$, qui peut provenir du monoxyde de silicium. La partie du spectre correspondant à $2\theta = 68^\circ$ est toujours celle du substrat Si(100). L'épaisseur totale de silice étant grande comparée à l'épaisseur de la zone affectée par le réseau cristallin du silicium, on considérera la silice comme une phase homogène et isotrope.

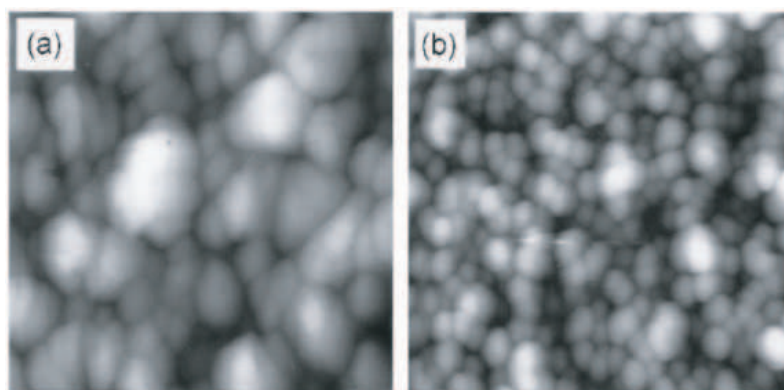


FIG. I.5: Images (STM) obtenues par Oliva et al. [49] pour des films d'or évaporés-condensés de (a) 1800 nm et (b) 630 nm. Chaque image représente un champ de $800 \times 800 \text{ nm}^2$.

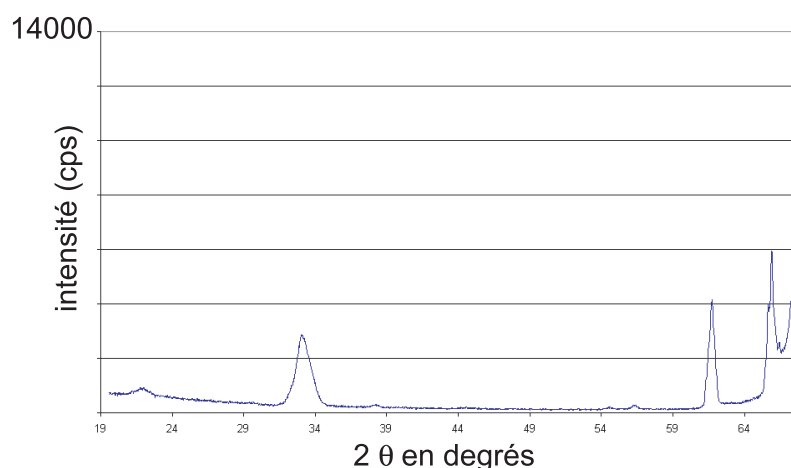


FIG. I.6: Spectre obtenu en diffraction des rayons X sur la silice nue.

3.2 Couche d'or

La couche d'or est déposée pour assurer une réflectivité suffisante aux leviers et permettre la fonctionnalisation du levier. Ce dépôt est obtenu par évaporation et condensation. Ce type de dépôt est pratiqué depuis fort longtemps, et a déjà été étudié (voir par exemple [49]). Ces dépôts sont obtenus à partir de l'évaporation thermique d'un échantillon d'or très pur (99.999 %) à basse pression. La vapeur produite se condense (cristal cfc) sur les surfaces plus froides qui sont présentes (les leviers en silice dans notre cas). On sait que dans les heures suivant le dépôt, la surface produite est le siège de mouvements atomiques significatifs à température ambiante. Ces mouvements atomiques semblent reliés à un phénomène de diffusion atomique en surface [49]. Ce n'est qu'après plusieurs heures que l'on peut observer ces surfaces. Une analyse par diffraction des rayons X a confirmé que la surface obtenue est très texturée, et que la surface cor-

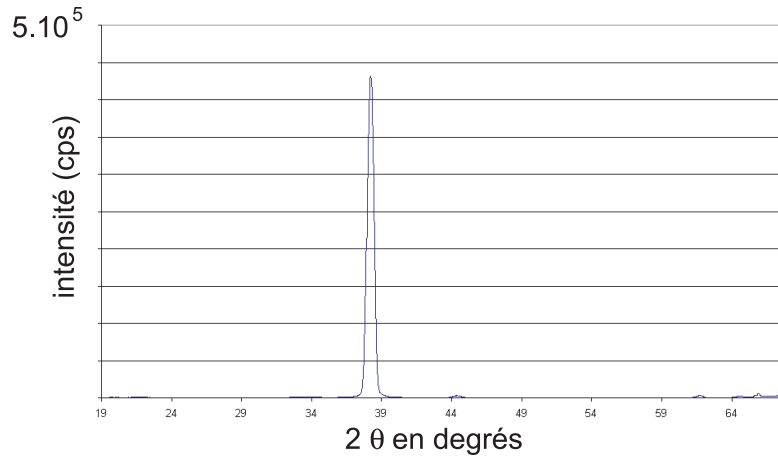


FIG. I.7: Spectre obtenu en diffraction des rayons X sur la couche d'or.

respond aux plans (111) du cristal d'or (plan dense). En effet, le spectre obtenu présente un pic très marqué à $2\theta = 38.15^\circ$ (figure I.7). Ce pic est effectivement la signature d'un plan (111) quand les rayons X sont obtenus à partir d'un tir d'électron sur une cible en cuivre. Puisque la tension d'accélération choisie (40 kV) était suffisante pour traverser entièrement la couche d'or (on remarque la trace des raies de Si(100) vers $2\theta = 68^\circ$), on en conclut que la couche d'or est cristalline et très texturée (111), sans qu'il y ait d'orientation préférentielle dans le plan (111).

Cette absence d'orientation privilégiée dans le plan du film est confirmée par le tracé d'une figure de pôles suivant l'axe (200) (figure I.8), qui montre une distribution d'orientation parfaitement isotrope dans le plan du film. Sa structure est isotrope transverse, avec son axe d'isotropie perpendiculaire à la surface du levier.

4 Modèle mécanique pour le levier

On retient un modèle de poutre composite pour décrire les leviers utilisés. La couche de silice est représentée par un matériau homogène et isotrope à l'échelle du VER. En l'absence des valeurs spécifiques aux structures traitées, on retiendra un module d'Young $E_{SiO_2} = 70$ GPa et un coefficient de Poisson $\nu_{SiO_2} = 0,19$ [15]. La couche de titane, pour laquelle on n'a pas pu obtenir d'information sur la structure (le signal de diffraction X est noyé dans celui lié à l'or), est représentée par une couche de homogène et isotrope à l'échelle du VER, avec $E_{Ti} = 96$ GPa. Enfin, la couche d'or est représentée par une couche également homogène et isotrope transverse à l'échelle du VER. Dans ce cas (favorable) d'une distribution continue et isotrope d'orientation cristalline dans le plan de l'objet, les bornes du comportement obtenues à l'aide d'une moyenne des raideurs locales (borne de Voigt) ou d'une moyenne des souplesses locales (borne de Reuss), donnent un tenseur d'élasticité identique. Dans le plan de l'objet, on pourra retenir $E_{Au} = 68$ GPa.

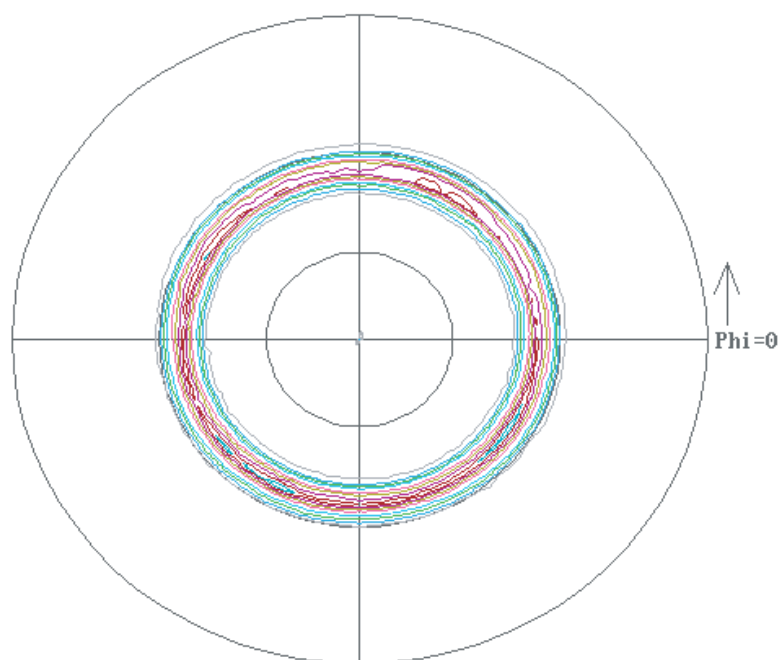


FIG. I.8: Figure de pôles d'axe (200) obtenue pour une couche d'or de 450 nm.

Annexe J

Interaction entre phases dans le cas d'un couplage flexion-tension

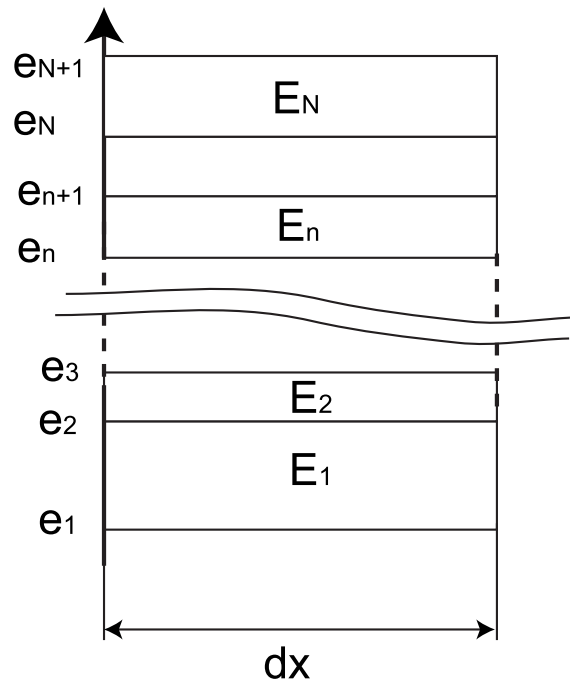


FIG. J.1: Description du modèle de poutre composite.

Dans le cas où la poutre repérée 1 au paragraphe 2.2.2 du chapitre 3 est elle-même une poutre composite (figure J.1), on n'a plus de découplage entre les problèmes de flexion et de tension. La relation de comportement s'écrit formellement

$$\begin{bmatrix} N_1 \\ M_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} R_{11} & R_{12} \\ R_{21} & R_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{du_1^e}{dx} \\ \frac{d^2v_1}{dx^2} \end{bmatrix} \quad (J.1)$$

Les coefficients de la matrice de raideur R_{ij} sont calculés en imaginant un essai de traction

du petit élément de poutre de longueur dx . Il faut alors explicitement prendre en compte le décalage de la fibre neutre δ . Si on fait l'hypothèse que le décalage de la fibre neutre existe et est constant le long de la poutre, alors on a la relation

$$\frac{du_1^e}{dx} = \delta \frac{d^2 v_1}{dx^2} \quad (\text{J.2})$$

La relation (3.20) devient

$$pb = (R_{21}\delta + R_{22}) \frac{d^4 v_1}{dx^4} - \frac{d\tau}{dx} b \left(\frac{e_1}{2} - \delta \right) = -E_2 I_2 \frac{d^4 v_2}{dx^4} + \frac{d\tau}{dx} b \frac{e_2}{2} \quad (\text{J.3})$$

On obtient alors une forme similaire à (3.24)

$$\frac{d^4 p}{dx^4} + 4a^4 p = 4\mu a^4 \frac{d\tau}{dx} \quad (\text{J.4})$$

avec

$$a^4 = \frac{b}{4S} \frac{(R_{21}\delta + R_{22}) + E_2 I_2}{(R_{21}\delta + R_{22}) E_2 I_2} \quad (\text{J.5})$$

$$\mu = \frac{(R_{21}\delta + R_{22}) \frac{e_2}{2} - E_2 I_2 \left(\frac{e_1}{2} - \delta \right)}{(R_{21}\delta + R_{22}) + E_2 I_2} \quad (\text{J.6})$$

De la même manière, en définissant la matrice de souplesse

$$\begin{bmatrix} \frac{du_1^e}{dx} \\ \frac{d^2 v_1}{dx^2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} N_1 \\ M_1 \end{bmatrix} \quad (\text{J.7})$$

et le coefficient

$$S_\delta = S_{11} + S_{12} \frac{R_{21}\delta + R_{22}}{R_{11}\delta + R_{12}} \quad (\text{J.8})$$

la compatibilité cinématique donne

$$-\frac{d\tau}{dx} \left(bS_\delta + \frac{1}{e_2 E_2} + b \frac{(\frac{e_1 + e_2}{2} - \delta)^2}{(R_{21}\delta + R_{22}) + E_2 I_2} \right) = \frac{S}{(R_{21}\delta + R_{22}) + E_2 I_2} \left((R_{21}\delta + R_{22}) \frac{e_2}{2} - E_2 I_2 \left(\frac{e_1}{2} - \delta \right) \right) \frac{d^4 p}{dx^4} \quad (\text{J.9})$$

Cette relation est semblable à la relation (3.36) utilisée au chapitre 3. Les développements seront donc identiques dans le cas où la poutre notée 1 est une poutre composite. On arrive donc à la même conclusion, montrant que l'interaction entre les phases se résume à un cisaillement homogène le long de l'interface. On a alors

$$\frac{M_1}{N_1} = \frac{R_{21}\delta + R_{22}}{R_{11}\delta + R_{12}} \quad (\text{J.10})$$

$$= \delta - \frac{e_1}{2} \quad (\text{J.11})$$

On en déduit l'équation du second degré en δ

$$R_{11}\delta^2 + (R_{12} - \frac{e_1}{2}R_{11} - R_{21})\delta - R_{22} = 0 \quad (\text{J.12})$$

qui donne alors le décalage de la fibre neutre en fonction des raideurs de la poutre. Le calcul de l'énergie stockée est donc formellement identique dans le cas d'une poutre composite que dans le cas développé au paragraphe 2.2.2 du chapitre 3.

Annexe K

Nettoyage électrochimique des surfaces métalliques

L'adsorption de molécules ou la mise en œuvre de phénomènes électrocapillaires sur une surface d'or nécessite son nettoyage préalable. Un moyen très populaire est l'utilisation d'une solution dite « Piranha », composée d'un mélange H_2SO_4/H_2O_2 , très oxydant. Son emploi est néanmoins dangereux, et le dégagement gazeux provoqué quand cette solution réagit avec un composé organique peut endommager les micro-structures. Aussi, on a développé une méthode de nettoyage électrochimique, en milieu neutre pour ne pas oxyder les espèces métalliques (Ti) qui composent les objets. Le dispositif utilisé est semblable à celui décrit sur la figure 3.25. La cellule est remplie d'une solution de KCl, de concentration 0,1 M.

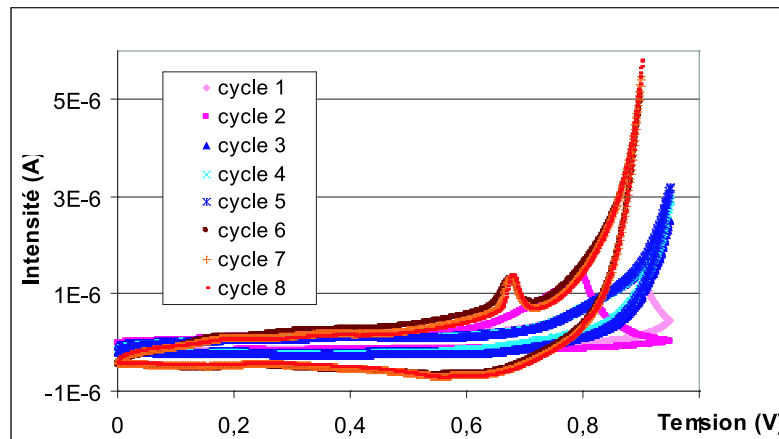


FIG. K.1: Evolution du courant lors du nettoyage électrochimique d'une surface d'or.

La figure K.1 présente l'évolution du courant mesuré, pour une vitesse de balayage de 10 mV/s, au cours de plusieurs cycles. La gamme de potentiel est ajustée pour oxyder légèrement, puis réduire la couche d'or. On effectue alors plusieurs cycles, au cours desquels le courant maximum lors de l'oxydation de l'or croît. En pratique, on a observé que

la réalisation de trois à quatre cycles semble suffisante pour nettoyer la surface.

Annexe L

Théorie de Gouy et Chapman

Gouy [135] et Chapman [136] ont séparément proposé un modèle pour des interfaces chargées. Le calcul suppose (voir [147] [148]) :

- que les ions sont des charges ponctuelles ;
- que leur polarisabilité est négligée, et que leurs interactions sont purement électrostatiques
- que le métal peut être considéré comme une surface plane de dimension infinie supportant une densité surfacique de charge σ_m ;
- que la concentration c_i de l'ion i ne dépend que de la distance au plan, x , et suit la loi de Boltzmann

$$c_i(x) = c_i^\infty \exp - \frac{z_i e (\phi(x) - \phi^\infty)}{kT} \quad (\text{L.1})$$

où ϕ^∞ représente le potentiel électrique de la solution quand $x \rightarrow \infty$ et z_i est le nombre de charges électriques élémentaires porté par chaque ion.

Dans ce cas, l'équation de Poisson donne la relation entre le potentiel $\phi(x)$ et la charge électrique volumique ρ

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} = - \frac{\rho(x)}{\epsilon_w} \quad (\text{L.2})$$

où ϵ_w est la constante diélectrique du milieu. On considérera dans tout le calcul que cette constante ne dépend pas de la concentration des différentes espèces. La densité volumique de charge en solution s'exprime à partir des concentrations de chacun des ions

$$\rho(x) = \sum_i z_i e c_i(x) \quad (\text{L.3})$$

En remplaçant cette expression dans l'équation de Poisson, on obtient l'équation de Poisson-Boltzmann. Quand $x \rightarrow \infty$, les conditions aux limites s'écrivent

$$\phi(x) \rightarrow \phi^\infty \quad (\text{L.4})$$

$$\frac{\partial \phi}{\partial x} \rightarrow 0 \quad (\text{L.5})$$

On utilise une solution de chlorure de potassium, qui ne comprend que des ions chlorure Cl^- ($z_{Cl} = -1$) et des ions potassium K^+ ($z_K = 1$). Dans ce cas, l'équation de Poisson-Boltzmann se réduit à

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} = \frac{2ec^\infty}{\epsilon_w} \sinh \frac{e(\phi(x) - \phi^\infty)}{kT} \quad (L.6)$$

Le premier membre de l'équation (L.6) se réécrit

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} = \frac{\partial}{\partial \phi} \left[\left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 \right] \quad (L.7)$$

et s'intègre entre x et $+\infty$ pour donner

$$\left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 = -\frac{4c^\infty kT}{\epsilon_w} \left[1 - \cosh \frac{e(\phi(x) - \phi^\infty)}{kT} \right] \quad (L.8)$$

On en déduit

$$\frac{\partial \phi}{\partial x} = -\sqrt{\frac{8c^\infty kT}{\epsilon_w}} \sinh \frac{e(\phi(x) - \phi^\infty)}{2kT} \quad (L.9)$$

L'équation (L.9) donne l'évolution du champ électrique en fonction de la distance x à l'électrode. Par ailleurs, l'interphase reste globalement électriquement neutre, et la charge portée par le métal est l'opposé de la charge dans la solution.

$$\sigma_m = -\int_0^\infty \rho(x) dx \quad (L.10)$$

En injectant l'équation (L.2), on obtient

$$\sigma_m = \int_0^\infty \epsilon_w \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} dx = -\epsilon_w \frac{\partial \phi}{\partial x}(x=0) \quad (L.11)$$

Finalement,

$$\sigma_m = \sqrt{8c^\infty \epsilon_w kT} \sinh \frac{e(\phi(x=0) - \phi^\infty)}{2kT} \quad (L.12)$$

La théorie de Gouy et Chapman permet ainsi de relier la différence de potentiel électrique entre le métal et la solution à la charge électrique portée par le métal.

Annexe M

Théorie de Debye et Hückel

A proximité d'un ion (choisi arbitrairement dans une solution), de charge quelconque $z_c e$, il est plus probable de trouver un ion de charge opposée qu'un ion de charge semblable. La présence d'un ion perturbe donc la distribution des charges dans son voisinage, et c'est l'objectif de la théorie de Debye-Hückel de calculer le profil de concentration des espèces chargées autour d'un ion choisi arbitrairement (voir [147] [148]). Le calcul suppose :

- que les ions sont des sphères rigides ;
- que leur polarisabilité est négligée, et que leurs interactions sont purement électrostatiques
- à toute concentration, l'électrolyte est complètement dissocié ;
- la constante diélectrique de la solution est celle du solvant pur ;
- les interactions électrostatiques sont faibles devant l'agitation thermique.

Dans tous les calculs qui suivent, on traite des moyennes temporelles des différentes grandeurs. Elles ne dépendent que de la distance r à l'ion choisi. La concentration c_i de l'ion i ne dépend que de la distance au plan, x , et suit la loi de Boltzmann

$$c_i(r) = c_i^\infty \exp\left(-\frac{z_i e(\phi(r) - \phi^\infty)}{kT}\right) \quad (\text{M.1})$$

où ϕ^∞ représente le potentiel électrique de la solution quand $x \rightarrow \infty$ et z_i est le nombre de charges électriques élémentaires porté par chaque ion. En prenant le potentiel au sein de la solution égale à 0 on obtient

$$c_i(r) = c_i^\infty \exp\left(-\frac{z_i e \phi(r)}{kT}\right) \quad (\text{M.2})$$

La densité volumique de charge en solution s'exprime à partir des concentrations de chacun des ions

$$\rho(r) = \sum_i z_i e c_i(r) \quad (\text{M.3})$$

On linéarise alors l'équation (M.3)

$$\rho(r) \simeq \sum_i z_i e c_i^\infty \left(1 - \frac{z_i e \phi(r)}{kT}\right) \quad (\text{M.4})$$

L'électroneutralité de la solution donne

$$\sum_i z_i e c_i^\infty = 0 \quad (\text{M.5})$$

On en déduit

$$\rho(r) \simeq -\frac{e^2}{kT} \phi(r) \sum_i z_i^2 c_i^\infty \quad (\text{M.6})$$

L'équation de Poisson (L.2) s'écrit, en coordonnées sphériques

$$\frac{\partial^2 \phi(r)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial \phi(r)}{\partial r} = \kappa^2 \phi(r) \quad (\text{M.7})$$

avec

$$\kappa^2 = \frac{e^2}{\epsilon_w kT} \sum_i z_i^2 c_i^\infty \quad (\text{M.8})$$

κ apparaît donc comme l'inverse d'une distance. La solution de l'équation (M.7) se met sous la forme

$$r\phi(r) = C_1 \exp(-\kappa r) + C_2 \exp(\kappa r) \quad (\text{M.9})$$

La condition de potentiel nul à l'infini impose que $C_2 = 0$. Par ailleurs, en combinant les équations (M.6), (M.8) et (M.9), on écrit

$$\rho(r) = -\frac{C_1 \epsilon_w \kappa^2}{r} \exp(-\kappa r) \quad (\text{M.10})$$

Si on suppose que les ions ne peuvent s'approcher à une distance inférieure à a de l'ion choisi, alors la charge totale q_n entourant cet ion s'écrit

$$q_n = \int_a^\infty 4\pi r^2 \rho(r) dr \quad (\text{M.11})$$

On suppose de plus l'électroneutralité locale de la solution est satisfaite, alors

$$q_n = -z_c e \quad (\text{M.12})$$

d'où

$$C_1 = \frac{z_c e}{4\pi \epsilon_w} \frac{\exp(\kappa a)}{1 + \kappa a} \quad (\text{M.13})$$

Finalement, le potentiel autour de l'ion choisi s'écrit

$$\phi(r) = \frac{z_c e}{4\pi \epsilon_w} \frac{\exp(\kappa a)}{1 + \kappa a} \frac{\exp(-\kappa r)}{r} \quad (\text{M.14})$$

et la densité de charges

$$\rho(r) = \frac{-z_c e \kappa^2}{4\pi} \frac{\exp(\kappa a)}{1 + \kappa a} \frac{\exp(-\kappa r)}{r} \quad (\text{M.15})$$

κ^{-1} apparaît comme la distance d'écrantage d'une charge. Toute charge située à une distance supérieure κ^{-1} n'interagit que peu avec la charge choisie.

Bibliographie

- [1] [DREXLER, 1981] DREXLER E. (1981). Molecular engineering : an approach to the development of general capabilities for molecular manipulation, *Proc. Natl. Acad. Sci USA*, 78 (9), p. 5275-5278.
- [2] [BINNIG *et al.*, 1982] BINNIG G., ROHRER H., GERBER C. et WEIBERL E. (1982). Tunneling through a controllable vacuum gap, *Appl. Phys. Lett.*, 40 (2), p. 178-180.
- [3] [HAUFLER *et al.*, 1991] HAUFLER R.E., WANG L.S., CHIBANTE L.P.F., JIN C., CONCEICAO J., CHAI Y. et SMALLEY R.E. (1991). Fullerene triplet state production and decay : R2PI probes of C60 and C70 in a supersonic beam, *Chem Phys. Lett.*, 179 (5-6), p. 449-454.
- [4] [DUBERTRET *et al.*, 2002] DUBERTRET B., SKOURIDES P., NORRIS D.J., NOIREAUX V., BRIVANLOU A.H. et LIBCHABER A. (2002). In vivo imaging of quantum dots encapsulated in phospholipid micelles, *Science*, 298, p. 1759-1762.
- [5] [UK REPORT, 2004] *Nanoscience and nanotechnologies : opportunities and uncertainties*, The Royal Society, The Royal Academy of Engineering.
www.royalsoc.ac.uk/policy
- [6] [WATSON et CRICK, 1953] WATSON J.D. et CRICK F.H.C. (1953). Molecular structure of nucleic acids, *Nature*, 171, p. 737-738.
- [7] [TAN *et al.*, 2003] TAN P.K., DOWNEY T.J., SPITZNAGEL E.L., XU P., FU D., DIMITROV D.S., LEMPICKI R.A., RAAKA B.M. et CAM M.C. (2003). Evaluation of gene expression measurements from commercial microarray platforms, *Nucleic acids research*, 31 (19), p. 5676-5684.
- [8] [PETERLINZ *et al.*, 1997] PETERLINZ K.A., GEORGIADIS R.M., HERNE T.M. et TARLOV M.J. (1997). Observation of hybridization and dehybridization of thiol-tethered DNA using two color surface plasmon resonance spectroscopy, *J.*

- Am. Chem. Soc.*, 119, p. 3401-3402.
- [9] [NELSON *et al.*, 2001] NELSON P.N., GRIMSRUD T.E., LILES M.R., GOODMAN R.M. et CORN R.M. (2001). Surface plasmon resonance imaging measurements of DNA and RNA hybridization adsorption onto DNA microarrays, *Anal. Chem.*, 73, p. 1-7.
- [10] [POUTHAS *et al.*, 2004] POUTHAS F., GENTIL C., COTE D. et BOCKELMANN U. (2004). DNA detection on transistor arrays following mutation-specific enzymatic amplification, *Appl. Phys. Lett.*, 84 (9), p. 1594-1596.
- [11] [FRITZ *et al.*, 2000] FRITZ J., BALLER M.K., LANG H.P., ROTHUIZEN H., VET-TIGER P., MEYER E., GÜNTHERODT H., GERBER C. et GIMZEWSKI J.K. (2000). Translating biomolecular recognition into nanomechanics, *Science*, 288, p. 316-318.
- [12] [READ et DALLY, 1993] READ D.T. et DALLY J.W. (1993). A new method for measuring the strength and ductility of thin films, *J. Mater. Res.*, 8 (7), p. 1542-1549.
- [13] [WEIHS *et al.*, 1988] WEIHS T.P., HONG S., BRAVMAN J.C. et NIX W.D. (1988). Mechanical deflection of cantilever micro-beams : a new technique for testing the mechanical properties of thin films, *J. Mater. Res.*, 3 (5), p. 931-942.
- [14] [MOUNAIX *et al.*, 1998] MOUNAIX P., DELOBELLE P., MÉLIQUE X., BORNIER L. et LIPPENS D. (1998). Micromachining and mechanical properties of GaInAs/InP microcantilevers, *Mat. Sci. Eng.*, B51, p. 258-262.
- [15] [GAD-EL-HAK, 2002] GAD-EL-HAK M. (2002), *The MEMS Handbook*, CRC Press.
- [16] [CHASIOTIS et KNAUSS, 2002] CHASIOTIS I. et KNAUSS W.G. (2002). A new microtensile tester for the study of MEMS materials with the aid of atomic force microscopy, *Exp. Mech.*, 42 (1), p. 51-57.
- [17] [LEMAITRE et CHABOCHE, 1985] LEMAITRE J. et CHABOCHE J.-L. (1985), *Mécanique des matériaux solides*, Dunod, Paris (France).
- [18] [HOLLMAN *et al.*, 1995] HOLLMAN P., ALAHELISTEN A., OLSSON M. et HOGMARK S. (1995). Residual stress, Young's modulus and fracture stress of hot flame deposited diamond, *Thin Solid Films*, 270, p. 137-142.

- [19] [SCIAMMARELLA, 2003] SCIAMMARELLA C.A. (2003). Overview of optical techniques that measure displacement : Murray lecture, *Exp. Mech.*, 43 (1), p. 1-19.
- [20] [CHO *et al.*, 2005] CHO S., CARDENAS-GARCIA J.F. et CHASIOTIS I. (2005). Measurement of nanodisplacements and elastic properties of MEMS via the microscopic hole method, *Sensors and Actuators A*, 120, p. 163-171.
- [21] [TAILLADE, 2001] TAILLADE F. (2001). *Association de la shearographie et des ondes de Lamb pour la détection rapide et quantitative des délaminages*, Onera, Note technique NT 2001-3.
- [22] [BERTHAUD *et al.*, 2003] BERTHAUD Y., HILD F., JACQUOT P., SMIGIELSKI P. et SURREL Y. (2003). *Identification du comportement des matériaux et de la rupture des structures à l'aide de méthodes optiques*, IPSI, Notes de cours.
- [23] [RASTOGI, 2000] RASTOGI P.K. (eds.) (2000). *Photomechanics*, Springer, Berlin (Germany).
- [24] [HUNG et LIANG, 1979] HUNG Y.Y. et LIANG C.Y. (1979). Image-shearing camera for direct measurement of surface strains, *Appl. Optics*, 18 (7), p. 1046-1051.
- [25] [CHENG et LAIRD, 1981] CHENG A.S. et LAIRD C. (1981). Fatigue life behavior of copper single crystals. Part I : Observations of crack nucleation, *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 4 (4), p. 331-341.
- [26] [NOMARSKI, 1955] NOMARSKI G. (1955). Microinterféromètre différentiel à ondes polarisées, *J. Phys. Radium*, 16, p. 9S-11S.
- [27] [LESSOR *et al.*, 1979] LESSOR D.L., HARTMAN J.S. et GORDON R.L. (1979). Quantitative surface topography determination by Nomarski reflection microscopy. I. Theory, *J. Opt. Soc. Am.*, 69 (2), p. 357-365.
- [28] [GLEYZES et BOCCARA, 1994] GLEYZES P. et BOCCARA A.C. (1994). Profilométrie picométrique par interférométrie de polarisation. I. L'approche monodétecteur, *J. Optics (Paris)*, 25 (5), p. 207-224.
- [29] [GLEYZES *et al.*, 1995] GLEYZES P., GUERNET F. et BOCCARA A.C. (1995). Profilométrie picométrique. II L'approche multi-détecteur et la détection synchrone multiplexée, *J. Optics (Paris)*, 26 (6), p. 251-265.

- [30] [GLEYZES *et al.*, 1997] GLEYZES P., BOCCARA A.C. et SAINT-JALMES H. (1997). Multichannel Nomarski microscope with polarization modulation : performance and applications, *Optics Letters*, 22 (20), p. 1529-1531.
- [31] [DUBOIS *et al.*, 2000] DUBOIS A., SELB J., VABRE L. et BOCCARA A.C. (2000). Phase measurements with wide-aperture interferometers, *Appl. Optics*, 39 (14), p. 2326-2331.
- [32] [SHEPPARD et LARKIN, 1995] SHEPPARD C.R.J. et LARKIN K.G. (1995). Effect of numerical aperture on interference fringe spacing, *Appl. Optics*, 34 (22), p. 4731-4734.
- [33] [SCHULZ et ELSSNER, 1991] SCHULZ G. et ELSSNER K.-E. (1991). Errors in phase-measurement interferometry with high numerical apertures, *Appl. Optics*, 30 (31), p. 4500-4506.
- [34] [DUBOIS, 2001] DUBOIS A. (2001). Phase-map measurements by interferometry with sinusoidal phase modulation and four integrating buckets, *J. Opt. Soc. Am. A*, 18, p. 1972-1979.
- [35] [CUSACK *et al.*, 1995] CUSACK R., HUNTLEY J.M. et GOLDREIN H.T. (1995). Improved noise-immune phase-unwrapping algorithm, *Appl. Optics*, 34, p. 781-789.
- [36] [HE *et al.*, 2002] HE X.Y., KANG X., TAY C.J., QUAN C. et SHANG H.M. (2002). Proposed algorithm for phase unwrapping, *Appl. Optics*, 41 (35), p. 7422-7428.
- [37] [PRESS *et al.*, 2002] PRESS W.H., TEUKOLSKY S.A., VETTERLING W.T. et FLANNERY B.P. (2002), *Numerical Recipes in C++*, Cambridge University Press, Cambridge (UK).
- [38] [JACUBOWIEZ *et al.*, 1997] JACUBOWIEZ L., ROCH J.F., POIZAT J.P. et GRANGIER P. (1997). Etude des sources de bruit dans un système optique, *Bulletin de l'union des physiciens*, 91, p. 57-72.
- [39] [WALDNER, 1996] WALDNER S. (1996). Removing the image-doubling in shearo-graphy by reconstruction of the displacement field, *Opt. Comm.*, 127, p. 117-126.
- [40] [DUDDERAR et SIMPKINS, 1977] DUDDERAR T.D. et SIMPKINS P.G. (1977). Laser Speckle Photography in a Fluid Medium, *Nature*, 270, p. 45-47.

- [41] [SUTTON *et al.*, 1983] SUTTON M.A., WOLTERS W.J., PETERS W.H., RANSON W.F. et MCNEILL S.R. (1983). Determination of Displacements Using an Improved Digital Correlation Method, *Im. Vis. Comp.*, 1 (3), p. 133-139.
- [42] [SUTTON *et al.*, 2000] SUTTON M.A., MCNEILL S.R., HELM J.D. et CHAO Y.J. (2000). Advances in Two-Dimensional and Three-Dimensional Computer Vision, in : RASTOGI P.K. (eds.), *Photomechanics*, Springer, Berlin (Germany), p. 323-372.
- [43] [ROUX *et al.*, 2002] ROUX S., HILD F. et BERTHAUD Y. (2002). Correlation Image Velocimetry : A Spectral Approach, *Appl. Optics*, 41 (1), p. 108-115.
- [44] [FORQUIN *et al.*, 2004] FORQUIN P., ROTA L., CHARLES Y. et HILD F. (2004). A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials, *Int. J. Fract.*, 125, p. 171-187.
- [45] [ROUX et HILD, 2005] ROUX S. et HILD F. (2005). Toughness measurement in brittle materials from digital image correlation, *actes ICF 11*.
- [46] [BERGONNIER *et al.*, 2005] BERGONNIER S., HILD F. et ROUX S. (2005). Digital image correlation used for mechanical tests on crimped glass wool samples, *J. Strain Analysis*, 40 (2), p. 185-197.
- [47] [VENDROUX et KNAUSS, 1998] VENDROUX G. et KNAUSS W.G. (1998). Submicron deformation field measurements : part 2. Improved digital image correlation, *Exp. Mech.*, 38 (2), p. 86-91.
- [48] [DEMOMENT *et al.*, 2001] DEMOMENT G., IDIER J., GIOVANNELLI J.-F. et MOHAMMAD-DJAFARI A. (2001). Problèmes inverses en traitement du signal et de l'image, in : *Techniques de l'ingénieur*.
- [49] [OLIVA *et al.*, 1999] OLIVA A.I., ANGUIANO E., SACEDON J.L. et AGUILAR M. (1999). Extended statistical analysis of rough growth fronts in gold films prepared by thermal evaporation, *Phys. Rev. B*, 60 (4), p. 2720-2727.
- [50] [KNAUSS *et al.*, 2003] KNAUSS W.G., CHASIOTIS I. et HUANG Y. (2003). Mechanical measurements at the micron and nanometer scales, *Mechanics of Materials*, 35, p. 217-231.
- [51] [SUTTON *et al.*, 1988] SUTTON M.A., MCNEILL S.R., JANG J. et BABAI M. (1988). Effects of subpixel image restoration on digital image correlation error

- estimates, *Opt. Eng.*, 27 (10), p. 870-877.
- [52] [SCHREIER *et al.*, 2000] SCHREIER H.W., BRAASCH J.R. et SUTTON M.A. (2000). Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation, *Opt. Eng.*, 39 (11), p. 2915-2921.
- [53] [TIMOSHENKO et GOODIER, 1970] TIMOSHENKO S.P. et GOODIER J.N. (1970), *Theory of Elasticity*, McGraw-Hill (3rd edition), New York (USA).
- [54] [LADEVÈZE, 1975] LADEVÈZE P. (1975). *Comparaison de modèles de milieux continus*, thèse d'Etat, Université Paris 6.
- [55] [SHARPE, 2003] SHARPE W.N. (2003). Murray Lecture - Tensile testing at the micrometer scale : oppotunities in experimental mechanics, *Exp. Mech.*, 43 (3), p. 228-237.
- [56] [SRIKAR et SPEARING, 2003] SRIKAR V.T. et SPEARING S.M. (2003). A critical review of microscale mechanical testing methods used in the design of microelectromechanical systems, *Exp. Mech.*, 43 (3), p. 238-247.
- [57] [HAQUE et SAIF, 2003] HAQUE M.A. et SAIF M.T.A. (2003). A review of MEMS-Based microscale and nanoscale tensile and bending testing, *Exp. Mech.*, 43 (3), p. 248-255.
- [58] [KOBINSKY *et al.*, 2000] KOBINSKY M.J., DEUTSCH E.R. et SENTURIA S.D. (2000). Effect of support compliance and residual stress on the shape of doubly supported surface-micromachined beams, *Journal of microelectromechanical systems*, 9 (3), p. 361-369.
- [59] [ESPINOSA *et al.*, 2003] ESPINOSA H.D., PROROK B.C. et FISCHER M. (2003). A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials, *Journal of the mechanics and physics of solids*, 51, p. 47-67.
- [60] [MINOTTI *et al.*, 2002] MINOTTI P., BOURBON G., JOSEPH E. et LE MOAL P. (2002). Generalized MEMS lot monitoring using fully integrated material and structure mechanical analysis, *Sensors and Actuators A*, 101, p. 220-230.
- [61] [GRÉDIAC, 1989] GRÉDIAC M. (1989). Principe des travaux virtuels et identification, *C. R. Acad Sci. Paris*, 309 (Série II), p. 1-5.

- [62] [GRÉDIAC *et al.*, 2002] GRÉDIAC M., TOUSSAINT E. et PIERRON F. (2002). L'identification des propriétés mécaniques de matériaux avec la méthode des champs virtuels, une alternative au recalage par éléments finis, *C. R. Mecanique*, 330, p. 107-112.
- [63] [GRÉDIAC *et al.*, 2002] GRÉDIAC M., TOUSSAINT E. et PIERRON F. (2002). Special virtual fields for the direct determination of material parameters with the virtual fields method. 1- Principle and definition, *Int. J. Solids. Struct.*, 39 (10), p. 2691-2705.
- [64] [GREDIAC *et al.*, 2002] GREDIAC M., TOUSSAINT E. et PIERRON F. (2002). Special virtual fields for the direct determination of material parameters with the virtual fields method. 2-Application to in-plane properties, *Int. J. Solids. Struct.*, 39 (10), p. 2707-2730.
- [65] [GREDIAC *et al.*, 2003] GREDIAC M., TOUSSAINT E. et PIERRON F. (2003). Special virtual fields for the direct determination of material parameters with the virtual fields method. 3. Application to the bending rigidities of anisotropic plates, *Int. J. Solids. Struct.*, 40 (10), p. 2401-2419.
- [66] CHALAL *et al.*, 2004] CHALAL H., MERAGHNI F., PIERRON F. et GREDIAC M. (2004). Direct identification of the damage behaviour of composite materials using the virtual fields method, *Composites : part A*, 35 (7-8), p. 841-848.
- [67] [AVRIL *et al.*, 2004] AVRIL S., GREDIAC M. et PIERRON F. (2004). Sensitivity of the virtual fields method to noisy data, *Computational Mechanics*, 34 (6), p. 439-452.
- [68] [BONNET et CONSTANTINESCU, 2005] BONNET M. et CONSTANTINESCU A. (2005). Inverse problems in elasticity, *Inverse problems*, 21, p. 1-50.
- [69] [BUI, 1995] BUI H.D. (1995). Sur quelques problèmes inverses élastiques en mécanique de l'endommagement, *actes 2e Colloque national de calcul des structures*, Hermes, Paris (France), p. 25-35.
- [70] [ROUX *et al.*, 2005] ROUX S., HILD F. et PAGANO S. (2005). A stress scale in full-field identification procedures : a diffuse stress gauge, *Eur. J. Mech. A/Solids*, 24, p. 442-451.
- [71] [ROUX et HILD, 2005] ROUX S. et HILD F. (2005). Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches,

Int. J. Frac., accepté.

- [72] [BESNARD, 2005] BESNARD G. (2005). *Corrélation d'images et identification en mécanique des solides*, Rapport de stage Master Mécanique et Ingénierie des systèmes.
- [73] [LADEVÈZE, 1975] LADEVÈZE P. (1975). *Comparaison de modèles de milieux continus*, thèse d'Etat, Université Paris 6.
- [74] [KOHN et LOWE, 1988] KOHN R.V. et LOWE B.D. (1988). A Variational Method for Parameter Identification, *Math. Mod. Num. Ana.*, 22 (1), p. 119-158.
- [75] [LADEVÈZE *et al.*, 1994] LADEVÈZE P., NEDJAR D. et REYNIER M. (1994). Updating of Finite Element Models Using Vibration Tests, *AIAA*, 32 (7), p. 1485-1491.
- [76] [FEISSEL, 2003] FEISSEL P. (2003). *Vers une stratégie d'identification en dynamique rapide pour des données incertaines*, PhD Thesis, ENS de Cachan.
- [77] [GEYMONAT *et al.*, 2002] GEYMONAT G., HILD F. et PAGANO S. (2002). Identification of elastic parameters by displacement field measurement, *C. R. Mécanique*, 330, p. 403-408.
- [78] [CALLOCH *et al.*, 2002] CALLOCH S., DUREISSEIX D. et HILD F. (2002). Identification de modèles de comportement de matériaux solides : utilisation d'essais et de calculs, *Technologies et Formations*, 100, p. 36-41.
- [79] [CLAIRE *et al.*, 2002] CLAIRE D., HILD F. et ROUX S. (2002). Identification of damage fields using kinematic measurements, *C. R. Mécanique*, 330, p. 729-734.
- [80] [CLAIRE *et al.*, 2004] CLAIRE D., HILD F. et ROUX S. (2004). A finite element formulation to identify damage fields : the equilibrium gap method, *Int. J. Num. Meth. Engng.*, 61, p. 189-208.
- [81] [HORI, 2002] HORI M. (2002). Inverse analysis method to find local constitutive relations, *Mechanics of Materials*, 35, p. 1089-1105.
- [82] [DEMMELE et VESELIC, 1992] DEMMELE J. et VESELIC K. (1992). Jacobi's method is more accurate than QR, *SIAM J. Sci. Stat. Comput.*, 11, p. 1204-1246.

- [83] [RAITERI *et al.*, 2001] RAITERI R., GRATTAROLA M., BUTT H.J. et SKLADAL P. (2001). Micromechanical cantilever-based biosensors, *Sensors and Actuators B*, 79, p. 115-126.
- [84] [LAVRIK *et al.*, 2004] LAVRIK N.V., SEPANIAK M.J. et DATSKOS P.G. (2004). Cantilever transducers as a platform for chemical and biological sensors, *Review of Scientific Instruments*, 75 (7), p. 2229-2253.
- [85] [ILIC *et al.*, 2000] ILIC B., CZAPLEWSKI D., CRAIGHEAD H.G., NEUZIL P., CAMPAGNOLO C. et BATT C. (2000). Mechanical resonant immunospecific biological detector, *Appl. Phys. Lett.*, 77 (3), p. 450-452.
- [86] [PINNADUWAGE *et al.*, 2003] PINNADUWAGE L.A., BOIADJIEV V., HAWK J.E. et THUNDAT T. (2003). Sensitive detection of plastic explosives with self-assembled monolayer-coated microcantilevers, *Appl. Phys. Lett.*, 83 (7), p. 1471-1473.
- [87] [LAVRIK et DATSKOS, 2003] LAVRIK N.V. et DATSKOS P.G. (2003). Femtogram mass detection using photothermally actuated nanomechanical resonators, *Appl. Phys. Lett.*, 82 (16), p. 2697-2699.
- [88] [ILIC *et al.*, 2004] ILIC B., CRAIGHEAD H.G., KRYLOV S., SENARATNE W., OBER C. et NEUZIL P. (2004). Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators, *J. Appl. Phys.*, 95 (7), p. 3694-3703.
- [89] [GUPTA *et al.*, 2004] GUPTA A., AKIN D. et BASHIR R. (2004). Single virus particle mass detection using microresonators with nanoscale thickness, *Appl. Phys. Lett.*, 84 (11), p. 1976-1978.
- [90] [BURG et MANALIS, 2003] BURG T.P. et MANALIS S.R. (2003). Suspended microchannel resonators for biomolecular detection, *Appl. Phys. Lett.*, 83 (13), p. 2698-2700.
- [91] [PINNADUWAGE *et al.*, 2004] PINNADUWAGE L.A., THUNDAT T., GEHL A., WILSON S.D., HEDDEN D.L. et LAREAU R.T. (2004). Desorption characteristics of uncoated silicon microcantilever surfaces for explosive and common nonexplosives vapors, *Ultramicroscopy*, 100, p. 211-216.
- [92] [BERGER *et al.*, 1998] BERGER R., LANG H.P., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., FABIAN G.H., SCANDELLA L., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (1998). Micromechanical thermogravimetry, *Chem Phys. Lett.*, 294, p. 363-369.

- [93] [THUNDAT *et al.*, 1995] THUNDAT T., SHARP S.L., FISCHER W.G., WARMACK R.J. et WACHTER E.A. (1995). Micromechanical radiation dosimeter, *Appl. Phys. Lett.*, 66 (12), p. 1563-1565.
- [94] [WACHTER *et al.*, 1996] WACHTER E.A., THUNDAT T., ODEN P.I., WARMACK R.J., DATSKOS P.G. et SHARP S.L. (1996). Remote optical detection using microcantilevers, *Review of Scientific Instruments*, 67 (10), p. 3434-3439.
- [95] [BERGER *et al.*, 1996] BERGER R., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (1996). Thermal analysis using a micromechanical cantilever, *Appl. Phys. Lett.*, 69, p. 40-42.
- [96] [VARESI *et al.*, 1997] VARESI J., LAI J., PERAZZO T., SHI Z. et MAJUMDAR A. (1997). Photothermal measurements at picowatt resolution using uncooled micro-optomechanical sensors, *Appl. Phys. Lett.*, 71 (3), p. 306-308.
- [97] [SARNOFF] www.sarnoff.com
- [98] [ARAKAWA *et al.*, 2003] ARAKAWA E.T., LAVRIK N.V. et DATSKOS P.G. (2003). Detection of anthrax simulants with microcalorimetric spectroscopy : *Bacillus subtilis* and *Bacillus cereus* spores, *Appl. Optics*, 42 (10), p. 1757-1762.
- [99] [RAITERI et BUTT, 1995] RAITERI R. et BUTT H.J. (1995). Measuring electrochemically induced surface stress with an atomic force microscope, *J. Phys. Chem.*, 99, p. 15728-15732.
- [100] [BRUNT *et al.*, 1996] BRUNT T.A., RAYMENT T., O'SHEA S.J. et WELLAND M.E. (1996). Measuring the surface stresses in an electrochemically deposited metal monolayer : Pb on Au (111), *Langmuir*, 12, p. 5942-5946.
- [101] [IBACH *et al.*, 1997] IBACH H., BACH C.E., GIESEN M. et GROSSMAN A. (1997). Potential-induced stress in the solid-liquid interface : Au(111) and Au(100) in an HClO₄ electrolyte, *Surface Science*, 375, p. 107-119.
- [102] [FRITZ *et al.*, 2000] FRITZ J., BALLER M.K., LANG H.P., STRUNZ T., MEYER E., GÜNTHERODT H., DELAMARCHE E., GERBER C. et GIMZEWSKI J.K. (2000). Stress at the solid-liquid interface of self-assembled monolayers on gold investigated with a nanomechanical sensor, *Langmuir*, 16, p. 9694-9696.
- [103] [RAITERI *et al.*, 2000] RAITERI R., BUTT H.J. et GRATTAROLA M. (2000). Changes in surface stress at the liquid/solid interface measured with a microcantile-

ver, *Electrochimica Acta*, 46, p. 157-163.

- [104] [BERGER *et al.*, 1997] BERGER R., DELAMARCHE E., LANG H.P., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (1997). Surface stress in the self-assembly of alkanethiols on gold, *IBM Research report*, RZ 2916.
- [105] [LANG *et al.*, 1998] LANG H.P., BERGER R., BATTISTON F., RAMSEYER J.P., MEYER E., ANDREOLI C., BRUGGER J., VETTIGER P., DESPONT M., MEZZACASA T., SCANDELLA L., GÜNTHERODT H., GERBER C. et GIMZEWSKI J.K. (1998). A chemical sensor based on a micromechanical cantilever array for the identification of gases and vapors, *Appl. Phys. A*, 66, p. S61-S64.
- [106] [LANG *et al.*, 1998] LANG H.P., BALLER M.K., BERGER R., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., BATTISTON F., FORNARO P., RAMSEYER J.P., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (1998). An artificial nose based on a micromechanical cantilever array, *IBM Research report*, RZ 3068.
- [107] [BATTISTON *et al.*, 2001] BATTISTON F., RAMSEYER J.P., LANG H.P., BALLER M.K., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (2001). A chemical sensor based on a microfabricated cantilever array with simultaneous resonance-frequency and bending readout, *Sensors and Actuators B*, 77, p. 122-131.
- [108] [LANG *et al.*, 1997] LANG H.P., BERGER R., ANDREOLI C., BRUGGER J., DESPONT M., VETTIGER P., GERBER C., GIMZEWSKI J.K., RAMSEYER J.P., MEYER E. et GÜNTHERODT H. (1997). Sequential position readout from arrays of micromechanical cantilever sensors, *Appl. Phys. Lett.*, 72 (3), p. 383-385.
- [109] [GUIRARDEL, 2000] GUIRARDEL M. (2000). *Lecture optique en parallèle de la résonance mécanique de microleviers en matrice pour la détection différenciée de variation de masse*, Université Pierre et Marie Curie, Rapport de DEA Electronique.
- [110] [WU *et al.*, 2001] WU G., JI H., HANSEN K., THUNDAT T., DATAR R., COTE R., HAGAN M.F., CHAKRABORTY A.K. et MAJUMDAR A. (2001). Origin of nanomechanical cantilever motion generated from biomolecular interactions, *PNAS*, 98, p. 1560-1564.
- [111] [HANSEN *et al.*, 2001] HANSEN K.M., JI H.F., WU G., DATAR R., COTE R., MAJUMDAR A. et THUNDAT T. (2001). Cantilever-based optical deflection assay for discrimination of DNA single-nucleotide mismatches, *Anal. Chem.*, 73, p. 1567-1571.

- [112] [HAGAN *et al.*, 2002] HAGAN F.H., MAJUMDAR A. et CHAKRABORTY A.K. (2002). Nanomechanical forces generated by surface grafted DNA, *J. Phys. Chem. B*, 106 (39), p. 10163-10173.
- [113] [LEIKIN *et al.*, 1991] LEIKIN S., RAU D.C. et PARSEGHIAN V.A. (1991). Measured entropy and enthalpy of hydration as a function of distance between DNA double helices, *Phys. Rev. A*, 44 (8), p. 5272-5278.
- [114] [MCKENDRY *et al.*, 2002] MCKENDRY R., ZHANG J., ARNTZ Y., STRUNZ T., HEGNER M., LANG H.P., BALLER M.K., CERTA U., MEYER E., GÜNTHERODT H. et GERBER C. (2002). Multiple label-free biodetection and quantitative DNA-binding assays on a nanomechanical cantilever array, *PNAS*, 99 (15), p. 9783-9788.
- [115] [LIU *et al.*, 2003] LIU F., ZHANG Y. et OU-YANG Z.-C. (2003). Flexoelectric origin of nanomechanic deflection in DNA-microcantilever system, *Biosensors and Bioelectronics*, 18, p. 655-660.
- [116] [ARNTZ *et al.*, 2003] ARNTZ Y., SEELIG J.D., LANG H.P., ZHANG J., HUNZIKER P., RAMSEYER J.P., MEYER E., HEGNER M. et GERBER C. (2003). Label-free protein assay based on a nanomechanical cantilever array, *Nanotechnology*, 14, p. 86-90.
- [117] [STONE, 1909] STONEY G. (1909). The tension of metallic films deposited by electrolysis, *Proc. Roy. Soc. London Ser A*, 82, p. 172.
- [118] [TIMOSHENKO, 1925] TIMOSHENKO S.P. (1925). Analysis of bimetal thermostats, *J. Opt. Soc. Am. and Rev. Scientific Instruments*, 11, p. 233-255.
- [119] [CHU, 1998] CHU S.N.G. (1998). Elastic bending of semiconductor wafer revisited and comments on Stoney's equation, *J. Electrochem. Soc.*, 145 (10), p. 3621-3627.
- [120] [KLEIN, 2000] KLEIN C.A. (2000). How accurate are Stoney's equation and recent modifications, *J. Appl. Phys.*, 88 (9), p. 5487-5489.
- [121] [HSUEH, 2002] HSUEH C.H. (2002). Thermal stresses in elastic multilayer systems, *Thin Solid Films*, 418, p. 182-188.
- [122] [CHEN et NELSON, 1979] CHEN W.T. et NELSON C.W. (1979). Thermal stress in bonded joints, *IBM J. Res. Develop.*, 23 (2), p. 179-188.

- [123] [SUHIR, 1986] SUHIR E. (1986). Stresses in bi-metal thermostats, *J. Appl. Mech.*, 53, p. 657-660.
- [124] [SUHIR, 1989] SUHIR E. (1989). Interfacial stresses in bimetal thermostats, *J. Appl. Mech.*, 56, p. 595-600.
- [125] [GURTIN et MURDOCH, 1975] GURTIN M.E. et MURDOCH A.I. (1975). A continuum theory of elastic material surfaces, *Arch. Rat. Mech. Anal.*, 57, p. 291-323.
- [126] [GURTIN et MURDOCH, 1978] GURTIN M.E. et MURDOCH A.I. (1978). Surface stress in solids, *Int. J. Solids. Struct.*, 14, p. 431-440.
- [127] [VOLKERSEN, 1938] VOLKERSEN O. (1938). Die Nietkraftverteilung in zugbeanspruchten Nietverbindungen mit konstanten Laschenquerschnitten, *Luftfahrtforschung*, 15 (1/2), p. 41-47.
- [128] [GOLAND et REISSNER, 1944] GOLAND M. et REISSNER E. (1944). The stresses in cemented joints, *J. Appl. Mech.*, 11, p. A17-A27.
- [129] [GEYMONAT et KRASUCKI, 1997] GEYMONAT G. et KRASUCKI F. (1997). Analyse asymptotique du comportement en flexion de deux plaques collées, *C. R. Acad Sci. Paris*, 325, p. 307-314.
- [130] [ARAVAS *et al.*, 1990] ARAVAS N., KIM K.-S. et LECKIE F.A. (1990). On the calculation of the stored energy of cold work, *J. Eng. Mat. Tech.*, 112, p. 465-470.
- [131] [LIONS, 1973] LIONS J.-L. (eds.) (1973). Perturbations singulières dans les problèmes aux limites et en contrôle optimal, Springer-Verlag, Berlin.
- [132] [CAMMARATA, 1994] CAMMARATA R.C. (1994). Surface and interface stress effects in thin films, *Progress in surface science*, 46 (1), p. 1-38.
- [133] [DAMOS *et al.*, 2005] DAMOS F.S., LUZ R.C.S. et KUBOTA L.T. (2005). Determination of thickness, dielectric constant of thiol films, and kinetics of adsorption using surface plasmon resonance, *Langmuir*, 21, p. 602-609.
- [134] [PRIGOGINE, 1962] PRIGOGINE I. (1962), *Introduction to Thermodynamics of Irreversible Processes*, John Wiley and Sons, Inc., New York (USA).

- [135] [GOUY, 1910] GOUY G. (1910). Sur la constitution de la charge électrique à la surface d'un électrolyte, *J. Phys.*, 9, p. 457-468.
- [136] [CHAPMAN, 1913] CHAPMAN D.L. (1913). A contribution to the theory of electrocapillarity, *Philos. Mag.*, 25, p. 475-481.
- [137] [VALINCIUS, 1999] VALINCIUS G. (1999). Electrocapillary equations of solid electrodes, *Journal of electroanalytical chemistry*, 478, p. 40-49.
- [138] [BIRSHTEN et PTITSYN] BIRSHTEN T.M. et PTITSYN O.B. (*Conformation of macromolecules*, Wiley and sons.
- [139] [MANNING, 1969] MANNING G.S. (1969). Limiting laws and counterion condensation in polyelectrolyte solutions I. Colligative Properties, *J. Chem. Phys.*, 51 (3), p. 924-933.
- [140] [VAINRUB et PETTITT, 2002] VAINRUB A. et PETTITT B.M. (2002). Coulomb blockage of hybridization in two-dimensional DNA arrays, *Phys. Rev. E*, 66, p. 041905.1-041905.4.
- [141] [MONTAROU et GAYLORD, 1999] MONTAROU C. et GAYLORD T.K. (1999). Analysis and design of modified Wollaston prisms, *Appl. Optics*, 38 (31), p. 6604-6616.
- [142] [DEMMELE J. *et al.*, 1999] J. D., GU M., EISENSTAT S., SLAPNICAR I., VESELIC K. et DRMAC Z. (1999). Computing the singular value decomposition with high relative accuracy, *Linear Algebra and its Applications*, 299, p. 21-80.
- [143] [MATHAI, 1997] MATHAI A.M. (1997), *Jacobians of matrix transformations and functions of matrix argument*, World Scientific Publishers.
- [144] [ESTÈVE, 2000] ESTÈVE A. (2000). *Modélisation et simulation multiniveaux de l'oxydation thermique du silicium Si(100) : de l'échelle atomique au continuum*, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier.
- [145] [GIBSON et DONG, 1980] GIBSON J.M. et DONG D.W. (1980). Direct evidence of 1nm pores in dry thermal SiO₂ from high resolution transmission electron microscopy, *J. Electrochem. Soc.*, 127, p. 2722.

-
- [146] [STRIVASTAVA et WAGNER, 1984] STRIVASTAVA J.K. et WAGNER J.B. (1984). Thermal SiO_2 films - a study by HIRTEM, *J. Electrochem. Soc.*, 131, p. 196.
- [147] [GIRAULT, 2001] GIRAULT H.H. (2001), *Electrochimie physique et analytique*, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne.
- [148] [BOCKRIS et REDDY] BOCKRIS J.O.M. et REDDY A.K.N. (*Modern elctrochemistry*, Plenum Press.