N° d'ordre 714 Année 1998

# THÈSE

**présentée à**

L'U.F.R DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

**pour obtenir le**

**GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ**
**Spécialité Sciences pour l'Ingénieur**

# CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES MATÉRIAUX EN FAIBLE ÉPAISSEUR PAR INTERFÉROMÉTIRE NUMÉRIQUE. APPLICATION AUX ESSAIS DE GONFLEMENT ET DE TRACTION.

par

Christophe POILÂNE

**Soutenue le 22 Décembre 1998 devant la commission d'examen :**

| | |
|---|---|
| **Président** | D. COURJON, D.E., Directeur de recherche C.N.R.S. à l'Université de Franche-Comté, |
| **Rapporteurs** | P. JACQUOT, Professeur à l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne, |
| | A. BOSSEBŒUF, D.E., Chargé de recherche C.N.R.S. à l'Université Paris-Sud, |
| **Examinateur** | C. OYTANA, Professeur à l'Université de Franche-Comté, |
| **Directeurs** | P. DELOBELLE, D.E., Ingénieur de recherche C.N.R.S. à l'Université de Franche-Comté, |
| | G. TRIBILLON, D.E., Ingénieur de recherche à l'Université de Franche-Comté, |
| **Invité** | L. BORNIER, Maître de conférences à l'Université de Franche-Comté. |

# Sommaire

**Avant propos** **5**

**Notations** **7**

## Introduction générale 11

## I Mesure des contraintes résiduelles dans les films minces 15

**1 Origine de l'étude** **17**

**2 Origine des contraintes résiduelles** **19**
2.1 Les trois ordres de contraintes résiduelles . . . 19
2.2 Contraintes résiduelles dans les films minces . . . 20
2.2.1 Généralités . . . 20
2.2.2 Un exemple : le bicouche $SiO_2/Si$ . . . 21
2.3 Bilan du chapitre 2 . . . 25

**3 La mesure du champ de déplacements hors-plan** **27**
3.1 La projection de franges adaptée au dispositif de gonflement . . . 28
3.2 Calcul de la phase . . . 34
3.3 Procédure expérimentale . . . 37
3.4 Limites de l'utilisation du filtrage préprogrammé . . . 42
3.5 Performances et limites de la mesure de la déformée . . . 43
3.6 Bilan du chapitre 3 . . . 44

**4 L'anisotropie des matériaux CFC** **47**
4.1 Expression des coefficients d'élasticité . . . 47
4.2 Application à la famille de plans $\{111\}$ du silicium . . . 52
4.3 Application à la famille de plans $\{100\}$ du silicium . . . 53
4.4 Application à la famille de plans $\{110\}$ du silicium . . . 56
4.5 Bilan du chapitre 4 . . . 58

**5 1re étude : bicouche aux bords libres** **59**
5.1 Relations *contrainte résiduelle/courbure* dans les bicouches . . . 59
5.1.1 Formulations de Stoney et de Campbell . . . 59
5.1.2 Formulations plus générales . . . 60
5.2 Montage expérimental . . . 62
5.2.1 Montage expérimental initial : interférométrie . . . 62
5.2.2 Second montage expérimental : projection de franges . . . 63
5.3 Extraction des rayons de courbure . . . 67
5.4 Estimation de la contrainte à l'interface . . . 69

5.5 Résultats expérimentaux . . . 71
5.5.1 Rayons de courbure . . . 71
5.5.2 Estimation de la contrainte résiduelle . . . 75
5.6 Bilan de la première étude . . . 76

**6 2e étude : membrane comprimée aux bords encastrés 79**
6.1 Étude préalable et hypothèses de départ . . . 79
6.2 Montage expérimental . . . 83
6.3 Résultats expérimentaux . . . 83
6.3.1 Membranes de rapport *longueur/largeur* non entier . . . 83
6.3.2 Stabilité des déflexions de membranes . . . 89
6.3.3 Membranes de rapport *longueur/largeur* entier . . . 89
6.4 Bilan de la seconde étude . . . 93

**7 3e étude : membrane tendue aux bords encastrés 95**
7.1 Fabrication des membranes . . . 95
7.2 Mesure de $\sigma_0$ et de $Y_b$ par essai de gonflement . . . 96
7.3 Mesure de $H_B$ et de $Y_p$ par l'essai de nano-indentation . . . 99
7.3.1 La méthode classique . . . 101
7.3.2 La méthode de rigidité continue . . . 103
7.4 Résultats expérimentaux . . . 103
7.4.1 Résultats de l'essai de gonflement . . . 104
7.4.2 Résultats de l'essai de nano-indentation . . . 109
7.5 Bilan de la troisième étude . . . 113

**8 Résumé et discussion sur la première partie 115**

## II Traction sur films minces 117

**1 Pourquoi l'essai de traction ? 119**

**2 L'aspect mécanique de la traction des films minces 121**
2.1 Les relations *contraintes/déformations* . . . 121
2.2 Le dispositif expérimental . . . 122
2.2.1 Cahier des charges . . . 122
2.2.2 Le mécanisme de traction . . . 123
2.2.3 Usinage et accrochage de l'échantillon . . . 124
2.3 Bilan du chapitre 2 . . . 129

**3 La mesure du champ de déplacements dans le plan 131**
3.1 Notions essentielles sur le phénomène de *speckle* . . . 132
3.2 Influence d'un déplacement de corps rigide sur le *speckle* image . . . 136
3.3 Mesure du décalage entre deux images *speckle* . . . 137
3.3.1 Méthode de Double Transformée de Fourier Discrète . . . 138
3.3.2 Calcul par Intercorrélation . . . 143

3.3.3 Le calcul subpixel par interpolation sur un pic . . . 145
3.3.4 Calcul par Régression sur la Phase . . . 146
3.4 Comparaison des différentes méthodes . . . 152
3.4.1 Temps de calcul . . . 152
3.4.2 Énergie du bruit résiduel . . . 154
3.4.3 Comparaison par simulation de décalages . . . 155
3.4.4 Comparaison par simulation de faibles décalages . . . 157
3.4.5 Comparaison à partir d'images issues d'un essai de traction . . . 157
3.4.6 Algorithme final . . . 159
3.5 Optimisation des paramètres . . . 160
3.5.1 Nombre d'Ouverture de l'objectif . . . 162
3.5.2 Éclairement moyen du capteur CCD . . . 163
3.5.3 Temps de pose de la caméra CCD . . . 163
3.5.4 Bilan de l'optimisation des paramètres . . . 164
3.6 Prise en compte des aberrations du système optique . . . 166
3.6.1 La distorsion en coussinet . . . 166
3.6.2 Le grandissement transversal $G_T$ . . . 167
3.6.3 Le coefficient de distorsion $C_{2100}$ . . . 167
3.7 Bilan du chapitre 3 . . . 169

**4 Validation expérimentale du banc d'essai 171**
4.1 Les champs de déplacements . . . 171
4.2 Les déformations dans le plan . . . 175
4.3 Validation sur matériau ductile : le cuivre électrodéposé . . . 177
4.3.1 Courbes $\sigma_{xx}/\varepsilon_{xx}$ - Module d'Young $E$ . . . 178
4.3.2 Courbes $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ - Coefficient de Poisson $\nu$ . . . 181
4.3.3 Précision des mesures . . . 185
4.3.4 Résultats numériques . . . 187
4.3.5 Essais de nano-indentation . . . 191
4.3.6 Bilan des essais effectués sur matériau ductile . . . 194
4.4 Validation sur matériau fragile : le silicium monocristallin . . . 195
4.4.1 Mesure du module d'Young . . . 196
4.4.2 Coefficient de Poisson . . . 200
4.4.3 Bilan des essais effectués sur matériau fragile . . . 202
4.5 Bilan du chapitre 4 . . . 202

**5 Résumé et discussion sur la seconde partie 203**

**Conclusions générales et perspectives 205**

**Bibliographie 209**

# Avant propos

La thèse ayant fait l'objet de ce mémoire s'est déroulée au sein de l'Institut des Microtechniques de Franche-Comté. Comme le titre le laisse entendre, ce travail s'articule autour de deux branches de la physique pour l'ingénieur : la mécanique et l'optique.

L'aspect mécanique concerne la caractérisation des propriétés mécaniques des films minces, les méthodes optiques permettant d'effectuer des mesures sans contact du déplacement de la surface de ces films.

Les techniques optiques utilisées sont la projection de franges d'interférence dans la première partie et la photographie de speckle dans la seconde partie. De façon à rendre systématique ces mesures de déplacements, les échantillons sont filmés à l'aide d'une caméra numérique. Le traitement des informations est réalisé informatiquement. La partie optique passe donc essentiellement par du traitement d'images sous forme de traitement du signal.

Les propriétés mécaniques qui nous intéressent sont d'une part les contraintes résiduelles, objet de la première partie, et d'autre part la mesure des coefficients d'élasticité par l'essai de traction sur film mince, objet de la seconde partie. Les moyens d'essais utilisés sont des analyses de forme, des essais de gonflement, des essais de nano-indentation et des essais de traction.

Ce mémoire de thèse se veut donc pluridisciplinaire. Pour en rendre la lecture limpide, j'ai donc dû faire des choix quant aux notations à employer. J'ai bien sûr privilégié les notations usuelles de la mécanique, tout en tentant de respecter les notations utilisées en optique et en traitement d'images. Les principales notations utilisées sont répertoriées dans le prochain chapitre.

Mais avant d'expliciter les notations je tiens à remercier sincèrement toutes les personnes ayant pris part à ce travail. J'ai veillé à les indiquer tout au long du mémoire. Je dois y ajouter bien sûr tous les membres du jury. J'en remercie particulièrement messieurs les rapporteurs, Alain Bosseboeuf et Pierre Jacquot dont j'ai apprécié les conseils éclairés. J'exprime enfin ma profonde gratitude envers mes deux directeurs de thèse, messieurs Patrick Delobelle et Gilbert Tribillon. Ils resteront toujours pour moi deux purs modèles de chercheur intègre, passionné et compétent, individu rare il me semble.

Ce mémoire a été tapé avec LaTeX $2_\varepsilon$ largement diffusé au sein de l'Institut des Microtechniques de Franche-Comté.

# Notations

L'axe $z$ sera toujours l'axe de la caméra donc la normale à l'échantillon dans sa configuration initiale. Les indices $_f$, $_s$ et $_i$ s'appliquent respectivement au film, au substrat et à l'indenteur. Les indices $_i$ et $_o$ s'appliquent respectivement au plan image et au plan objet. Les indices $_r$ et $_t$ s'appliquent respectivement à l'image référence et à l'image témoin. L'indice $_k$ est un indice générique. Entre crochets, est indiqué le domaine de validité s'il y a lieu : [P.F] pour projection de franges, [P.S] pour photographie de *speckle*, [C.R] pour contraintes résiduelles, [GONF.] pour gonflement, [TRAC.] pour traction et [N.I] pour nano-indentation.

| | |
|---|---|
| $\alpha$ (rad) | : angle de projection des franges par rapport à l'observateur [P.F], |
| $\alpha$ | : coefficient de correction fonction de $r_l$ [GONF.], |
| $\alpha_s$ ($K^{-1}$) | : coefficient de dilatation thermique du substrat, |
| $\alpha_f$ ($K^{-1}$) | : coefficient de dilatation thermique du film, |
| $\beta$ (rad) | : déphasage [P.F], |
| $\gamma(x,y)$ | : visibilité des franges [P.F], |
| $\gamma$ | : degré de similarité entre les les images référence et témoin, $\gamma \in [0,1]$ [P.S], |
| $\delta_0$ (m) | : précision théorique d'un déplacement de corps rigide [P.S], |
| $\delta\Omega$ (m) | : erreur commise sur la position des pics d'intercorrélation [P.S], |
| $\Delta\theta$ (rad) | : demi-angle entre les faisceaux interférents [P.F], |
| $\Delta\phi$ (rad) | : différence des phases entre les images référence et témoin [P.S], |
| $\Delta T$ ($K^{-1}$) | : différence de température entre l'observation et la croissance d'un film [C.R], |
| $\Delta_{\underline{x}_i}$ (m) | : écart à l'approximation linéaire pour quantifier les aberrations, |
| $\epsilon$ | : infiniment petit du premier ordre, |
| $\varepsilon_{ij}$ | : déformations en notation d'Einstein, |
| $\varepsilon^e_{ij}$ | : déformations élastiques en notation d'Einstein, |
| $\varepsilon^p_{ij}$ | : déformations plastiques en notation d'Einstein, |
| $\varepsilon^T_{ij}$ | : déformations totales en notation d'Einstein, |
| $\varepsilon_{xx}$ | : déformations suivant l'axe de traction [C.R], |
| $\varepsilon_{yy}$ | : déformations suivant l'axe transversal [C.R], |
| $\dot{\varepsilon}$ ($s^{-1}$) | : vitesse de déformation, |
| $\eta$ (m) | : fréquence spectrale dans le second domaine spectral [P.S], |
| $\Theta_1$ (Pa) | : premier invariant du tenseur des contraintes ($\Theta_1 = \sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}$), |
| $\lambda$ (m) | : longueur d'onde de la lumière, |

$\nu$ : coefficient de Poisson,
$\nu^e$ : coefficient de Poisson élastique,
$\nu^p$ : coefficient de Poisson plastique,
$\nu_f$ : coefficient de Poisson du film,
$\nu_{\mathsf{i}}$ : coefficient de Poisson de l'indenteur,
$\nu_s$ : coefficient de Poisson du substrat,
$\nu\,(\mathrm{m}^{-1})$ : fréquence spatiale [P.S],
$\rho\,(\mathrm{m})$ : rayon de courbure du bicouche contraint [C.R],
$\rho_r\,(\mathrm{u.a})$ : module du spectre de l'image référence [P.S],
$\rho_t\,(\mathrm{u.a})$ : module du spectre de l'image témoin [P.S],
$\sigma_0\,(\mathrm{Pa})$ : contrainte initiale résiduelle de la membrane [C.R],
$\sigma_f\,(\mathrm{Pa})$ : contrainte résiduelle moyenne du film [C.R],
$\sigma_{th}\,(\mathrm{Pa})$ : estimation thermique de la contrainte résiduelle du film [C.R],
$\sigma_{xx}\,(\mathrm{Pa})$ : contrainte de traction [C.R],
$\sigma_{ij}\,(\mathrm{Pa})$ : contraintes en notation d'Einstein,
$\bar{\bar{\sigma}}\,(\mathrm{Pa})$ : tenseur des contraintes,
$\phi_o\,(\mathrm{m})$ : diamètre d'une surface diffusante circulaire,
$\phi_L\,(\mathrm{m})$ : diamètre d'une lentille,
$\phi(x,y)\,(\mathrm{rad})$ : phase de la lumière projetée,
$\psi\,(\mathrm{rad})$ : paramétrage de l'orientation des directions cristallines [C.R],
$\omega_{k_o}\,(\mathrm{m})$ : décalage du *speckle* suivant $k$ dans $\mathcal{R}_o$ [P.S],
$\omega_{k_i}\,(\mathrm{m})$ : décalage du *speckle* suivant $k$ dans $\mathcal{R}_i$ [P.S],
$\vec{\Omega_o}\,(\mathrm{m})$ : vecteur décalage du *speckle* dans $\mathcal{R}_o$ [P.S],
$\vec{\Omega_i}(x_i,y_i)\,(\mathrm{m})$ : vecteur décalage du *speckle* dans $\mathcal{R}_i$ [P.S],

$\mathsf{a}\,(\mathrm{m})$ : distance interatomique,
$a_{mn}\,(\mathrm{m})$ : amplitude de la déformée [C.R],
$a\,(\mathrm{m})$ : largeur de la membrane [C.R],
$A\,(\mathrm{m}^2)$ : aire de contact *pointe/matériau* élastique projetée [N.I],
$\mathcal{A}$ : facteur d'atténuation [P.S],
$b\,(\mathrm{m})$ : longueur de la membrane [C.R],
$b(x,y)\,(\mathrm{W}\cdot\mathrm{m}^{-2})$ : bruit additif [P.S],
$B(\nu_x,\nu_y)\,(\mathrm{u.a})$ : Transformée de Fourier de $b(x,y)$ [P.S],
$C_{2100}$ : coefficient de distorsion,
$C\,(\mathrm{m})$ : coefficient de contour [P.F],
$\mathsf{C}$, $C$ et $C^*$ : coefficient de correction [GONF.],
$c_{ij}\,(\mathrm{Pa})$ : coefficients de rigidité en notation d'Einstein,
$c\,(\mathrm{Pa})$ : combinaison de coefficients de rigidité, $c = c_{11} - c_{12} - 2c_{44}$,
$\bar{\bar{\bar{C}}}\,(\mathrm{Pa})$ : tenseur de rigidité,
$d\,(\mathrm{m})$ : interfrange projetée [P.F],
$d_o\,(\mathrm{m})$ : distance objet,
$d_i\,(\mathrm{m})$ : distance image,
$\bar{\bar{D}}$ : tenseur des taux de déformations,
$e\,(\mathrm{m})$ : erreur commise sur le décalage [P.S],

$e_f$ (m) : épaisseur du film,
$e_s$ (m) : épaisseur du substrat [C.R],
$E$ (Pa) : module d'Young,
$E_f$ (Pa) : module d'Young du film,
$E_\mathsf{i}$ (Pa) : module d'Young de l'indenteur [N.I],
$E_r$ (Pa) : module d'élasticité réduit [N.I],
$E_s$ (Pa) : module d'Young du substrat [C.R],
$\mathcal{E}_b$ (u.a) : énergie du bruit exprimée dans le domaine direct [P.S],
$\mathcal{E}_B$ (u.a) : énergie du bruit exprimée dans le domaine spectral [P.S],
$f$ (m) : distance focale,
$F_\#$ : Nombre d'Ouverture du système optique,
$F_t$ (N) : effort de traction (effort normal) [TRAC.],
$F$ (N) : charge appliquée [N.I],
$F_{max}$ (N) : charge maximale appliquée [N.I],
$\mathcal{F}(\eta_x,\eta_y)$ (u.a) : spectre du halo de franges [P.S],
$G_T$ : grandissement transversal du système optique,
$G$ (Pa) : module de cisaillement de Coulomb,
$h$ (m) : flèche au centre de la membrane [GONF.],
$\mathsf{h}$ (m) : profondeur d'indentation [N.I],
$\mathsf{h}_c$ (m) : profondeur réelle permanente [N.I],
$\mathsf{h}_\mathsf{f}$ (m) : profondeur résiduelle de l'empreinte après décharge totale [N.I],
$\mathsf{h}_{max}$ (m) : profondeur maximale de l'empreinte [N.I],
$\mathsf{h}_S$ (m) : profondeur de Sneddon [N.I],
$H_B$ (Pa) : dureté du film,
$i(x,y)$ ($\mathrm{W}\cdot\mathrm{m}^{-2}$) : intensité (éclairement lumineux),
$i_0(x,y)$ ($\mathrm{W}\cdot\mathrm{m}^{-2}$) : intensité moyenne,
$i_r(x,y)$ ($\mathrm{W}\cdot\mathrm{m}^{-2}$) : intensité de l'image référence [P.S],
$i_t(x,y)$ ($\mathrm{W}\cdot\mathrm{m}^{-2}$) : intensité de l'image témoin [P.S],
$I_r(\nu_x,\nu_y)$ (u.a) : spectre de l'intensité de l'image référence [P.S],
$I_t(\nu_x,\nu_y)$ (u.a) : spectre de l'intensité de l'image témoin [P.S],
$\bar{\bar{I}}$ : tenseur identité du second ordre,
$J_2(\sigma)$ (Pa) : contrainte équivalente au sens de Von Mises,
$\mathsf{k}$ : nombre entier utilisé lors du déroulement la phase [P.F][P.S],
$L_o$ (m) : largeur d'une surface diffusante carrée,
$\mathsf{N}$ : nombre de grains dans l'image,
$n_c$ : nombre de colonnes éliminées par l'opérateur [TRAC.],
$n_l$ : nombre de lignes éliminées par l'opérateur [TRAC.],
$n_s$ : intervalle de sécurité [TRAC.],
$n_x$ : nombre de vecteurs suivant $x$ [P.S][TRAC.],
$n_y$ : nombre de vecteurs suivant $y$ [P.S][TRAC.],
$N_k$ (pixel) : nombre de pixels dans l'image suivant $k$ [P.S],
$p$ : degré d'itération [P.S],
$p$ (m) : interfrange dans un plan normal à $z_p$ [P.F],
$P$ (Pa) : pression de gonflement [GONF.],

| | |
|---|---|
| $Q$ | : dynamique de la caméra numérique, |
| $Q$ (Pa) | : état asymptotique d'écrouissage, |
| $r$ (m) | : rayon de la membrane [GONF.], |
| $r$ | : rapport entre le rayon du pic et sa largeur à mi-hauteur [P.S], |
| $r_e$ | : rapport des épaisseurs, $r_e = e_s/e_f$ [C.R], |
| $r_l$ | : rapport *longueur/largeur*, $r_l = b/a$ [C.R], |
| R (m) | : résolution de l'interpolation [P.S], |
| $R$ (Pa) | : variable scalaire d'écrouissage, |
| $\mathcal{R}$ | : repère (base orthonormée directe), |
| $\mathcal{R}_i$ | : repère image, |
| $\mathcal{R}_o$ | : repère objet, |
| $\mathcal{R}_M$ | : repère lié à l'interféromètre de Michelson [P.F], |
| $s$ (m$^2$) | : section droite de l'échantillon [TRAC.], |
| $S$ (m) | : largeur à mi-hauteur du pic d'autocorrélation [P.S], |
| $\overline{S}_k$ (m) | : taille moyenne du grain de *speckle* suivant $k$ [P.S] [P.F], |
| $S$ (Pa$^{-1}\cdot$ m) | : rigidité de l'échantillon [N.I], |
| $s_{ij}$ (Pa$^{-1}$) | : coefficients de souplesse en notation d'Einstein, |
| $s$ (Pa$^{-1}$) | : combinaison de coefficients de souplesse, $s = s_{11} - s_{12} - s_{44}/2$, |
| $\bar{\bar{S}}$ (Pa$^{-1}$) | : tenseur de souplesse, |
| $T_1$ (K) | : température de croissance du film [C.R], |
| $T_2$ (K) | : température d'observation du film [C.R], |
| $T_k$ (m) | : taille d'un pixel suivant $k$, |
| $u_{k_o}$ (m) | : déplacement de l'objet suivant $k$ dans $\mathcal{R}_o$ [P.S][TRAC.], |
| $V$ | : facteur de visibilité des franges [P.S], |
| $V_t$ (m·s$^{-1}$) | : vitesse de traction [TRAC.], |
| $V^{at}$ (m·s$^{-1}$) | : vitesse d'attaque en usinage chimique, |
| $\underline{x}_o = x_o + jy_o$ (m) | : coordonnées complexes d'un point dans l'objet, |
| $\underline{x}_i = x_i + jy_i$ (m) | : coordonnées complexes d'un point dans l'image, |
| $Y_0$ (Pa) | : limite d'élasticité, |
| $Y_b$ (Pa) | : module biaxial ou module biaxé, $Y_b = E/(1-\nu)$, |
| $Y_p$ (Pa) | : module de plaque, $Y_p = E/(1-\nu^2)$, |
| $Y_{p_\mathrm{i}}$ (Pa) | : module de plaque de l'indenteur [N.I], |
| $Y_{p_f}$ (Pa) | : module de plaque du film, |
| $z_p$ | : direction du faisceau lumineux projeté [P.F], |
| $z(x,y)$ (m) | : position hors-plan de l'échantillon (déformée) [C.R]. |

# Introduction générale

Étudier le comportement des matériaux, définir leurs caractéristiques mécaniques, tel est l'objectif de la rhéologie. C'est de ces études que dépend le choix des matériaux utilisables dans la réalisation de structures complexes.

Si pour les matériaux usuels et de dimensions standard, les études rhéologiques sont tout à fait classiques, de nombreuses voies sont encore à explorer.

On peut citer plusieurs domaines phares qui justifient un élargissement de la rhéologie vers de nouvelles utilisations de matériaux usuels ou vers de nouveaux matériaux :

– l'automobile ;
– le pétrole ;
– l'aéronautique ;
– l'information et la communication ;
– le biomédical...

Il est inutile de faire le bilan des exigences portées par ces secteurs, elles regroupent toutes les technologies de pointes. Et deux mots parmi d'autres symbolisent ces exigences : « miniaturisation et fiabilité ».

On aborde l'une des voies que le Laboratoire de Mécanique Appliquée - L.M.A.R.C[1] - a choisie de suivre : l'étude des propriétés mécaniques des matériaux utilisés en faible(s) dimension(s).

Le but de la recherche dans ce domaine est d'aider à la conception de micromécanismes et microstructures. La particularité de ces objets est qu'ils héritent de procédés d'usinage collectif utilisés en électronique. Ils sont principalement composés d'un assemblage de plaques minces, de membranes, de poutres fines, liées à un substrat plus massif, sollicitées principalement en traction, pression et flexion.

Les premiers travaux réalisés au L.M.A.R.C dans cette voie remontent au début des années 90 avec la naissance de l'Institut des Microtechniques de Franche-Comté : l'I.M.F.C[2].

Le premier banc d'essai à avoir été développé est celui de gonflement de membrane [1][2]. Le second, plus délicat à mettre en oeuvre, est le banc d'essai de flexion de poutre mince [3]. Enfin, l'I.M.F.C s'est doté d'un banc d'essai de nano-indentation, appareil commercial, venant compléter ces deux outils.

Mais comme une démarche scientifique rigoureuse se doit de recouper plusieurs expériences pour prétendre à des résultats fiables, il a été décidé de mettre au point un moyen de mesure supplémentaire, le banc d'essai de traction sur film mince.

L'expérience prouve qu'en s'intéressant aux matériaux en faibles épaisseurs, on est systématiquement confronté à des problèmes de contraintes résiduelles. Les travaux précités n'y ont pas échappés et c'est pourquoi ce travail de thèse s'articule autour de deux parties :

– l'étude des contraintes résiduelles dans les couches minces ;
– la traction sur film mince.

1. Laboratoire de Mécanique Appliquée Raymond Chaléat, 19 Chemin de l'épitaphe, 25030 Besançon.
2. Institut des Microtechniques de Franche-Comté, 32 Avenue de l'observatoire, 25030 Besançon.

Ces deux voies font appel au contrôle non destructif et en particulier à la métrologie optique. Au sein de l'I.M.F.C, le Laboratoire d'Optique - L.O.P.M.D [3] - possède l'expérience requise dans ce domaine.

L'approche mécanique nécessite une étude en terme de déplacement. Déplacement hors-plan pour l'analyse des contraintes résiduelles, et déplacement dans le plan pour l'analyse des déformations des éprouvettes de traction.

Les méthodes optiques utilisées sont pour les déplacements hors-plan, la projection de franges en lumière cohérente ; et pour les déplacements dans le plan, la photographie numérique de *speckle*.

Concernant l'étude des contraintes résiduelles par analyse de la déformée, après une brève présentation du phénomène, nous proposons un rappel de la technique de projection de franges. Puis, nous étudions l'anisotropie mécanique des matériaux Cubiques à Faces Centrées, matériaux fréquemment rencontrés dans le domaine des microtechniques. Nous présentons ensuite les trois études expérimentales réalisées :

- l'analyse des contraintes résiduelles dans le film d'un bicouche *film/substrat* à bords libres, il s'agit en l'occurrence de contraintes thermiques dans des *wafers* bicouches $SiO_2/Si$ ;
- l'analyse de l'effet des contraintes résiduelles de compression dans le film d'une membrane bicouche $SiO_2/Si$ ;
- l'étude de contraintes résiduelles de tension dans un film de polyimide monocouche par gonflement de membranes.

La seconde partie débute par la présentation des spécificités de l'essai de traction sur film mince associée aux solutions technologiques envisagées. Nous détaillons ensuite la technique utilisée pour mesurer le champ de déplacements dans le plan. Deux validations expérimentales sont finalement proposées en cloture à ce mémoire de thèse :

- traction sur un matériau ductile, le cuivre électrodéposé ;
- puis traction sur un matériau fragile, le silicium monocristallin.

3. L.O.P.M.D, Laboratoire d'Optique Pierre-Michel Duffieux, 16 Route de Gray, 25030 Besançon.

# Première partie

# Mesure des contraintes résiduelles dans les films minces

# Chapitre 1

# Origine de l'étude

Les films minces ont fait l'objet de nombreux travaux. Leurs caractéristiques mécaniques ont été beaucoup étudiées et plusieurs ouvrages en proposent les bases [4][5]. Elles ont été étudiées tant du point de vue des propriétés rhéologiques, que des propriétés d'adhésion et des contraintes résiduelles.

C'est probablement en voulant protéger des surfaces oxydables ou fragiles par dépôt de matériaux aux propriétés adéquates que les contraintes résiduelles dans les films minces ont été mises en évidence. La couche protectrice venait parfois à craqueler ou à se décoller [6]. Ce phénomène est directement lié aux propriétés d'adhésion du film sur le matériau massif [1] et aux contraintes internes dont il fait l'objet [7]. Lorsque l'adhérence du film au matériau massif est « parfaite », aucun signe extérieur ne permet de deviner la présence d'une éventuelle contrainte dans le film. De même, lorsque le film n'est pas contraint, l'adhérence peut sembler « parfaite ». L'ensemble *contraintes résiduelles/adhérence* forme un couple inséparable dans le domaine des films minces.

On pourrait disserter longuement sur le phénomène d'adhésion mais l'intérêt de notre étude concerne plus précisément les contraintes résiduelles. Résiduelles pourquoi ? Parce que les contraintes qui nous intéressent ne sont pas dues à une action mécanique extérieure sur le film étudié, mais à son procédé d'obtention. Le film, dans son état de repos, est soumis à une contrainte interne. C'est cette contrainte qui nous intéresse et que l'on désire mesurer.

Mesurer une contrainte ! oui... mais dans quel but ? Simplement dans le but de mieux comprendre son origine et d'être capable de la prévoir, de la supprimer ou de la contrôler, et éventuellement d'utiliser cette contrainte comme source d'énergie. Mais compte tenu du rôle qui nous est assigné dans le présent travail, nous nous limitons à la caractérisation de l'effet de la contrainte. Nous cherchons à développer des moyens de mesure permettant d'y accéder sans chercher à en déterminer la cause ni à l'éliminer.

Nous avons évoqué dans l'introduction les travaux passés de Bonnotte sur l'essai de gonflement de membranes [1]. C'est lors de l'étape de validation du dispositif de mesure que l'intérêt et la possibilité d'étudier les contraintes résiduelles se sont fait ressentir. Les membranes utilisées

1. On entend ici par « matériau massif » un matériau suffisamment épais pour ne pas se déformer sous l'action du film.

étaient en silicium monocristallin. La réalisation des membranes semblait être une étape inévitable à qui devait utiliser le silicium monocristallin comme matériau de référence pour valider le banc d'essai. Le choix du silicium n'est pas innocent. Son usage intensif en électronique de masse depuis quelques décennies fait que ses procédés d'obtention et d'usinage sont tout à fait maîtrisés. Mais plus qu'un matériau aux propriétés de semi-conducteur intéressantes, il s'avère présenter des propriétés mécaniques remarquables [8]. La bonne connaissance de ces propriétés et la possibilité de réaliser des membranes fines et d'excellente qualité ont naturellement imposé son choix comme matériau de référence pour valider l'essai de gonflement.

Malgré les bons résultats obtenus avec le silicium, la réalisation de membranes relativement minces (de l'ordre de $5\,\mu$m ou moins) s'est révélée infructueuse. En deçà d'une épaisseur de $10\,\mu$m, les *wafers* de silicium comportaient souvent plusieurs membranes cassées. C'est lors du procédé[2] d'obtention des membranes que des contraintes résiduelles se développent. Pour des membranes de faible épaisseur, ces contraintes peuvent être suffisamment importantes pour provoquer leur rupture. L'étude de ces contraintes, via l'analyse de forme des membranes, a alors été engagée. La première partie du travail présenté ici vise à poursuivre cette étude.

Dans le second chapitre, nous nous intéressons à l'origine des contraintes résiduelles en nous orientant particulièrement vers le cas des films minces. Les contraintes résiduelles sont abordées par l'exemple des membranes de silicium monocristallin. Il s'agit précisément de contraintes thermiques à l'interface entre le dioxyde de silicium[3], $SiO_2$, et le silicium, $Si$. Les méthodes de calcul des contraintes que nous adoptons sont basées sur l'étude de la déformée des échantillons sous l'action des contraintes.

L'analyse de la déformée est effectuée par une méthode de projection de franges. Ce moyen de mesure optique sera donc présenté au troisième chapitre.

Nous nous intéressons ensuite, dans le quatrième chapitre, à l'anisotropie des matériaux de structure cristallographique Cubique à Faces Centrées, les CFC. Cette étude nous semble nécessaire en introduction aux trois applications présentées par la suite. Elle sera aussi utile à la dernière campagne d'essais présentée dans ce mémoire de thèse.

La première application fait en l'occurrence appel à un substrat CFC. Elle traite de l'effet des contraintes thermiques sur les *wafers* bicouches $SiO_2/Si$ à contours libres et fait l'objet du cinquième chapitre. Nous tentons d'y quantifier la contrainte.

Les effets des contraintes thermiques sur les membranes bicouches $SiO_2/Si$ aux bords encastrés font ensuite l'objet du sixième chapitre. Les contraintes en jeu sont des contraintes de compression. On verra que nous sommes actuellement dans l'incapacité de proposer une valeur quantitative au taux de contraintes présent dans ces membranes.

Nous proposons finalement – avant d'étudier la traction des films minces – la mesure des contraintes résiduelles par le gonflement de membranes. Le matériau testé est un film de polyimide. Cette analyse est complémentaire aux deux premières puisqu'elle s'applique aux membranes soumises à des contraintes de tension.

2. On utilise couramment en salle blanche l'anglicisme *process*. Ceci comprend l'ensemble des étapes intervenant dans la réalisation d'un objet par usinage chimique.

3. On emploie couramment le terme « silice ».

# Chapitre 2

# Origine des contraintes résiduelles

Ce chapitre donne quelques informations concernant les contraintes résiduelles rencontrées dans les films minces. On y introduit principalement le cas de contraintes thermiques en adoptant l'exemple du bicouche $SiO_2/Si$. Le procédé classique d'usinage anisotrope des membranes de silicium dans les *wafers* orientés $<100>$ est présenté.

## 2.1 Les trois ordres de contraintes résiduelles

Comme il a été précisé en introduction, les contraintes résiduelles peuvent être définies comme les contraintes, au sens mécanique du terme[1], présentes au sein d'un matériau lorsque celui-ci n'est pas soumis à une action mécanique extérieure. Elles ne sont pas spécifiques aux films minces ou aux matériaux en faible épaisseur. Un matériau massif présente aussi, localement, des contraintes résiduelles non négligeables. Dans une structure mécano-soudée par exemple, des contraintes se développent localement près des soudures. Le soudeur sait que la structure va se déformer lors du refroidissement, et prend naturellement en compte ce phénomène. On peut cependant dire que dans le cas des films minces, les contraintes résiduelles s'expriment de façon prépondérante, portant parfois atteinte à l'intégrité des microstructures. Dans les différentes disciplines des microtechniques, elles font donc l'objet de la plus grande attention.

D'une manière générale, on classe les contraintes résiduelles selon trois ordres [9]. Les contraintes d'ordre I sont des contraintes macroscopiques. Pour un matériau multiphasé elles se répercutent sur plusieurs grains. Les contraintes de soudage évoquées précédemment en font partie. Les zones de forte déformation plastique après pliage présentent aussi une concentration de contrainte du premier ordre. Les contraintes d'ordre II sont les contraintes résiduelles présentes à l'échelle du grain. La différence de constitution des grains, leur orientation, leur taille... sont à l'origine de ces contraintes [10]. Enfin, les contraintes d'ordre III sont les contraintes résiduelles microscopiques. Elles peuvent être dues à la présence d'éléments interstitiels, de lacunes ou autres défauts au sein du réseau cristallin.

1. La contrainte s'exprime en Pascal, donc en unité de pression. Il s'agit d'un effort par unité de surface.

En ce qui concerne les matériaux massifs, les deux méthodes les plus utilisées pour mesurer les contraintes résiduelles sont la technique de diffraction des rayons X, et la technique dite de *hole-drilling*. Si la première technique est applicable aux films minces, la seconde ne l'est pas. Elle consiste à percer un matériau sous contrainte et à mesurer la relaxation de celui-ci au voisinage du perçage. Depuis plusieurs années, cette technique est naturellement associée à la mesure de déplacements par métrologie optique [11][12].

## 2.2 Contraintes résiduelles dans les films minces

### 2.2.1 Généralités

Dans le cas des films minces, on considère deux types de contraintes résiduelles :

– les contraintes d'origine thermique[2] ;

– et les contraintes intrinsèques.

Le premier type de contraintes, que nous appellerons simplement « contraintes thermiques », est clairement identifié. On trouve son origine dans la différence de coefficient de dilatation thermique entre les matériaux solidaires. L'élaboration des microsystèmes étant rarement effectuée à leur température d'utilisation, les contraintes thermiques s'expriment par une déformation des différents éléments lors du refroidissement de la structure. Ces contraintes peuvent être classées dans la catégorie des contraintes résiduelles d'ordre I puisqu'elles agissent de manière globale sur la structure.

Les contraintes intrinsèques sont dues au procédé d'élaboration des couches et apparaissent durant la croissance. Elles peuvent se traduire par des contraintes résiduelles d'ordre I, II ou III. On peut parfois trouver leurs origines et tenter de les réduire. Dans certains cas, un recuit[3] ou des cyclages thermiques permettent de les relaxer [13].

Dans les microsystèmes, chaque couche – ou multicouche – présente des contraintes intrinsèques inhérentes à son mode d'élaboration. Il est difficile de faire des généralités concernant leurs origines. On peut tout de même en citer quelques exemples trouvés dans la littérature [5][14][15][16][17] :

– défauts, lacunes, contamination ;

– problème de diffusion d'oxygène vers l'intérieur de la couche causant une expansion volumique ;

– différence de taille des atomes de chaque composant ;

– oxydation de surface ;

– vitesse de croissance ;

– dislocations d'interfaces dans les monocristaux ;

– tension de surface...

2. On dit aussi parfois « contraintes extrinsèques ».

3. Recuit : opération utilisée en métallurgie qui consiste à chauffer un matériau à une température donnée pour relaxer les contraintes.

Dans les films minces, on met en évidence les contraintes résiduelles soit par des mesures locales, soit par des mesures globales [18] [19]. Les méthodes locales visent à mesurer des modifications cristallographiques (changement des distances interatomiques par exemple). Ces méthodes nécessitent la connaissance des propriétés élastiques du matériau. Elles utilisent par exemple la diffraction des rayons X [20][21], la diffraction des électrons, la spectroscopie Raman [22], l'ellipsométrie spectroscopique [23], la spectroscopie optique non-linéaire [24]... Les méthodes globales visent à mesurer l'effet de ces modifications cristallographiques : effet mécanique sur la forme de la structure, sur la réponse vibratoire [25]... ou effet sur les autres propriétés (électromagnétiques, thermiques, optiques, etc.).

Dans un cas comme dans l'autre, lorsque le mécanicien cherche à quantifier les contraintes résiduelles, il utilise une approche phénoménologique. Il tente de déterminer la relation qui relie la contrainte au paramètre qu'il observe. En rhéologie, la méthode la plus utilisée pour mesurer les contraintes dans les films minces consiste à étudier la déflexion d'un échantillon sous l'action de celles-ci. De nombreuses études ont été conduites en ce sens depuis les années 70. Les essais de gonflement et de flexion permettent aussi de mesurer les contraintes résiduelles [26]. Une autre approche, relativement à la mode, est issue des techniques d'usinage collectif. Elle consiste à étudier les déformations provoquées par les contraintes résiduelles sur des microdispositifs spécifiquement réalisés dans ce but [27][28][29][30][31].

C'est la première méthode que nous utiliserons pour mesurer les contraintes thermiques dans le cas du bicouche $SiO_2/Si$. On verra cependant qu'elle est inadaptée dans le cas des membranes aux bords encastrés. Sous cette forme, et si la membrane est en tension, la contrainte peut par contre être mesurée par l'essai gonflement. En effet, les relations *pression/flèche* permettent de prendre en compte une contrainte initiale de tension dans le film. Nous proposons comme application le calcul des contraintes intrinsèques dans un film de polyimide par gonflement de membrane.

### 2.2.2 Un exemple : le bicouche $SiO_2/Si$

#### Les contraintes thermiques dans le bicouche $SiO_2/Si$

Revenons aux contraintes thermiques puisqu'elles nous intéressent au plus haut point. Nous allons les introduire par l'exemple concret des membranes de silicium.

Le silicium monocristallin est devenu, par la force des choses, le matériau de référence et de base dans la composition des microsystèmes. Contrairement aux idées courantes, il ne s'agit pas d'un matériau extrêmement fragile. C'est plutôt l'utilisation qui en est faite qui nécessite de le manipuler avec délicatesse. En effet, les objets en silicium que l'on manipule sont généralement issus de tranches de silicium monocristallin[4], appelées plus couramment par le nom anglais

4. Le silicium que nous utilisons est en réalité dopé pour assurer ses caractéristiques de semi-conducteur. Le dopant est le plus souvent du bore ou du phosphore... mais sa concentration est infinitésimale et permet de négliger son effet sur les caractéristiques mécaniques du silicium. Nos échantillons les plus dopés présentent par exemple une concentration en phosphore de $10^{21}$ atomes $\cdot$ cm$^{-3}$ soit $0{,}006\,\%$ du volume.

*wafer*[5], d'épaisseur inférieure à $400\ \mu$m et de diamètre généralement supérieur à $50$ mm. Comme tout monocristal, il a la particularité d'avoir tendance – à de faibles épaisseurs – à se cliver selon ses directions cristallographiques. En général cela arrive à la suite d'un choc. Petersen fait remarquer avec pertinence qu'un échantillon d'acier de dimensions équivalentes serait très facile à plier et à plastifier [8].

Les procédés d'usinage des structures de silicium sont bien établis. On procède par attaque chimique à l'aide de solutions de produits déterminés. Il peut s'agir d'une attaque isotrope, ou d'une attaque anisotrope. Les vitesses d'attaque sont fonction des produits utilisés, de leur proportion, de la température, et même de l'agitation du bain. Le procédé que nous utilisons pour graver les membranes comprend plusieurs étapes représentées par la figure 2.1. La gravure du silicium est réalisée par attaque chimique dans une solution à base de potasse, $KOH$[6]. Pour localiser l'attaque et obtenir les formes de membranes désirées, on utilise une couche protectrice de dioxyde de silicium, le $SiO_2$[7], qui est attaqué beaucoup plus lentement que le silicium[8]. L'ouverture de fenêtres dans le $SiO_2$ s'effectue aussi par une attaque chimique, cette fois-ci dans une solution à base de fluorure d'ammonium et d'acide fluorhydrique : le $BHF$[9]. La protection du $SiO_2$ lors du perçage des fenêtres est réalisée par une résine photosensible[10] insensible au $BHF$. Les ouvertures dans la résine sont effectuées par révélation dans un développeur basique, un flash en rayonnement ultraviolet ayant préalablement sensibilisé la résine aux endroits désirés grâce à un masquage[11].

Le procédé d'usinage que nous présentons ici consiste en un usinage anisotrope. Les plans cristallins orientés $(111)$ sont attaqués plus lentement que les autres[12]. Les causes de l'anisotropie des vitesses d'attaques font l'objet de plusieurs hypothèses[13]. Le degré d'anisotropie de l'attaque est lié à la température et à la composition du bain [32]. Toujours est-il que ce phénomène permet d'usiner, ou oblige à usiner, les membranes selon une géométrie bien définie qui est fonction de l'orientation cristallographique des *wafers* choisis. Il est ainsi aisé de réaliser une membrane parfaitement rectangulaire, d'épaisseur jusqu'à $10\ \mu$m, dans un *wafer* $<100>$. C'est pour des épaisseurs inférieures que les choses se compliquent, contraintes thermiques aidant.

C'est lors de la première étape de protection du silicium que l'on trouve l'origine des contraintes thermiques que nous étudions. La couche de dioxyde de silicium est générée par oxydation. Cette oxydation peut-être effectuée sous atmosphère humide, ou sous atmosphère sèche. Dans

5. On emploie aussi le terme « galette ».

6. Solution : $23{,}4\ \%$ en masse de $KOH$, $13{,}3\ \%$ en masse d'alcool isopropanol et $63{,}3\ \%$ en masse de $H_2O$.

7. On peut aussi utiliser d'autres couches, comme le nitrure de silicium, $Si_3N_4$.

8. Par exemple à $70^o$C : $V^{at}_{Si[100]} = 670\,\text{nm}\cdot\text{min}^{-1}$ et $V^{at}_{SiO_2} = 7\,\text{nm}\cdot\text{min}^{-1}$.

9. Solution : $28$ ml de $HF$, $170$ ml de $H_2O$ et $113$ g de $NH_4F$.

10. Une résine photosensible est chimiquement soluble après insolation à un rayonnement donné. Nous utilisons la résine Shipley $1400-37$.

11. Notons qu'il existe des résines positives et des résines négatives et que le masque doit être réalisé en conséquence.

12. La différence de vitesse d'attaque peut atteindre un rapport $1000$.

13. La plus forte densité d'atomes dans les CFC se rencontre pour les plans atomiques $(111)$ (Fig. 4.1 p. 48). Les molécules d'$H_2O$, formant un écran, sont donc plus nombreuses dans ces plans. De même, les énergies interatomiques sont globalement plus importantes à vaincre pour décrocher un atome...

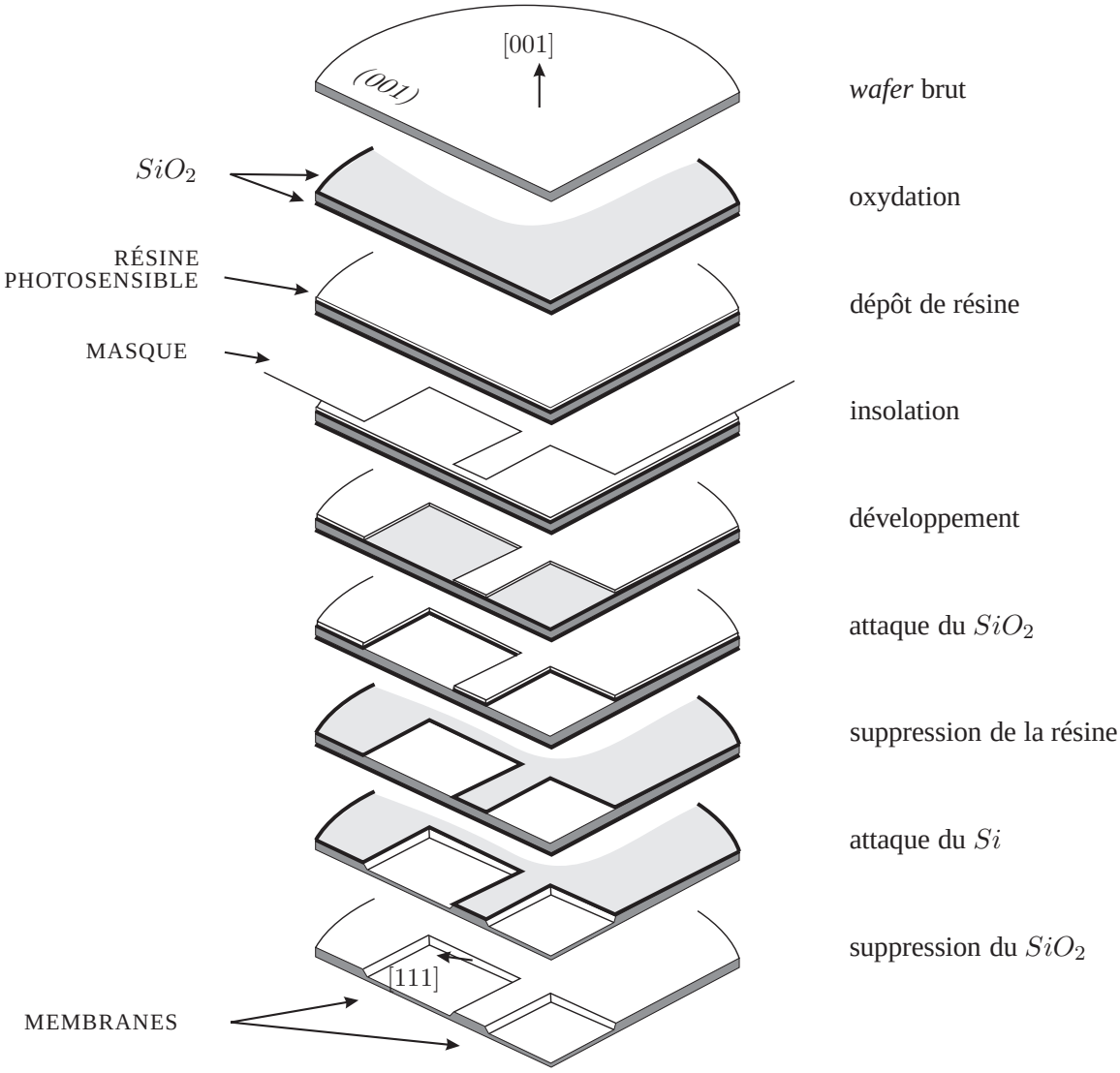



FIG. 2.1 – *Procédé d'élaboration des membranes de silicium.*

notre cas, elle est réalisée sous atmosphère sèche dans un four à la température de $1080\,^o$C. Les coefficients de dilatation thermique sont de $\alpha_{Si} = 2{,}6 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ pour le silicium [14] et de $\alpha_{SiO_2} = 0{,}55 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ pour le dioxyde de silicium généré par oxydation [15]. Lorsque le bicouche est refroidi à la température ambiante, la différence de coefficient de dilatation thermique entre

14. On trouve dans la littérature des valeurs allant de $\alpha_{Si} = 2{,}33 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ à $\alpha_{Si} = 3 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$. Nous retenons la valeur moyenne mais il faut avoir à l'esprit que le monocristal de silicium est mécaniquement anisotrope donc que sa dilatation thermique l'est aussi. De plus, le coefficient de dilatation thermique est fonction de la température et varie de $2{,}5 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ à $4{,}5 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ de la température ambiante à $800^o$C [33].

15. On trouve dans la littérature des valeurs allant de $\alpha_{SiO_2} = 0{,}5 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ à $\alpha_{SiO_2} = 0{,}6 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$, cette valeur variant assez peu avec la température.

le silicium et le dioxyde de silicium engendre une différence de taux de contraction des deux couches[16]. Les contraintes thermiques naissent inévitablement et obligent l'ensemble à se courber pour minimiser les énergies internes. Le film peut alors se trouver dans un état de tension ou dans un état de compression selon le signe de la différence de coefficient de dilatation thermique (Fig. 2.2).

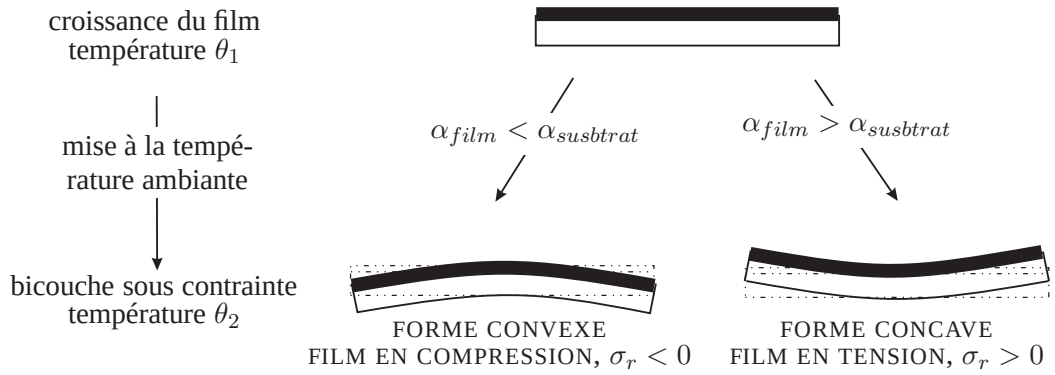



FIG. 2.2 – *Naissance des contraintes thermiques durant l'élaboration d'une couche mince.*

S'il n'est plus désirable, le $SiO_2$ restant sur une face est supprimé par attaque chimique au $BHF$, relâchant ainsi les contraintes thermiques. La membrane de silicium est de nouveau prête à accueillir les autres couches éventuellement prévues. Dans tous les cas, la courbure de la membrane porte atteinte à son intégrité physique, allant parfois jusqu'à rupture selon les épaisseurs en présence [34]. Ce phénomène doit donc être pris en compte. C'est cette courbure, ou « déflexion », que nous nous proposons de mesurer et qui peut – dans certains cas – permettre de faire une estimation quantitative de la contrainte.

Le cas du bicouche $SiO_2/Si$ n'est qu'un exemple particulier dans la réalité des contraintes thermiques. Nous avons déjà noté que les films minces sont rarement générés à température ambiante ; qu'ils soient réalisés par dépôt, pulvérisation, croissance épitaxiale ou autres techniques... On peut toujours tenter d'utiliser des matériaux présentant des coefficients de dilatation thermique voisins, parmi la classe des métaux par exemple. Mais les matériaux sont souvent imposés par la structure que l'on veut réaliser. Par ailleurs, les couches d'oxyde sont fréquemment utilisées dans le domaine des multicouches en tant que couches sacrificielles. Elles constituent aussi des barrières intéressantes empêchant la migration d'atomes entre les différentes couches lors de la réalisation des couches supérieures.

Le problème des contraintes thermiques se pose aussi lors de la réalisation des films minces monocouches. L'étape finale consiste à séparer le film mince de son support[17] et l'emploi d'une couche sacrificielle, qui puisse être gravée sélectivement, est courant. Accorder les coefficients de dilatation thermique entre les différentes couches est souvent impossible.

16. Tant que l'adhésion entre le film et le substrat est correcte.
17. En général un substrat de matériau semi-conducteur : $Si$, $AsGa$, ou autre...

Les contraintes thermiques sont donc rencontrées fréquemment dans la pratique aussi bien lors de la croissance d'un film monocouche que dans la réalisation de multicouches.

**Autres contraintes résiduelles dans le bicouche $SiO_2/Si$**

En réalité, et d'une manière générale, les contraintes thermiques ne sont pas les seules contraintes résiduelles en présence dans le bicouche $SiO_2/Si$. Une autre source de contraintes résiduelles réside dans la physique de l'oxydation [27].

Dans le cas de l'oxydation sous atmosphère sèche, la croissance de l'oxyde se fait par transport interstitiel de l'oxygène. La silice générée adopte une structure composée de tétraèdres[18] reliés par les atomes d'oxygènes. Cette structure est plus dense que la structure CFC du silicium. L'interface *silicium-silice* est alors situé en-deçà de la surface initiale du silicium, $44\,\%$ du dioxyde généré sont situés à l'intérieur du volume initial et $56\,\%$ à l'extérieur. La structure finale de la silice thermique est finalement une structure amorphe[19] comportant des lacunes qui engendrent des variations de densité et permettent la contamination du film par des impuretés[20] [35]. Ces défauts sont la source de contraintes d'ordre III de tension ou de compression.

De plus, bien que de composition presque parfaite, les *wafers* de silicium monocristallin peuvent présenter à l'état brut des concentrations de contraintes en fonction du taux de dopage [36]. Les résultats du quatrième chapitre en montreront un effet : les *wafers* bruts présentent d'importants défauts de planéité.

Cependant, on considère avec raison que dans les bicouches $SiO_2/Si$, les contraintes thermiques sont de loin les plus importantes. On néglige donc, pour ce bicouche particulier, les contraintes intrinsèques.

## 2.3 Bilan du chapitre 2

Le bicouche $SiO_2/Si$ fait l'objet des deux premières études expérimentales présentées dans ce mémoire. Il a donc été utilisé en guise d'exemple pour expliquer l'origine des contraintes thermiques. Outre les contraintes thermiques, nous avons donné quelques exemples de contraintes intrinsèques que l'on rencontre dans les films minces. On a vu que, dans un bicouche *film/substrat*, lorsque le film est sous contrainte – tout au moins d'ordre I – l'ensemble fléchi. Cette déflexion permet de faire une estimation du taux de contrainte dans le film.

18. Quatre atomes d'oxygène entourent un atome de silicium.
19. Contrairement au quartz, de composition identique mais de structure cristalline, donc plus dense.
20. Par exemple, des gaz étrangers présents dans l'étuve.

# Chapitre 3

# La mesure du champ de déplacements hors-plan

Sans avoir trop insisté sur ce fait, on aura compris que les trois études envisagées dans cette première partie ont un point commun : la mesure de la déformée des échantillons.

Dans le cas des *wafers* bicouches, elle permet de relier le rayon de courbure à la contrainte thermique moyenne présente dans le film. Dans le cas des membranes $SiO_2/Si$ encastrées sur leur contour, elle permet dans un premier temps de faire une étude qualitative du taux de contrainte à l'interface. Dans le cas des films de polyimide, elle permet de tracer les relations *pression/flèche*, qui constituent la base du calcul de la contrainte résiduelle.

Compte tenu des dimensions en jeu et de la fragilité des échantillons, il semble important de leur éviter tout contact mécanique. Ce point fera l'objet de précautions particulières concernant leur fixation. Il impose également le choix d'une méthode de mesure sans contact. Nous avons choisi la métrologie optique.

La bibliographie offre de nombreuses méthodes adaptées aux mesures de formes envisagées. On peut citer l'interférométrie holographique (à deux longueurs d'onde, à deux indices, à deux angles...) [37], l'interférométrie de *speckle* (via mouvement de l'objet, décalage d'un faisceau...) [38][39][40], la déflectométrie moiré [41], l'interférométrie moiré [42], la projection de grille auto-adaptative [43], et des méthodes d'interférométrie désensibilisée [44], d'interférométrie avec réseau périodique [45][46], etc... Ces techniques sont plus ou moins simples à mettre en place. Elles peuvent avoir une sensibilité adaptable ou fixée. Elles peuvent opérer sur des matériaux rugueux ou non.

Finalement, le banc d'essai de gonflement de membranes est à l'origine de notre choix. Il dispose de deux possibilités complémentaires, en termes de précision et d'étendue de mesure[1], pour mesurer les déplacements hors-plan [47] :

– l'interférométrie holographique, adaptée aux déplacements hors-plan dans une gamme de $\lambda/50$ à $3\,\mu$m, avec une précision de $\pm 0{,}6\,\%$[2] ;

1. Les valeurs indiquées ont été obtenues pour des champs objets de $10 \times 10\,\text{mm}^2$.
2. $\lambda$ est la longueur d'onde de la lumière laser, soit $\lambda = 514$ nm dans le cas du laser à argon dont nous disposons.

– la projection de franges d'interférence, adaptée aux déplacements hors-plan dans une gamme de $3\,\mu$m à quelques centaines de $\mu$m selon les angles de projection utilisés, avec une précision de $\pm 2\,\%$.

Les études que nous proposons ultérieurement présentent certaines particularités du point de vue des informations que l'on désire obtenir et de la géométrie des échantillons.

1. Les *wafers* sont étudiés de façon statique. Ils ont un diamètre de $50{,}8$ mm et une épaisseur de $70\,\mu$m, $200\,\mu$m ou $250\,\mu$m. Ce sont les rayons de courbure suivant les directions cristallographiques principales qui nous intéressent. Nous n'avons pas de connaissance *a priori* sur l'amplitude des flèches que va leur imposer la contrainte thermique.
2. Les membranes bicouches $SiO_2/Si$ sont aussi étudiées d'un point de vue statique. Elles sont solidaires d'un cadre de silicium et présentent des surfaces couvrant de $1{,}5\times 7{,}5\,\text{mm}^2$ à $6\times 8\,\text{mm}^2$ pour des gammes d'épaisseurs variant de $3{,}5\,\mu$m à $20\,\mu$m. Nous désirons en analyser simplement la forme. Des études antérieures montrent qu'elles peuvent présenter des déflexions comprises entre $0\,\mu$m et $40\,\mu$m [1].
3. Les films de polyimide sont étudiés de façon continue, au cours du gonflement[3]. Ils ont des dimensions de $4\times 8\,\text{mm}^2$ et $3\times 4\,\text{mm}^2$ pour une épaisseur de $2\,\mu$m, $4\,\mu$m ou $5{,}5\,\mu$m. L'information intéressante est l'évolution de la flèche au centre en fonction de la pression de gonflement. Le polyimide étudié étant un matériau très élastique, les films devraient subir des flèches très importantes[4].

La méthode de projection de franges est commune aux trois études. Nous allons donc en poser les jalons sans trop s'étendre ; la technique complète ayant déjà été pleinement décrite dans les thèses de Bonnotte [1] et de Trolard [2] qui ont développé le banc d'essai de gonflement de membranes.

## 3.1 La projection de franges adaptée au dispositif de gonflement

La projection de franges, au sens où nous l'entendons, fait partie des méthodes d'analyse de contour[5] par voie optique [49]. Ces méthodes peuvent être divisées en deux classes qui utilisent :

1. soit un éclairage incohérent :
   – projection de réseaux binaires ;
   – projection de réseaux sinusoïdaux[6] ;
   – moiré de projection ;
   – moiré d'ombre...

3. Dans l'état actuel du banc d'essai, des pauses sont toutefois nécessaires à l'acquisition des images. Des algorithmes récents permettent par ailleurs d'éviter ces pauses [48].
4. D'amplitude supérieure à $100\,\mu$m.
5. On dit *contouring* en anglais.
6. On utilise pour cela des matrices de cristaux liquides, les SLM : *Spatial Light Modulator*.

2. soit un éclairage cohérent :
   - interférence par prisme de Wollaston ;
   - interférence par interféromètre de Michelson ;
   - holographie à deux angles d'illumination...

Le principe du *contouring* consiste à analyser des franges, en général initialement rectilignes[7] parallèles et périodiques, qui sont déformées par la surface de l'objet à étudier. Un observateur, situé dans une direction quelconque[8], observe des franges courbées. Si la surface est plane, il observe des franges rectilignes.

Le schéma de la figure 3.1 montre des franges rectilignes projetées avec une inclinaison, $\alpha$,

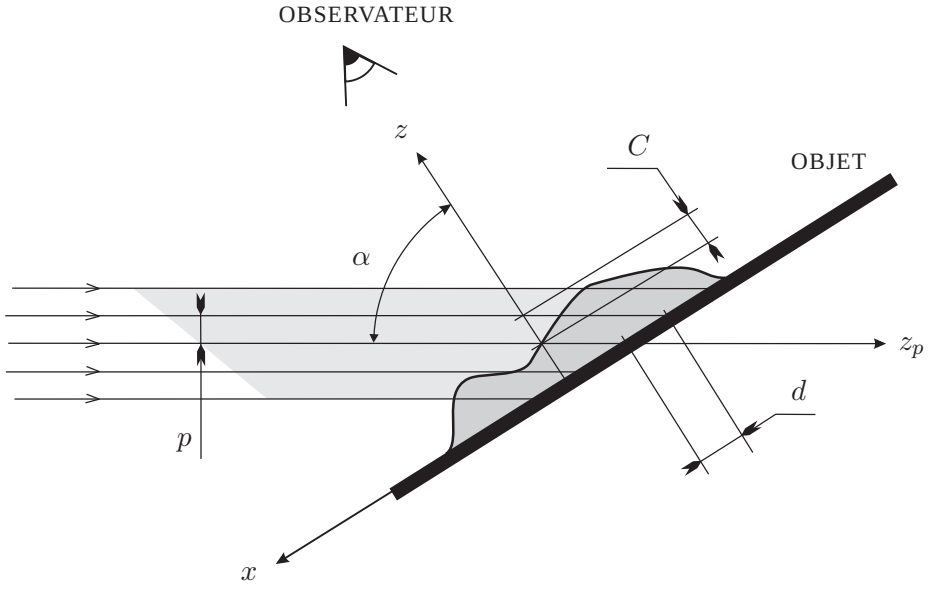



FIG. 3.1 – *Angle de projection et interfrange.*

sur une surface courbe.

Soit $\mathcal{R}(Oxyz)$ le repère lié à l'objet[9]. Soit $p$ l'interfrange dans un plan normal à $z_p$, la direction de la lumière projetée. L'interfrange projetée, $d$, est :

$$d = \frac{p}{\cos\alpha} \tag{3.1}$$

avec $d$ (m) : interfrange projetée,
$p$ (m) : interfrange dans un plan normal à $z_p$,
$\alpha$ (rad) : angle de projection des franges par rapport à l'observateur.

7. On peut aussi adopter d'autres formes de franges initiales.
8. Hormis la direction de la source, $z_p$.
9. L'observateur étant situé dans la direction $z$.

Pour analyser la forme de l'objet suivant $z$, on définit un coefficient de contour, $C$, tel que :

$$\boxed{C = \frac{p}{\cos\alpha \tan\alpha} = \frac{d}{\tan\alpha}}. \tag{3.2}$$

D'un point de vue pratique, $C$ correspond à la projection de l'interfrange projetée, $d$, sur $z$. La sensibilité de la mesure de contour dépend de $\alpha$. Lorsque $\alpha = 0^o$, la sensibilité est nulle, l'observateur voit des franges rectilignes. Lorsque $\alpha$ tend vers $90^o$, la sensibilité augmente, mais selon la forme de l'objet il y a apparition d'ombres du coté opposé à la source, empêchant la mesure de la forme sur tout le champ d'observation. De plus, pour obtenir une bonne résolution suivant $z$, l'interfrange doit être la plus faible possible.

Compte tenu du cahier des charges, la méthode choisie pour analyser le contour doit permettre de mesurer des écarts de position suivant $z$ allant de quelques micromètres à une centaine de micromètres. La technique doit donc permettre un réglage simple de $\alpha$. Elle doit aussi permettre l'obtention d'une résolution optimale dans le plan. La caméra que nous utilisons[10] possède $1024 \times 1024$ pixels$^2$ répartis sur une surface d'environ $7 \times 7$ mm$^2$. Si l'on désire par exemple, mesurer la forme d'un objet dans un champ de $7\times7$ mm$^2$, le grandissement transversal $G_T$ est unitaire. On admet, en général, que la meilleure résolution expérimentale s'obtient pour un échantillonnage du double de la condition de Shannon[11], c'est à dire pour une interfrange projetée, $d = 27\,\mu$m. Pour construire cette interfrange avec un angle de projection de $85^o$, on doit réaliser une interfrange, $p = 2{,}4\,\mu$m.

Une telle interfrange n'est pas possible à réaliser en éclairage incohérent. En effet l'obtention des franges en éclairage incohérent nécessite de projeter un réseau de plusieurs dizaines de traits par millimètre. Il y a alors dispersion de la lumière et apparition d'un phénomène d'irisation[12]. Si l'on projette un réseau sinusoïdal à l'aide d'une matrice de cristaux liquides, l'interfrange du réseau limite à elle seule la résolution spatiale. Il faut de plus disposer d'une bonne optique de projection, dont la profondeur de champ constitue de toute façon une limite. Le choix de l'interférométrie s'impose donc logiquement pour générer les franges. À ce stade, il faut néanmoins faire une remarque.

Pour observer des franges d'interférence projetées avec une incidence quelconque sur un objet, la surface de celui-ci doit être optiquement rugueuse[13], sans quoi la lumière n'est réfléchie que dans la direction spéculaire[14]. Or, l'éclairage d'un objet optiquement rugueux par une lumière cohérente génère inévitablement du *speckle*[15]. Ce *speckle* constitue un bruit de hautes fréquences qu'il faut filtrer pour observer correctement les franges. Il limite donc la résolution

10. Caméra monochrome Kodak™ MÉGAPLUS à capteur matriciel CCD (*Coupled Charge Device*) de surface totale $1320\times1035$ pixels$^2$ de $6{,}8\times6{,}8\,\mu$m$^2$ de surface chacun. Nous en utilisons classiquement $1024\times1024$.

11. Le théorème d'échantillonnage de Shannon dit qu'on peut reconstruire un signal à bande passante limitée à partir du signal échantillonné avec un pas de $T_E$ si : $T_E < 1/(2\nu_M)$ où $\nu_M$ est la plus haute fréquence du signal initial.

12. Apparition des couleurs de l'arc-en-ciel par diffraction de la lumière.

13. C'est à dire que sa rugosité doit être supérieure à la demi-longueur d'onde laser.

14. Spéculaire : vient du latin *speculum* qui veut dire miroir.

15. Voir le paragraphe 3.1, partie II, page 132 pour de plus amples informations sur le phénomène de *speckle*.

spatiale de la méthode de projection de franges d'interférence. On peut donner une estimation rapide à cette limite.

La taille moyenne du grain de *speckle* dans le plan image est définie comme :

$$\boxed{\overline{S} = 1{,}22 \cdot \lambda \cdot (1 + G_T) \cdot F_{\#}} \tag{3.3}$$

avec $\overline{S}$ (m) : taille moyenne du grain de *speckle*,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde de la lumière,
$G_T$ : grandissement transversal du système optique,
$F_{\#}$ : Nombre d'Ouverture du système optique.

Les franges sinusoïdales ne sont plus résolues si leur période est inférieure à la taille moyenne du grain de *speckle*. Dans le cas défavorable d'un grandissement $G_T = 1{,}75$ et pour une ouverture à $f/11$, la taille du grain moyen est environ $19\,\mu$m. L'interfrange minimale est donc $40\,\mu$m soit $5$ pixels dans l'image.

En éclairage cohérent, la construction des franges est réalisée par l'interférence de deux faisceaux non colinéaires[16] (Fig. 3.2). L'interfrange, $p$, dans un plan normal à la direction, $z_p$,

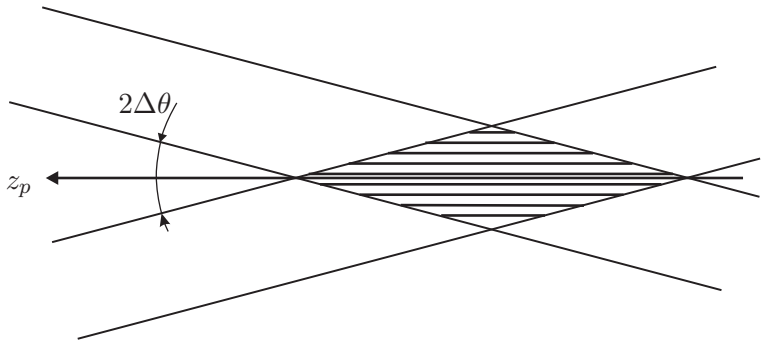



FIG. 3.2 – *Construction des franges en éclairage cohérent.*

du faisceau est définie par :

$$\boxed{p = \frac{\lambda}{2 \sin \Delta\theta}} \tag{3.4}$$

avec $p$ (m) : interfrange dans un plan normal à $z_p$,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde de la lumière,
$\Delta\theta$ (rad) : demi-angle entre les faisceaux interférents.

Le montage optique choisi pour réaliser les interférences est l'interféromètre de Michelson. Il permet :

– une bonne adaptation aux dimensions latérales qui nous intéressent ;
– une relative simplicité de mise en place et de réglage[17] ;

16. En pratique, on utilise un faisceau divisé en deux.
17. Point capital pour une utilisation prévue pour des mécaniciens.

– une étendue de mesure réglable en jouant sur les angles de projections[18] ;
– une relativement bonne stabilité dans le temps...

Nous représentons le montage optique, vu de dessus, sur la figure 3.3. L'interféromètre de

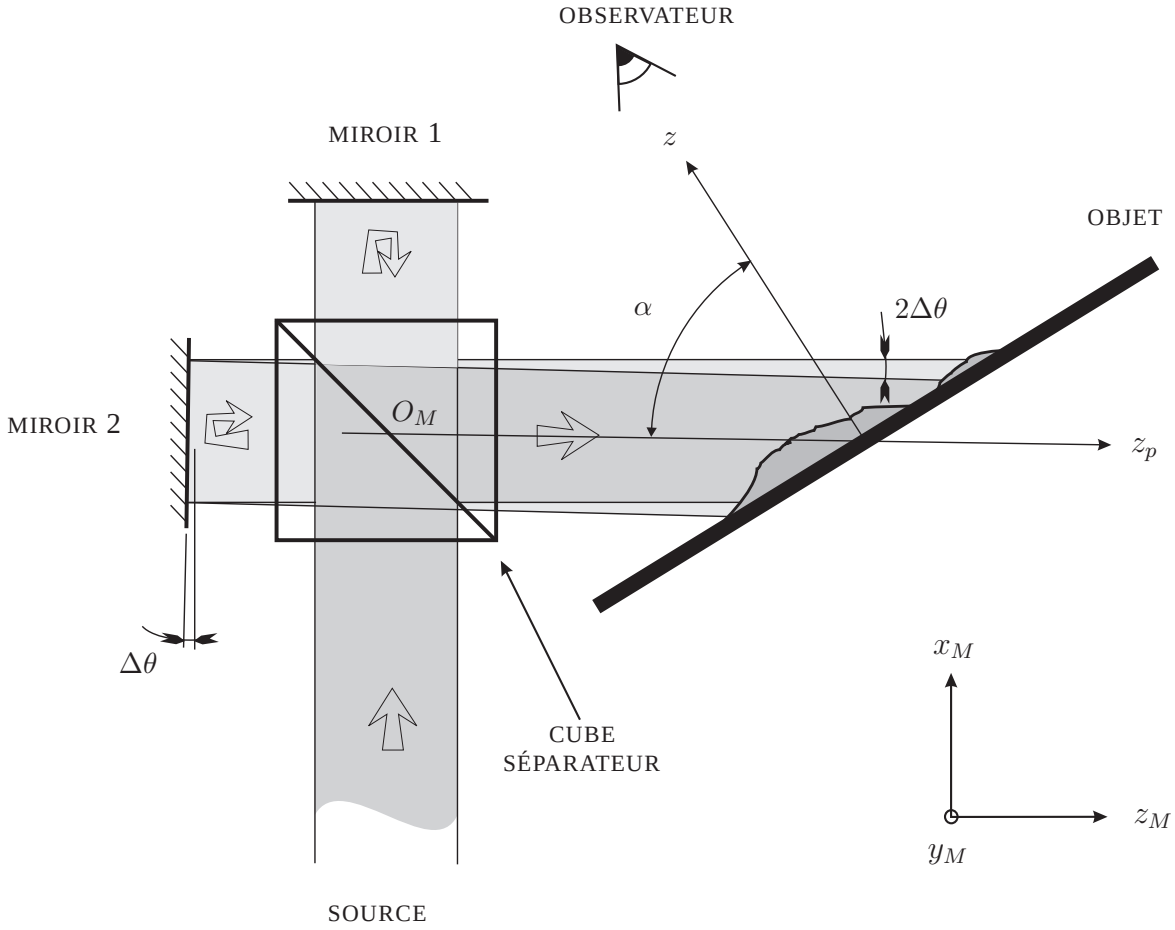



FIG. 3.3 – *Interféromètre de Michelson.*

Michelson est défini dans le repère $\mathcal{R}_M(O_M x_M y_M z_M)$ où $y_M$ est colinéaire à $y$. Il est composé d'un cube séparateur[19] et de deux miroirs. Un faisceau de lumière monochromatique cohérente est envoyé en direction du cube. Il est séparé par le plan diagonal du cube en deux faisceaux perpendiculaires dirigés vers les deux miroirs placés à $90^o$ l'un de l'autre. Les faisceaux sont réfléchis vers le cube et se retrouvent colinéaires à sa sortie. Lorsque l'un des miroirs subit une rotation de $\Delta\theta$, les deux faisceaux de sortie ne sont plus colinéaires et interfèrent, créant une modulation sinusoïdale de l'intensité.

18. Aux dépens de la résolution.
19. Ou d'une lame séparatrice.

L'angle de projection défini par rapport à la direction d'observation s'écrit :

$$\alpha + \Delta\theta \simeq \alpha. \tag{3.5}$$

On peut finalement en déduire l'expression du coefficient de contour :

$$\boxed{C = \frac{\lambda}{2 \sin\alpha \sin\Delta\theta}}. \tag{3.6}$$

À cette étape, la mesure du contour est discrète. La résolution de la technique de *contouring* dépend du nombre de franges projetées sur une surface donnée. On peut cependant réaliser une mesure continue du contour.

La distribution en intensité[20] des franges s'exprime par la relation :

$$i(x,y) = i_0(x,y)[1 + \gamma(x,y)cos\phi(x,y)] \tag{3.7}$$

avec $i(x,y)$ ($\mathrm{W \cdot m^{-2}}$) : intensité des franges,
$i_0(x,y)$ ($\mathrm{W \cdot m^{-2}}$) : intensité moyenne,
$\gamma(x,y)$ : visibilité des franges,
$\phi(x,y)$ (rad) : phase traduisant la modulation spatiale de la lumière projetée.

Si l'échantillon est une membrane plane – cas des films de polyimide – son gonflement va entraîner la déformation des franges. L'analyse de la modification de la phase $\phi(x,y)$ va permettre de quantifier le déplacement hors-plan de l'échantillon par rapport à la position de référence. Si l'échantillon est initialement déformé – cas des bicouches $SiO_2/Si$ – l'analyse de la phase permet de déterminer la forme de l'échantillon par rapport à un plan de référence[21]. Dans les deux cas, on peut réaliser une analyse de la phase pour calculer le contour en chaque point de l'image.

La position hors-plan de l'échantillon est directement reliée à la phase par la relation suivante :

$$\boxed{\begin{aligned} z(x,y) &= \frac{C \cdot \phi(x,y)}{2\pi} \\ &= \frac{\lambda \cdot \phi(x,y)}{4\pi \sin\Delta\theta \sin\alpha} \end{aligned}} \tag{3.8}$$

avec $z(x,y)$ (m) : position hors-plan de l'échantillon,
$C$ (m) : coefficient de contour,
$\phi(x,y)$ (rad) : phase de la lumière projetée,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde de la lumière,
$\Delta\theta$ (rad) : demi-angle entre les faisceaux interférents,
$\alpha$ (rad) : angle de projection des franges.

20. Le terme « intensité » est ici un abus de langage adopté par les opticiens, il s'agit en réalité d'un éclairement.
21. On utilise expérimentalement un plan de l'échantillon – le cadre entourant une membrane par exemple – calculé par moindres carrés à partir de quelques points définis à la souris par l'opérateur.

Différentes méthodes existent pour calculer la phase :

– calcul par Transformée de Fourier [50][51][52] ;

– calcul par transformée en ondelettes ;

– calcul par décalage de phase [53]...

Quelque soit la méthode utilisée, elle permet de déterminer les trois inconnues de la relation 3.7 : $i_0(x,y)$, $\gamma(x,y)$ et $\phi(x,y)$. Nous utilisons pour notre part un algorithme de décalage de phase à $5$ images [54]. L'expérience acquise lors de la mise au point du banc d'essai de gonflement a en effet montré que cet algorithme est tout a fait adapté à nos conditions expérimentales [1] [2].

## 3.2 Calcul de la phase

Le décalage de phase est effectué à l'aide d'un translateur piézoélectrique sur lequel est fixé l'un des miroirs de l'interféromètre de Michelson. La translation du miroir d'une valeur correctement étalonnée permet d'introduire un déphasage connu, $\beta$, des franges projetées. L'algorithme à cinq images nécessite cinq acquisitions successives[22] de franges déphasées de $\pi/2$. La dernière image enregistrée est donc identique à la première, au bruit et aux défauts d'étalonnage du translateur piézoélectrique près.

Dans ces conditions, la distribution en intensité de chaque image de l'échantillon s'écrit :

$$i_k(x,y) = i_0(x,y)[1 + \gamma(x,y)\cos(\phi(x,y) + \pi(k-1)/2)] \tag{3.9}$$

avec $k$ variant de $1$ à $5$.

La phase peut alors être extraite de la relation suivante :

$$\boxed{\tan\phi(x,y) = \frac{2(i_4(x,y) - i_2(x,y))}{2i_3(x,y) - i_1(x,y) - i_5(x,y)}}. \tag{3.10}$$

La différence entre la phase de l'état témoin[23] et la phase de l'état de référence[24] permet de calculer le déplacement hors-plan de la surface de l'échantillon en tout point de l'image.

Bien que la mesure de la forme d'une membrane par décalage de phase soit une méthode fiable, elle nécessite une étape qui peut générer des erreurs : « le déroulement de la phase »[25]. La phase calculée est obtenue modulo $2\pi$. Elle doit être déroulée de façon à en assurer la continuité c'est à dire de façon à assurer la continuité du relief.

La technique habituelle consiste à choisir un point origine dans l'image[26] puis à scruter successivement tous les points de l'image. On considère qu'il y a présence d'une discontinuité dans

22. Pour chaque état de l'échantillon.

23. Nous appelons « état témoin » : soit l'état gonflé dans le cas des mesures par gonflement de membranes ; soit la configuration déformée dans le cas de l'analyse de forme.

24. Nous appelons « état de référence » : soit la membrane non gonflée dans le cas des mesures par gonflement de membranes ; soit le plan calculé par moindres carrés dans le cas de l'analyse de forme.

25. On dit aussi dépliement de la phase ou *unwrapping* en anglais.

26. En général le point en haut à gauche.

la phase entre deux points successifs lorsque la différence de leur phase est supérieure à $\pi$ en valeur absolue. On peut ainsi construire progressivement la phase continue en ajoutant ou en retranchant k$2\pi$ à la phase de chaque point selon sa position dans l'image. Nous montrons la procédure sur la figure 3.4 qui représente une image de phase de $512 \times 512$ pixels$^2$. Le déroulement de la phase est effectué suivant la ligne supérieure puis suivant chaque colonne. On appelle

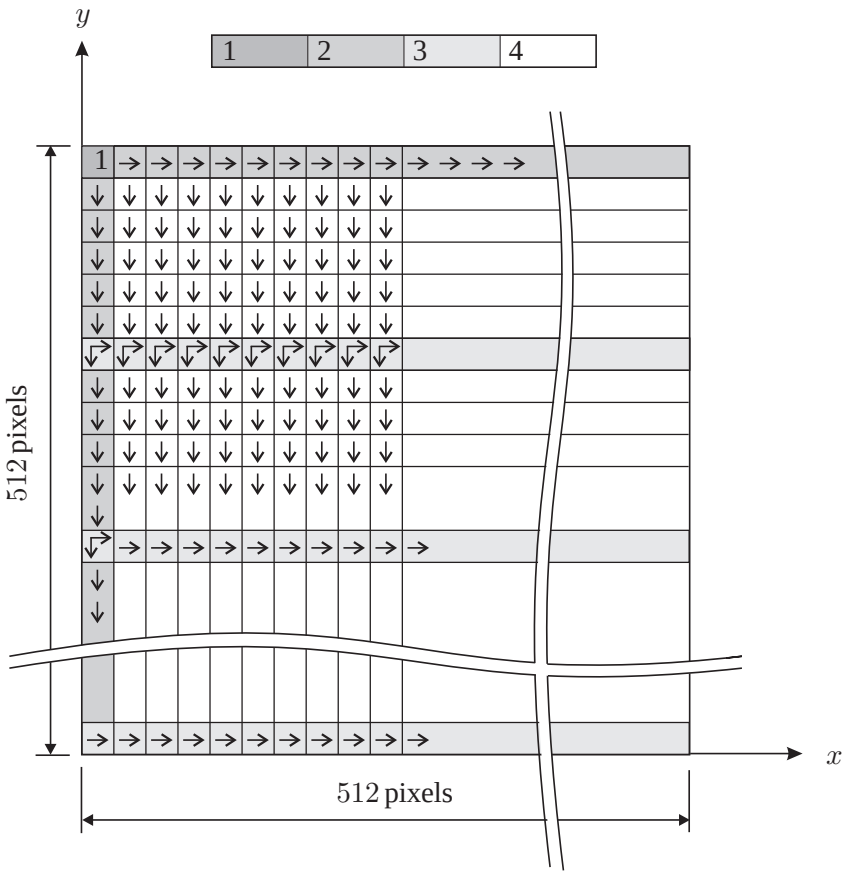



FIG. 3.4 – *Déroulement de la phase, algorithme* ligne/colonne.

cette procédure de déroulement extrêmement rapide l'algorithme *ligne/colonne*. Nous y avons ajouté le déroulement préalable de trois lignes dans l'image[27]. Au cours du déroulement complet, ces lignes constituent des éléments comparatifs qui permettent de détecter une erreur durant le déroulement successif des colonnes. En cas de différent, la phase continue de la colonne en cause est recalculée en la comparant à sa colonne de gauche dans la zone considérée.

En effet, l'algorithme créé parfois un saut de phase incorrect durant le déroulement. Cela arrive lorsque la variation de l'éclairement lumineux est localement insuffisante durant le décalage de phase[28]. Les poussières présentes sur la surface génèrent ce type d'erreur, notamment

27. Une ligne au tiers de l'image, une ligne aux deux tiers de l'image et la ligne inférieure de l'image.

28. Durant la décalage de phase de $0$ rad à $2\pi$ rad, chaque pixel est éclairé successivement par une frange claire

par la présence d'ombres. Ces problèmes apparaissent lorsque l'angle de projection, $\alpha$, tend vers $90^o$. La forme de l'échantillon peut également générer une ombre du coté opposé à la lumière. Nous avons rencontré ce cas pour de grandes déflexions dans les films de polyimide. La parade consiste alors à n'enregistrer qu'une partie de la membrane ou à sélectionner numériquement la zone intéressante. Cela ne nous gêne en rien puisque la valeur que l'on mesure dans cet essai est la flèche au centre (Chap. 7).

Des erreurs de déroulement apparaissent aussi lorsque l'échantillon observé présente de fortes variations de courbures ou lorsque la phase est réellement discontinue[29]. Nous n'avons jamais rencontré ce cas dans les échantillons testés. En effet, les variations de pente sont progressives aussi bien en surface des membranes qu'en surface des *wafers*.

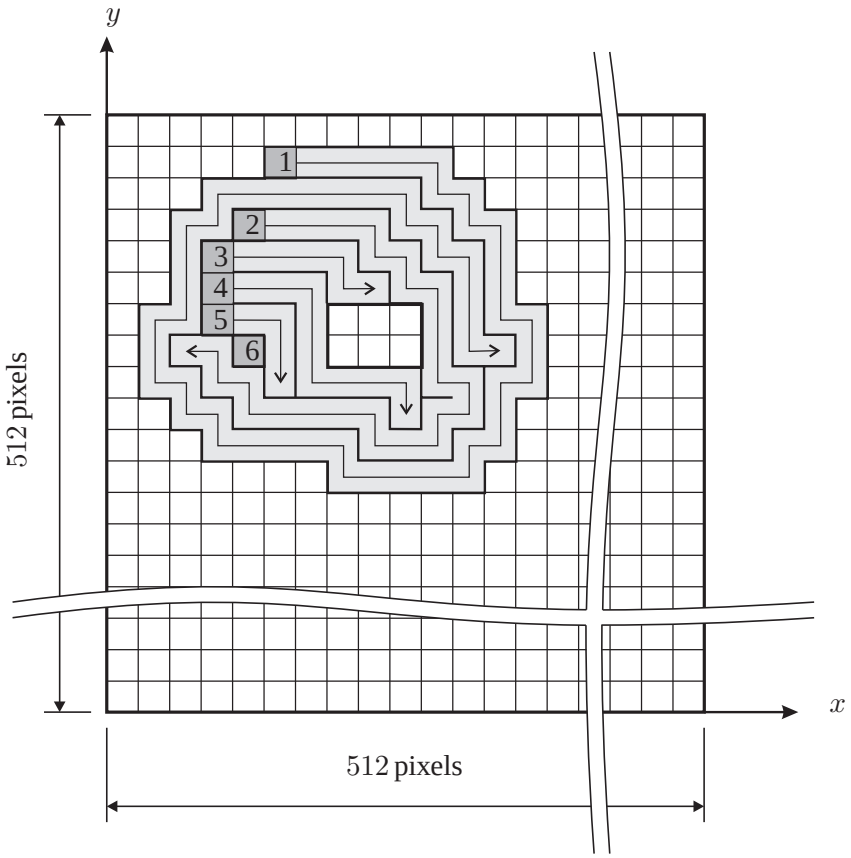



FIG. 3.5 – *Déroulement de la phase, algorithme de Stetson.*

En outre, dans le cas des *wafers*, qui sont circulaires, nous avons dû implémenter un algorithme[30] basé sur l'algorithme de Stetson [55]. Cet algorithme s'applique à des images de forme

et une frange sombre. Cette variation doit couvrir toute la dynamique du capteur CCD.

29. Le cas d'une marche provoquant un décalage supérieur à une demi-frange est par exemple impossible à traiter en projection de franges.

30. Merci à Bertrand Trolard, L.O.P.M.D, pour son aide.

quelconque, mais aussi à des images présentant des points ambigus. On définit un seuil minimal de variation de l'éclairement lumineux. Tous les points ne vérifiant pas ce critère sont considérés comme invalides et sont exclus du calcul de phase. C'est le cas du rectangle central dans l'exemple de la figure 3.5. L'origine du calcul est prédéfinie[31]. L'algorithme déroule la phase de proche en proche de façon à progresser en spirale vers le centre de l'image. Lorsqu'il atteint un point d'arrêt, un nouveau point dont la phase n'a pas encore été déroulée est recherché puis l'algorithme reprend sa marche. Dans l'exemple fourni, ce sont les points numérotés. Cette boucle est répétée jusqu'au déroulement intégral de la phase. Nous avons associé cet algorithme avec une fonction de la carte de digitalisation[32] : la gestion des *blobs*[33]. L'image de phase initiale est séquencée en plusieurs *blobs*. Chaque *blob* représente un élément isolé de l'image qui vérifie le critère de validité. Cette démarche permet à l'opérateur de sélectionner la zone qui correspond au *wafer*. Le déroulement de la phase est alors effectué uniquement dans cet élément. Précisons que le seuil de validité peut être ajusté par l'utilisateur de façon à s'adapter au contraste des franges.

L'algorithme de Stetson est plus lent mais, d'une manière générale, nous l'utilisons lorsque les images sont trop bruitées et font échouer de manière quasi-systématique l'algorithme *ligne/colonne*.

## 3.3 Procédure expérimentale

L'organigramme de la figure 3.6 présenté à la page suivante symbolise la procédure expérimentale complète.

La première étape intervenant dans l'analyse de forme[34] par projection de franges est de loin la plus importante. Elle consiste à étalonner les différents éléments et paramètres du système de mesure, à savoir :

- l'angle d'orientation du miroir, $\Delta\theta$ ;
- l'angle de projection des franges, $\alpha$ ;
- le déplacement du translateur piézoélectrique ;
- le capteur CCD ;
- le capteur de pression (dans le cas du gonflement de membrane).

31. C'est le point le plus à gauche de la ligne la plus haute.

32. Le signal analogique est enregistré par la caméra puis soit numérisé soit transmis tel quel à une carte électronique de digitalisation que l'on appelle vulgairement « carte image ». La carte utilisée ici est une carte Matrox™ 1280 équipée d'un processeur spécifique.

33. *Blob* : mot anglais qui veut dire tâche ou zone.

34. Associée ou non à l'essai de gonflement de membrane.

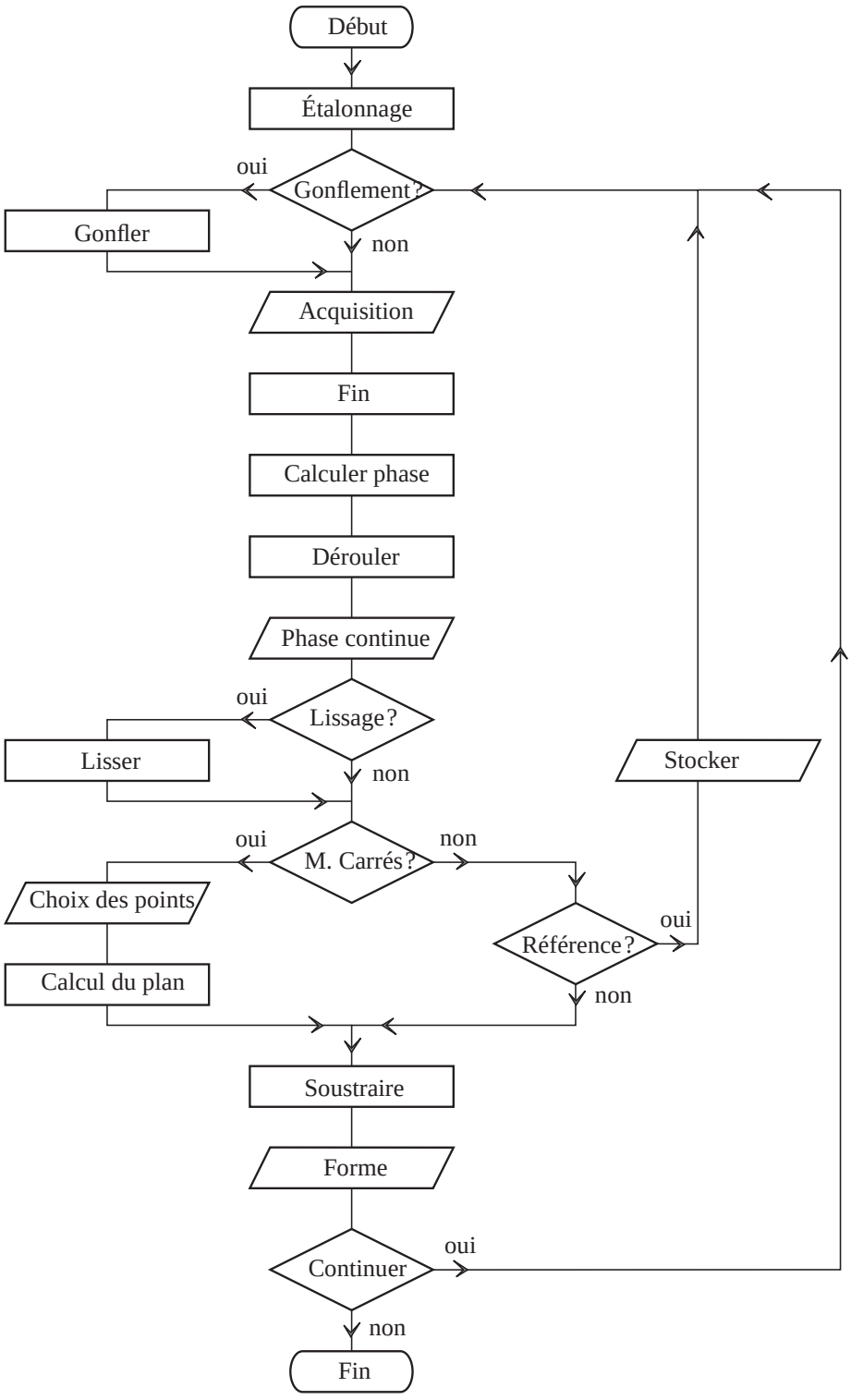



FIG. 3.6 – *Procédure de calcul de la déformée hors-plan d'un échantillon par projection de franges.*

L'étalonnage des angles est effectué à chaque campagne d'essais. Plusieurs méthodes sont applicables. On peut utiliser un goniomètre, faire une mesure de déviation de faisceau, ou utiliser une méthode d'imagerie[35]. Pour notre part, les échantillons de type membrane sont positionnés verticalement. Une table de rotation permet alors de régler l'angle $\alpha$[36]. Les échantillons de type *wafer* sont, par contre, positionnés horizontalement mais non fixés. Ils ne doivent pas être déplacés. L'angle $\alpha$ est alors obtenu par inclinaison de l'interféromètre. Il est mesuré par déviation de faisceau[37]. L'angle $\Delta\theta$ est dans les deux cas mesuré par déviation de faisceau[38].

L'étalonnage des angles par déviation de faisceau consiste à focaliser les faisceaux sur un plan situé à grande distance du cube séparateur – nous introduisons pour ce faire une lentille en amont de l'interféromètre de Michelson pour créer un système afocal – puis à mesurer leur écartement.

Le translateur piézoélectrique est pré-étalonné. Il est alimenté en tension en boucle ouverte et ne fait pas l'objet d'un asservissement particulier. Nous effectuons régulièrement une vérification de l'étalonnage mais l'algorithme de décalage de phase à cinq images permet théoriquement de s'en affranchir [54][2]. L'étalonnage suppose que le déplacement soit linéaire avec la tension et que le phénomène d'hystérésis soit négligeable. Il consiste simplement en un décalage supposé de $2\pi$ sur la phase des franges. Dans ce cas, les deux images de franges obtenues doivent se superposer. Si tel n'est pas le cas, un potentiomètre sur le boîtier d'alimentation du translateur permet de régler finement le gain en tension et d'ajuster ainsi la superposition des franges.

Le capteur CCD possède des dimensions physiques connues. La taille du pixel intervient dans le calcul du grandissement transversal mais pas dans la mesure du déplacement hors-plan. Une bonne connaissance des dimensions des échantillons peut être suffisante. Nous mesurons le grandissement transversal à l'aide d'une mire circulaire de rayon connu. Le principal intérêt de cet étalonnage est de pouvoir placer l'axe de la caméra suivant la normale à l'échantillon, $z$, par mesure et comparaison des grandissements horizontal et vertical[39].

Le capteur de pression, à l'instar du translateur piézoélectrique, est pré-étalonné[40]. Le certificat d'étalonnage permet de connaître précisément ses caractéristiques et de programmer l'afficheur de pression selon le capteur utilisé. Nous n'avons pas informatisé à l'heure actuelle la lecture de la pression. Elle doit donc être effectuée visuellement.

La suite du déroulement des opérations nécessite le calcul d'un état de référence et d'un état témoin. S'il s'agit d'un essai de gonflement de membrane, l'état de référence, en général plan, est calculé au cours d'un premier passage[41]. L'état témoin, en général bombé, est calculé au cours d'un énième passage. Dans le cas d'une simple analyse de forme, un seul passage suffit, le plan de référence étant alors calculé par moindres carrés à partir d'au moins trois points définis

35. Par calcul de la fréquence moyenne des franges par FFT ligne à ligne.

36. Avec une incertitude d'une minute d'arc.

37. Avec une incertitude de 12 secondes d'arc.

38. Avec une incertitude de 12 secondes d'arc.

39. Les aberrations et distorsions du système optique sont négligées ici.

40. Il s'agit d'un capteur Sagem, à pont de Wheatstone, compensé en température. Nous disposons de trois gammes de mesure : $0-1$ bar, $0-5$ bar et $0-10$ bar.

41. On peut dans la pratique saisir une référence dans un état déjà déformé. La forme calculée correspondra alors à la différence des déformées.

par l'opérateur.

La séquence de calcul de la phase, $\phi(x,y)$, comprend[42] :

– les cinq acquisitions successives ;

– un filtrage passe bas par fenêtre coulissante[43] ;

– le calcul de la phase discontinue ;

– le déroulement de la phase.

Nous donnons le résultat en images de ces quatre opérations sur la figure 3.7.

Excepté lorsque l'on choisit le déroulement de la phase par l'algorithme de Stetson, les deux dernières opérations sont effectuées avec des « LUT »[44] précalculées. C'est un procédé qui permettait un gain de temps très appréciable à l'époque où le banc d'essai a été développé[45]. Le calcul de la phase continue se fait par exemple en dix millisecondes pour une image de $512\times512$ pixels$^2$ alors qu'il nécessite plus d'une dizaine de secondes par un algorithme calculant point par point.

L'utilisateur peut ensuite, s'il le désire, lancer un filtrage passe bas Gaussien par FFT[46] du plan de phase obtenu. Deux largeurs de bande sont préprogrammées. Ce filtrage permet de lisser les valeurs expérimentales des déformées calculées, donc de mieux visualiser la forme des échantillons. On en verra cependant les limites dans le prochain paragraphe. Le filtrage FFT Gaussien, s'il est utilisé, doit l'être aussi bien pour l'état référence que pour l'état témoin.

Finalement, la soustraction entre l'image de phase témoin et l'image de phase référence permet de déterminer la différence de forme de l'échantillon entre ces deux états. L'étalonnage initial des angles permet d'obtenir le résultat en vraie grandeur. L'opérateur peut alors stocker les résultats et lancer une nouvelle mesure de phase. Les résultats stockés sont :

– une coupe suivant $x$ et une coupe suivant $y$ passant par la flèche, $h$ ;

– une matrice $51\times51$ du relief, $z(x,y)$ ;

– la relation *pression/flèche*, $p = f(h)$ (dans le cas du gonflement).

Lors d'un essai de gonflement, toute cette démarche est réalisée plusieurs fois. Lors d'une analyse de forme, un seul passage suffit généralement.

42. Voir le paragraphe précédent.

43. Pour diminuer l'aspect *speckelé* des franges, inhérent à la lumière laser monochromatique. Nous utilisons un filtrage Médian par fenêtre $3\times3$ coulissante.

44. LUT : abréviation de *Look Up Table*. Les LUT sont des tables de valeurs utilisées en informatique qui pour chaque valeur d'entrée affecte une valeur de sortie définie par le programmeur.

45. Le banc d'essai a été développé en 1994. L'augmentation exponentielle des performances des matériels informatiques rend pratiquement caduque ce moyen de calcul.

46. Effectué aussi très rapidement par des LUT.

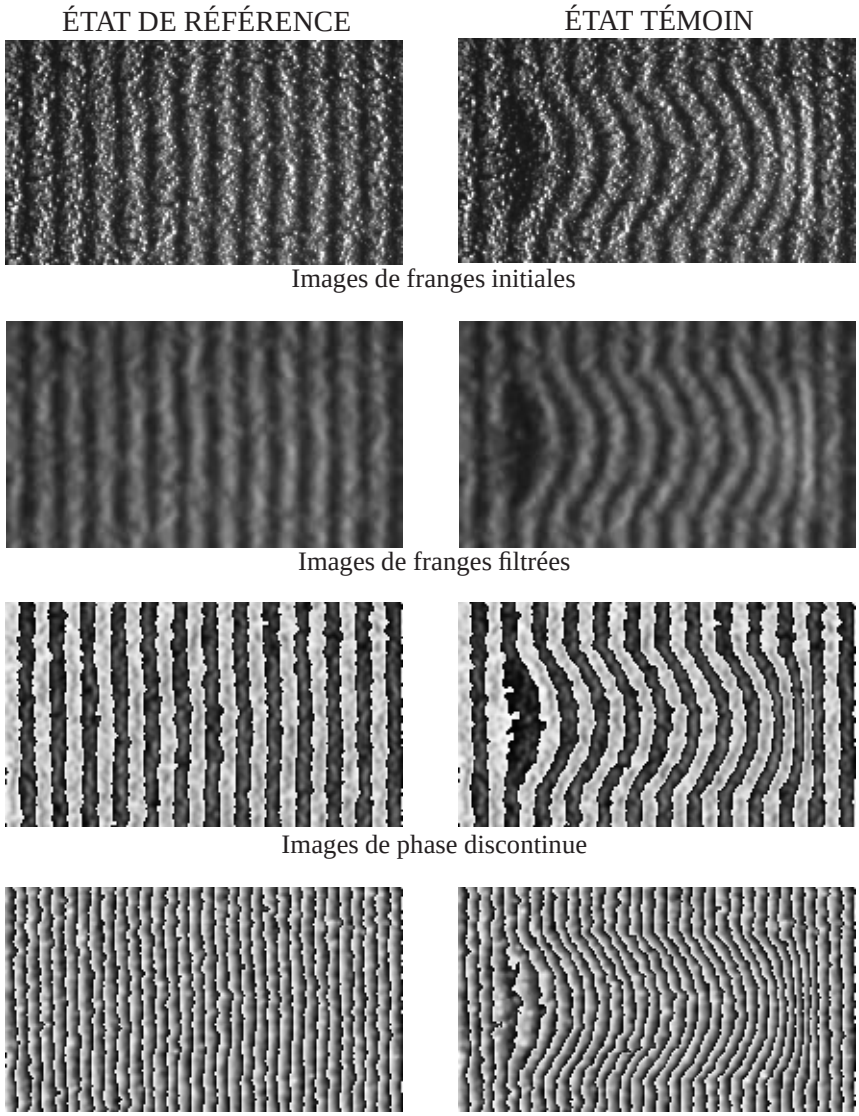
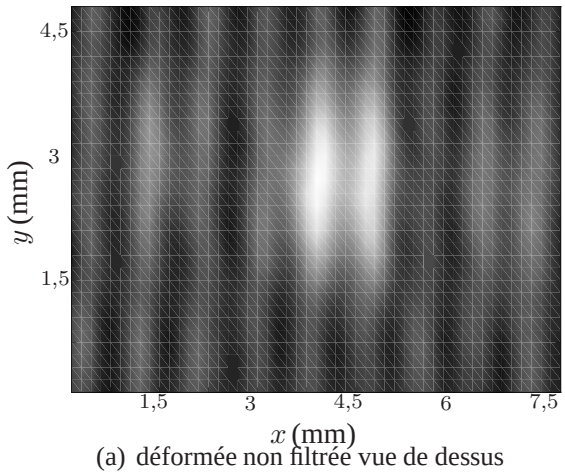



FIG. 3.7 – *Procédure d'analyse de contour par projection de franges.*

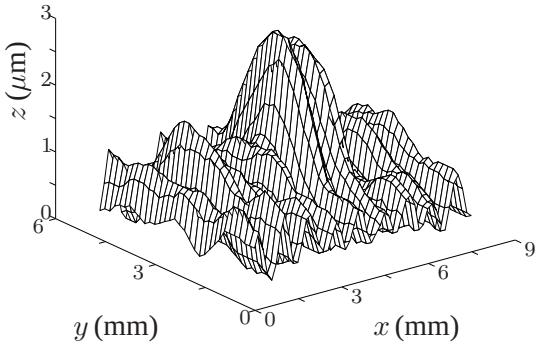
## 3.4 Limites de l'utilisation du filtrage préprogrammé

Nous avons évoqué les restrictions dans l'utilisation du filtrage préprogrammé. L'utilité de ce filtrage réside dans l'élimination d'ondulations parasites présentes dans les formes calculées. Ces ondulations peuvent être issues de franges parasites observables dès l'acquisition des cinq images initiales. Elles sont aussi probablement significatives d'un phénomène non reproductible[47] d'hystérésis ou de non-linéarité du translateur piézoélectrique.

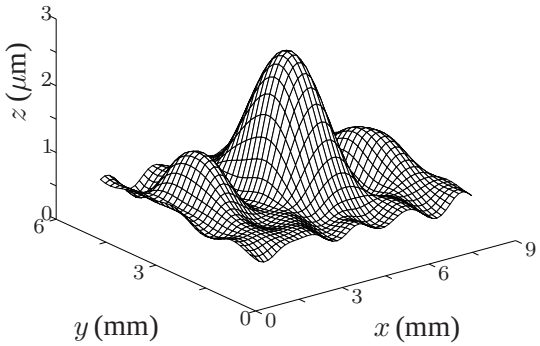
Lorsque les déformées des échantillons sont supérieures à trois micromètres, ces ondulations ne sont pas gênantes et peuvent être filtrées à l'aide du filtrage préprogrammé. En deçà de cette valeur, il devient difficile d'exploiter les résultats de façon systématique. Nous présentons, à titre d'exemples, deux cas expérimentaux où le filtrage préprogrammé est à rejeter.




(a) déformée non filtrée vue de dessus




(b) topographie 3D non filtrée




(c) topographie 3D après filtrage adapté

FIG. 3.8 – *Petite déflexion de* 3 *membranes.*

Le premier exemple est issu d'essais de gonflement réalisés dans des conditions extrêmes[48]

47. Des tests de filtrage systématique des franges parasites ont abouti en effet à un échec.

48. Pour une application qui sort du cadre de cette thèse mais effectuée sur le banc d'essai de gonflement. Merci

($\alpha = 87{,}5^o, \Delta\theta = 0{,}429^o, C = 34{,}4\,\mu$m) [56]. La figure 3.8(a) montre la déformée calculée sans utiliser de filtre. La figure 3.8(b) en donne une représentation tridimensionnelle. L'échantillon a une dimension totale de $3{,}3{\times}8{,}8$ mm$^2$. Il comporte trois membranes alignées d'épaisseur $23\,\mu$m : une membrane centrale de surface $2{,}64 \times 1{,}32$ mm$^2$ et deux membranes latérales de surface $1{,}93 \times 0{,}96$ mm$^2$. La mesure de la flèche[49] aboutit à une valeur de $3{,}07\,\mu$m pour la membrane centrale et de $1{,}76\,\mu$m pour les membranes latérales. Les ondulations parasites sont très visibles sur les figures 3.8(a) et 3.8(b). Un filtrage FFT *ad hoc* sélectif permet de filtrer efficacement ces ondulations. Les franges parasites sont en effet sinusoïdales et rectilignes[50]. La figure 3.8(c) représente les membranes après ce filtrage adapté. On peut alors estimer les flèches à environ $2{,}1\,\mu$m pour la membrane centrale et à environ $0{,}6\,\mu$m pour les membranes latérales. Le filtrage FFT proposé dans l'algorithme de mesure par projection de franges est beaucoup moins sélectif qu'un filtrage *ad hoc* et n'aurait pas permis de mesurer ces flèches de façon objective.

L'autre exemple d'utilisation dangereuse d'un lissage systématique est apporté par la présence d'artefacts de mesure. Les essais de gonflement de films de polyimide présentés au chapitre 7 engendrent ce type d'artefact dû aux ombres lorsque les films atteignent des flèches importantes. Les points faux ont des valeurs arbitraires dans l'image de phase continue et un filtrage lisse ces zones générant ainsi des reliefs non conformes à celui des membranes. Il faut, pour traiter ce type de résultat, soit négliger l'influence des ondulations parasites[51], soit effectuer les filtrages localement au cas par cas.

## 3.5 Performances et limites de la mesure de la déformée

D'un point de vue expérimental, la résolution et la précision de l'analyse de forme par projection de franges dépendent de l'angle d'orientation du miroir, $\Delta\theta$, et de l'angle de projection des franges, $\alpha$. Les phénomènes d'ombre vont être le critère principal pour choisir $\alpha$. L'analyse de forme d'un échantillon nécessite donc d'avoir une idée *a priori* de l'amplitude et de la forme des déflexions puis d'adapter éventuellement les angles pas à pas.

La gamme de mesure s'étend de $\sim 3\,\mu$m à $200\,\mu$m pour une mesure de la forme complète et peut atteindre $400\,\mu$m lorsque l'on ne mesure que la flèche de l'échantillon[52].

La résolution latérale est nettement supérieure à ce que l'on peut atteindre classiquement en mécanique. Les grandissements utilisés durant les essais permettent de résoudre une zone dans l'objet d'environ $6{,}8{\times}6{,}8\,\mu$m$^2$ dans le cas des membranes bicouches et des films de polyimide ; et d'environ $50 \times 50\,\mu$m$^2$ dans le cas des *wafers* bicouches. Sur le million de points calculés, les faibles rayons de courbure que nous observons expérimentalement nous autorisent à n'en retenir que $51 \times 51$. Ceci est amplement suffisant, pour la mesure d'une carte de déplacements

à Henri Porte, L.O.P.M.D, de me permettre de reproduire ces résultats.

49. $h = z_{maxi}(x,y) - z_{mini}(x,y)$.

50. Les ondulations parasites étaient particulièrement bien dessinées pour cette application.

51. Ceci est tout à fait permis lorsque les flèches observées sont – comme dans le cas des films de polyimide – supérieures à $100\,\mu$m alors que les ondulations parasites n'atteignent pas $1\,\mu$m.

52. La zone d'ombre doit être alors éliminée du champ de vision ou simplement écartée numériquement.

hors-plan, dans le cadre des applications qui nous intéressent ici. Un étalonnage du capteur CCD par visualisation d'un disque de diamètre connu est donc suffisant pour l'analyse de la déformée par projection de franges[53].

La précision que l'on peut attendre sur $z(x,y)$ fait intervenir l'incertitude sur chaque paramètre de la relation 3.8, à savoir :

$$\frac{\Delta z(x,y)}{z(x,y)} = \frac{\Delta\phi(x,y)}{\phi(x,y)} + \frac{\Delta(\Delta\theta)}{\tan\Delta\theta} + \frac{\Delta\alpha}{\tan(\alpha)} + \frac{\Delta\lambda}{\lambda}\,. \tag{3.11}$$

Soit, en développant $\alpha$ au deuxième ordre et en considérant l'incertitude sur la longueur d'onde négligeable[54] :

$$\frac{\Delta z(x,y)}{z(x,y)} = \frac{\Delta\phi(x,y)}{\phi(x,y)} + \frac{\Delta(\Delta\theta)}{\Delta\theta} + \frac{\epsilon\Delta\epsilon}{1-\epsilon^2/2} \tag{3.12}$$

où $\epsilon$ est l'angle complémentaire de $\alpha$.

L'incertitude sur la phase calculée par l'algorithme de décalage à cinq images est donnée par Brophy [57] :

$$\frac{\Delta\phi}{\phi} = 1/(\sqrt{3}\gamma Q) \tag{3.13}$$

où $\gamma$ est la visibilité des franges et $Q$ la dynamique de la caméra CCD.

La visibilité des franges peut atteindre 1 et nous estimons la dynamique moyenne à $200$ niveaux de gris. Ces valeurs aboutissent à $\Delta\phi/\phi = \pm 2{,}2\cdot 10^{-3}$.

La relation 3.12 montre, via $\epsilon$, que l'incertitude sur $\alpha$ est négligeable devant l'incertitude sur $\Delta\theta$. C'est finalement principalement de l'angle d'orientation du miroir que dépend la précision de $z(x,y)$, soit $\Delta(\Delta\theta)/\Delta\theta \simeq 1{,}7\%$[55].

Le relief est donc connu à :

$$\boxed{\frac{\Delta z}{z} = \pm 2\,\%}\,.$$

C'est l'incertitude que l'on accorde en général à la mesure de contour par projection de franges en lumière cohérente [49].

## 3.6 Bilan du chapitre 3

La mesure de la déformée par une méthode de projection de franges d'interférence initialement développée pour l'essai de gonflement offre des performances adaptées aux applications envisagées. L'étalonnage des angles intervenant dans le calcul du coefficient de contour est une étape importante qu'il faut réaliser avec soin. La précision de $\pm 2\%$ que l'on peut accorder aux valeurs mesurées en dépend.

53. Le problème sera tout autre pour la mesure de déplacement dans le plan appliquée à l'essai de traction. C'est en effet la résolution latérale qui fera l'objet de la plus grande attention.

54. Elle est inférieure à 1Å soit $\Delta\lambda/\lambda = 2\cdot 10^{-4}$ pour une longueur d'onde de $514$ nm.

55. Pour $\Delta\theta = 0{,}2^o$ et $\Delta(\Delta\theta) = 12''$, ce qui correspond aux valeurs expérimentales de l'analyse des *wafers* bicouches.

Le choix des options disponibles dans l'algorithme de calcul de la déformée est aussi soumis à réflexion. Enfin, l'analyse des résultats ne doit pas être réalisée de façon systématique. Elle dépend de l'amplitude des déplacements hors-plan en jeu. Nous reviendrons spécifiquement sur ces points dans chaque application, après avoir traité l'influence de l'anisotropie des matériaux CFC sur les coefficients d'élasticité.

# Chapitre 4

# L'anisotropie des matériaux CFC

Concernant les contraintes résiduelles dans les bicouches, et compte tenu des relations que nous allons utiliser, il semble nécessaire de consacrer un chapitre à l'anisotropie du substrat. Celle-ci est régulièrement négligée alors que l'emploi d'un substrat anisotrope est courant. L'anisotropie des substrats a pourtant été pleinement étudiée [58][59][60][61].

Les substrats fréquemment utilisés trouvent en effet leur origine dans l'électronique de masse. Les matériaux originels sont des semi-conducteurs, tels que le germanium et le silicium [35]. Ils sont souvent monocristallins et respectent donc, d'un point de vue microscopique et macroscopique, des règles de symétrie.

Concernant spécifiquement le bicouche $SiO_2/Si$, les coefficients de rigidité du silicium monocristallin sont bien connus et permettent d'exprimer sans ambiguité[1] les coefficients d'élasticité des *wafers* selon les directions cristallographiques observées.

La structure cristallographique du silicium monocristallin est du type Cubique à Faces Centrées, CFC (Fig. 4.1). C'est le cas du germanium ; c'est aussi le cas de l'arséniure de gallium, $AsGa$, l'un des concurrents actuel du silicium en électronique de masse. Les films de polyimide, objet du chapitre 7, sont notamment obtenus par dépôt sur substrat en $AsGa$.

## 4.1 Expression des coefficients d'élasticité

Les *wafers* de silicium utilisés en usinage chimique sont extraits de barreaux, obtenus par croissance, principalement selon deux configurations[2] :

– les barreaux d'orientation $<100>$[3] ;

– et les barreaux d'orientation $<111>$.

1. À l'hypothèse près que le dopage du silicium ne modifie pas de façon significative ces coefficients. Cette hypothèse étant probablement valable compte tenu des très faibles taux de concentration de dopant (§2.2.2).

2. Simplement pour répondre à la demande des électroniciens.

3. En cristallographie les symboles [ ] désignent une direction cristallographique ; les symboles $< >$ désignent un type de directions cristallographiques ; les symboles ( ) désignent un plan cristallographique et les symboles { } désignent une famille de plans cristallographiques.

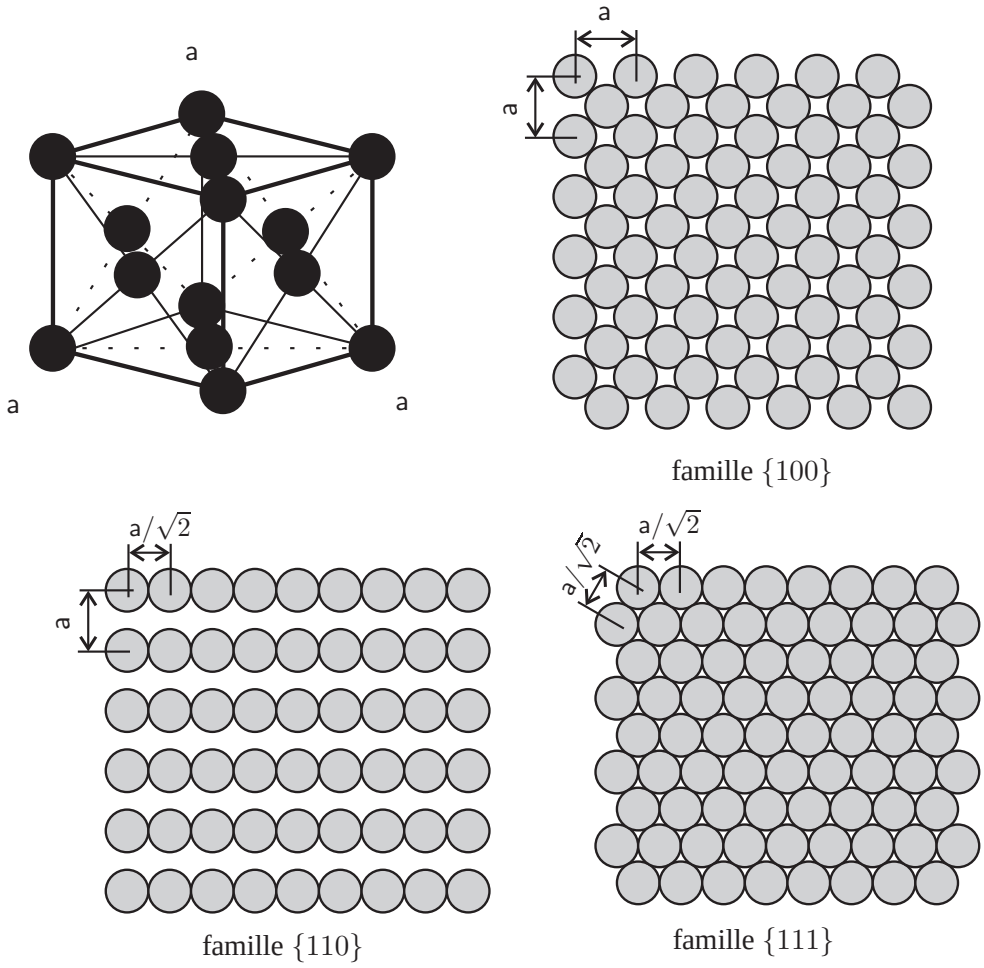



FIG. 4.1 – *Structure cristalline des matériaux CFC.*

Les *wafers* usinées dans ces barreaux sont respectivement orientés $< 100 >$ et $< 111 >$ par tronçonnage normal, ou plus rarement $< 110 >$ par tronçonnage avec un angle adéquat. Ils sont ensuite éventuellement polis. L'usinage anisotrope des *wafers* $< 111 >$ est délicat. Pour des applications en microstructure, on utilise donc des *wafers* $< 100 >$ ou $< 110 >$. Les directions principales des *wafers* sont repérables grâce à un méplat :

1. *wafers* $< 100 >$ :
   - le *wafer* est situé dans le plan $(001)$,
   - la normale au plan du *wafer* est orientée $[001]$,
   - le méplat est orienté $[110]$ ;
2. *wafers* $< 110 >$ :
   - le *wafer* est situé dans le plan $(110)$,
   - la normale au plan du *wafer* est orientée $[110]$,

– le méplat est orienté $[1\bar{1}0]$.

Les figures 4.2 et 4.3 permettent de situer la position des *wafers* selon les directions principales[4]. La figure 4.1 offre une représentation symbolique de la densité atomique des trois

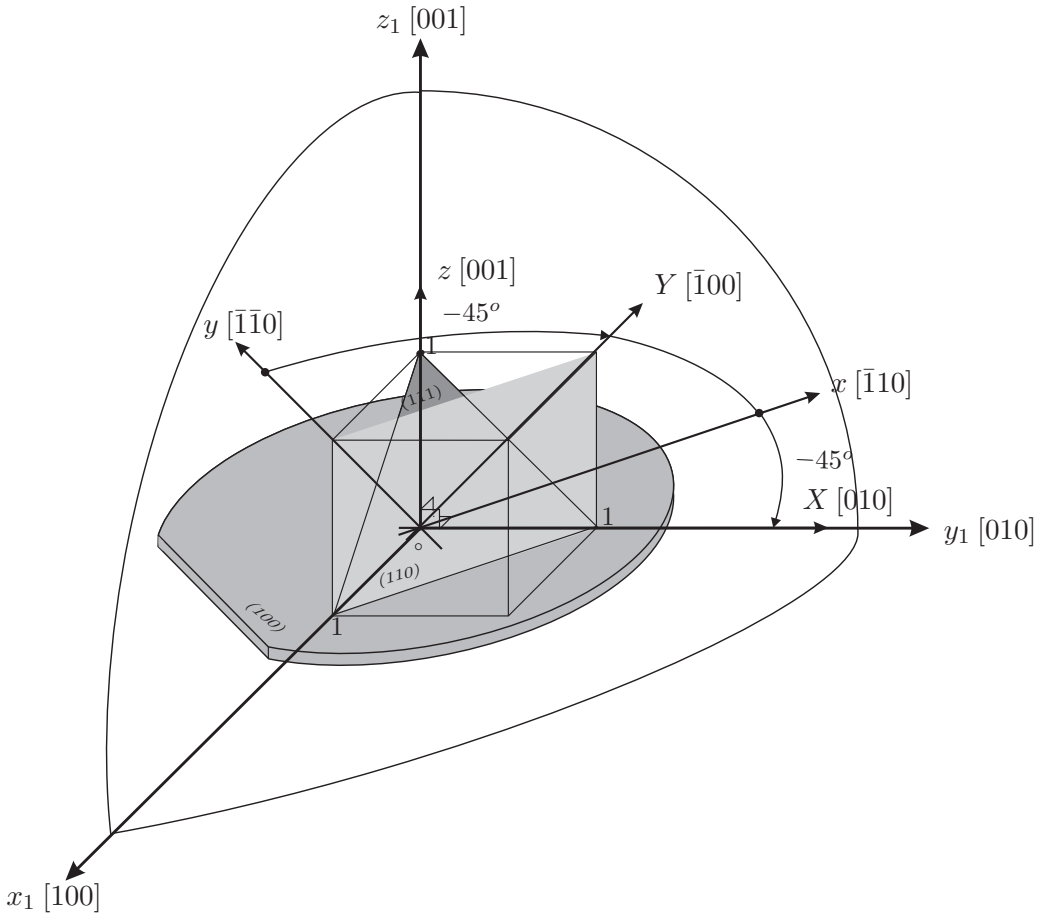



FIG. 4.2 – *Orientation d'un* wafer $<100>$ *dans la maille cristalline.*

familles principales du réseau CFC, $\{100\}$ $\{110\}$ et $\{111\}$. On imagine aisément que les coefficients d'élasticité soient différents selon la direction cristallographique. Rappelons d'ailleurs que c'est l'une des causes des différences de vitesse d'attaque du silicium par $KOH$[5].

On exprime la relation générale entre les contraintes et les déformations dans $\mathcal{R}_1$, repère principal d'anisotropie du CFC[6], par son tenseur de rigidité du quatrième ordre, $\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}$[7]. En notation

4. En accord avec les applications ultérieures, nous désignons par : $z$ l'axe de la caméra, donc la normale aux échantillons ; $x$, $y$, $X$ et $Y$ les axes dans le plan des *wafers* tels que $x$ soit normal au méplat, $y$ soit dans la direction du méplat, $(\widehat{\vec{X},\vec{Y}})$ soit orienté à $-45^o$ de $(\widehat{\vec{x},\vec{y}})$ et $Oxyz$ forme un repère orthonormé direct.

5. Voir paragraphe 2.2.2.

6. $\mathcal{R}_1$ orthonormé avec $x_1$ d'orientation $[100]$, $y_1$ d'orientation $[010]$ et $z_1$ d'orientation $[001]$.

7. Voir le chapitre 1 partie II page 119 pour de plus amples informations sur les relations *contrainte/déformation*.

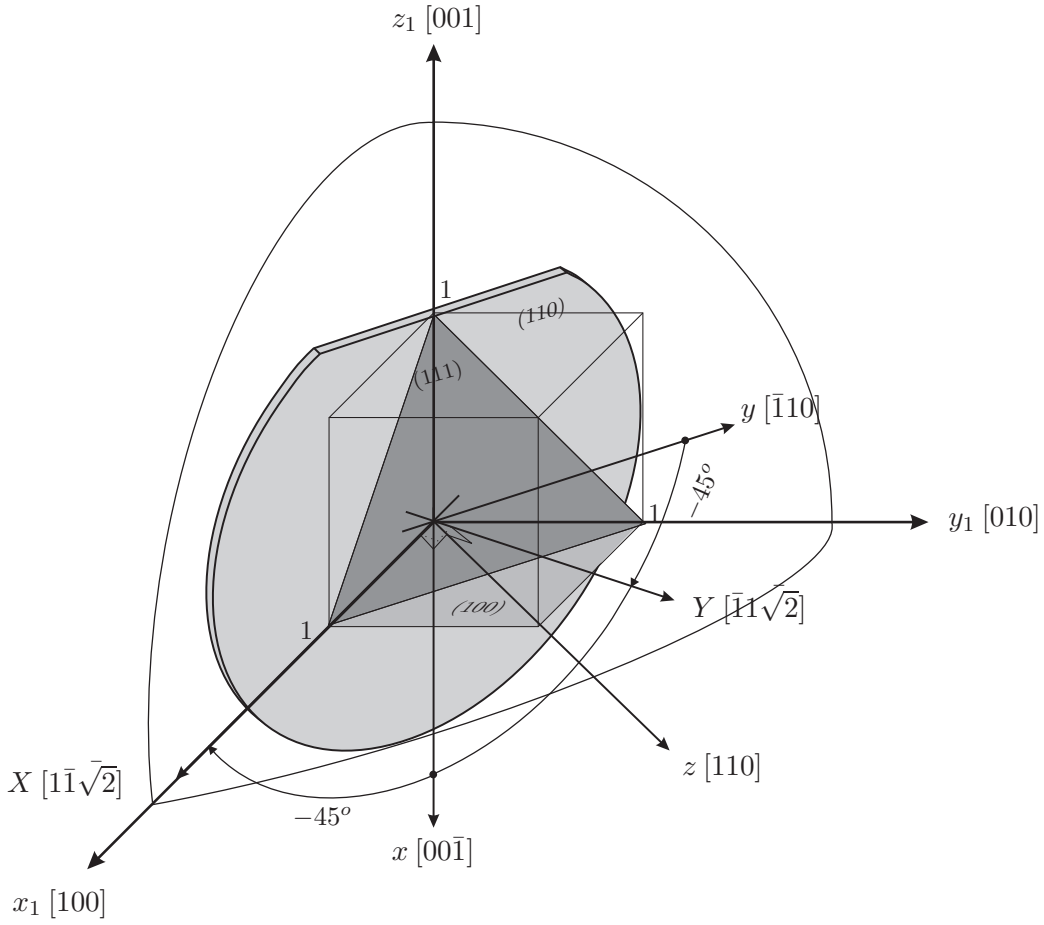



FIG. 4.3 – *Orientation d'un* wafer $<110>$ *dans la maille cristalline.*

matricielle et compte tenu des différentes symétries cristallines, on écrit $\bar{\bar{\bar{C}}}$ sous la forme :

$$[\bar{\bar{\bar{C}}}] = \begin{bmatrix} c_{1111} & c_{1122} & c_{1133} & & & \\ c_{2211} & c_{2222} & c_{1122} & & 0 & \\ c_{3311} & c_{3322} & c_{3333} & & & \\ & & & c_{2323} & & \\ & 0 & & & c_{1313} & \\ & & & & & c_{1212} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & & & \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & & 0 & \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & & & \\ & & & c_{44} & & \\ & 0 & & & c_{55} & \\ & & & & & c_{66} \end{bmatrix} \quad (4.1)$$

où $c_{44} = c_{55} = c_{66}$.

En exprimant les relations *contraintes/déformations* de manière inverse, on définit le tenseur de souplesse du quatrième ordre, $\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}$, dont la notation matricielle s'écrit :

$$[\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}] = \begin{bmatrix} s_{1111} & s_{1122} & s_{1133} & & & \\ s_{2211} & s_{2222} & s_{2233} & & 0 & \\ s_{3311} & s_{3322} & s_{3333} & & & \\ & & & 4s_{2323} & & \\ & 0 & & & 4s_{1313} & \\ & & & & & 4s_{1212} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{12} & & & \\ s_{12} & s_{11} & s_{12} & & 0 & \\ s_{12} & s_{12} & s_{11} & & & \\ & & & s_{44} & & \\ & 0 & & & s_{44} & \\ & & & & & s_{44} \end{bmatrix} \tag{4.2}$$

où $s_{44} = s_{55} = s_{66}$.

Les coefficients de souplesse $s_{ij}$ sont facilement exprimables à partir des coefficients de rigidité $c_{ij}$. On trouve :

$$s_{11} = \frac{c_{11} + c_{12}}{{c_{11}}^2 + c_{11}c_{12} - 2{c_{12}}^2}, s_{12} = \frac{-c_{12}}{{c_{11}}^2 + c_{11}c_{12} - 2{c_{12}}^2}, s_{44} = \frac{1}{c_{44}}. \tag{4.3}$$

Concernant le silicium, on trouve dans la littérature les valeurs numériques suivantes [58][60] :

$$\boxed{\begin{array}{l} c_{11} = 165{,}7\,, \quad c_{12} = 63{,}9 \quad et \quad c_{44} = 79{,}56 \quad \text{(GPa)} \\ s_{11} = 7{,}68 \cdot 10^{-3}\,, \quad s_{12} = -2{,}14 \cdot 10^{-3} \quad et \quad s_{44} = 12{,}6 \cdot 10^{-3} \quad (\text{GPa}^{-1}) \end{array}}\,.$$

On exprime les coefficients de rigidité, $c'_{ij}$, et de souplesse, $s'_{ij}$, dans un repère quelconque par les tenseurs $\overline{\overline{\overline{\overline{C'}}}}$ et $\overline{\overline{\overline{\overline{S'}}}}$. Un simple changement de repère permet de les obtenir.

Soient $\mathcal{R}_q$ un repère orthonormé quelconque. Le repère $\mathcal{R}_q$ est relié au repère $\mathcal{R}_1$ par une matrice de changement de base $[A_{q1}]$ :

$$\mathcal{R}_q = [A_{q1}] \cdot \mathcal{R}_1 \tag{4.4}$$

avec $[A_{q1}] = a_{ij}$.[8]

Les coefficients des tenseurs de raideur et de souplesse s'expriment alors dans le repère quelconque,$\mathcal{R}_q$ , à l'aide des relations suivantes :

$$\begin{cases} c'_{ijhk} = a_{il} \cdot a_{jm} \cdot a_{hn} \cdot a_{kp} \cdot c_{lmnp} \\ s'_{ijhk} = a_{il} \cdot a_{jm} \cdot a_{hn} \cdot a_{kp} \cdot s_{lmnp} \end{cases}. \tag{4.5}$$

En partant des valeurs ainsi déterminées, on peut donner une interprétation des coefficients élastiques d'un matériau de réseau cristallin Cubique à Faces Centrées suivant une direction [uvw] quelconque :

- le module d'Young : $E'_{\text{uvw}}\,(\text{Pa}) = \frac{1}{s'_{11}}$ ;
- le coefficient de Poisson : $\nu'_{\text{uvw}} = -\frac{s'_{12}}{s'_{11}}$ ;

8. On trouve aussi dans la littérature l'utilisation de la notation des cosinus directeurs : $l_1\, l_2\, l_3$, $m_1\, m_2\, m_3$ et $n_1\, n_2\, n_3$.

– le module biaxial[9] : $Y'_{b_{\mathsf{uvw}}}$ (Pa) $= \frac{E}{1-\nu} = \frac{1}{s'_{11}+s'_{12}}$ ;
– le module de plaque : $Y'_{p_{\mathsf{uvw}}}$ (Pa) $= \frac{E}{1-\nu^2} = \frac{s'_{11}}{{s'_{11}}^2-{s'_{12}}^2}$ ;
– le module de cisaillement de Coulomb : $G'_{\mathsf{uvw}}$ (Pa) $= c'_{66} = \frac{1}{s'_{66}}$.

On remarque que les coefficients $s'_{11}$, $s'_{12}$ et $c'_{66}$ suffisent à déterminer tous les coefficients élastiques relatifs à un plan donné. On exprime ces coefficients à l'aide des relations 4.5 :

$$\left\{ \begin{array}{l} s'_{11} = s'_{1111} = s_{11} - 2s({a_{11}}^2{a_{12}}^2 + {a_{12}}^2{a_{13}}^2 + {a_{11}}^2{a_{13}}^2) \\ s'_{12} = s'_{1122} = s_{12} + s(a_{11}{a_{21}}^2 + a_{12}{a_{22}}^2 + a_{13}{a_{23}}^2) \\ c'_{66} = c'_{2323} = c_{44} + c(a_{11}{a_{21}}^2 + a_{12}{a_{22}}^2 + a_{13}{a_{23}}^2) \end{array} \right. \tag{4.6}$$

avec $s$ (Pa$^{-1}$) $= s_{11} - s_{12} - s_{44}/2$,
$c$ (Pa) $= c_{11} - c_{12} - 2c_{44}$.

## 4.2 Application à la famille de plans $\{111\}$ du silicium

La figure 4.4 permet de se représenter l'orientation du plan $(111)$ dans $\mathcal{R}_1$. On définit le repère $\mathcal{R}_2$ lié au plan $(111)$ tel que :

1. $z_2$ soit d'orientation $[111]$ ;
2. $x_2 \in (111)$ soit d'orientation $[11\bar{2}]$ ;
3. $y_2 \in (111)$ soit d'orientation $[\bar{1}10]$.

On définit le repère $\mathcal{R}_3$ lié à $\mathcal{R}_2$ par une rotation d'angle $\psi$ telle que :

1. $z_3 = z_2$ ;
2. $\psi = (\widehat{\vec{x_2},\vec{x_3}}) = (\widehat{\vec{y_2},\vec{y_3}})$.

$\mathcal{R}_3$ est lié à $\mathcal{R}_1$ par la matrice de changement de repère $[A_{31}]$ :

$$[A_{31}] = \left[ \begin{array}{ccc} \frac{\cos\psi - \sqrt{3}\sin\psi}{\sqrt{6}} & \frac{\cos\psi + \sqrt{3}\sin\psi}{\sqrt{6}} & -\frac{2\cos\psi}{\sqrt{6}} \\ \frac{-\sin\psi - \sqrt{3}\cos\psi}{\sqrt{6}} & \frac{-\sin\psi + \sqrt{3}\cos\psi}{\sqrt{6}} & \frac{2\sin\psi}{\sqrt{6}} \\ \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{array} \right]. \tag{4.7}$$

On montre aisément que dans le système d'équations 4.6, pour la matrice de changement de base $[A_{31}]$ et quelque soit $\psi$ on trouve :

– $\boxed{{a_{11}}^2{a_{12}}^2 + {a_{12}}^2{a_{13}}^2 + {a_{11}}^2{a_{13}}^2 = 1/4}$ ;
– et $\boxed{a_{11}{a_{21}}^2 + a_{12}{a_{22}}^2 + a_{13}{a_{23}}^2 = 1/6}$.

9. On dit « module biaxial » (ou « module biaxé ») car, comme le module de plaque et contrairement au module d'Young, il intègre deux directions du matériau.

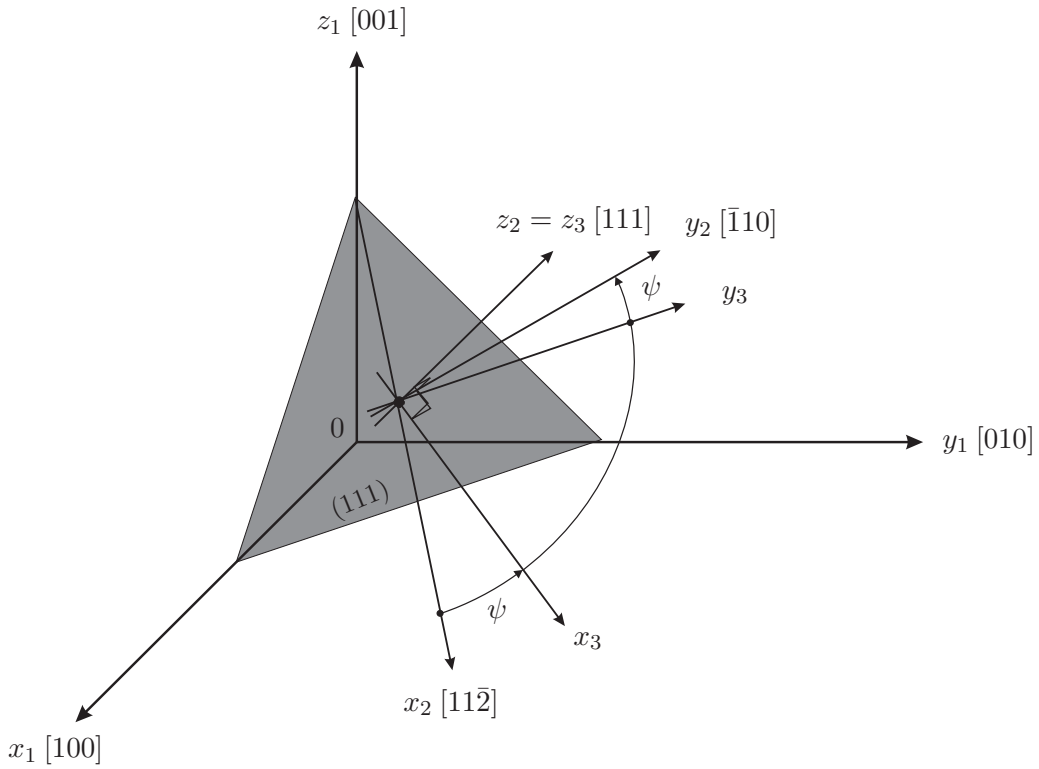



FIG. 4.4 – *Paramétrage des axes dans le plan* $(111)$.

On en déduit que, pour les matériaux CFC, les coefficients d'élasticité sont indépendants de l'orientation dans les plans $\{111\}$. On trouve, concernant le silicium monocristallin, les valeurs suivantes :

$$\boxed{\begin{array}{l} E'_{111} = 169{,}1\,\text{GPa} \\ \nu'_{111} = 0{,}262 \\ Y'_{b111} = 229\,\text{GPa} \\ Y'_{p111} = 181{,}5\,\text{GPa} \\ G'_{111} = 70\,\text{GPa} \end{array}}\ .$$

## 4.3 Application à la famille de plans $\{100\}$ du silicium

La figure 4.5 permet de se représenter l'orientation d'un *wafer* $<100>$ dans $\mathcal{R}_1$. On définit le repère $\mathcal{R}_2$ lié au plan $(001)$ tel que :

1. $z_2 = z_1$ (normal au plan du *wafer*) ;
2. $\psi = (\widehat{\vec{x_1},\vec{x_2}}) = (\widehat{\vec{y_1},\vec{y_2}})$.

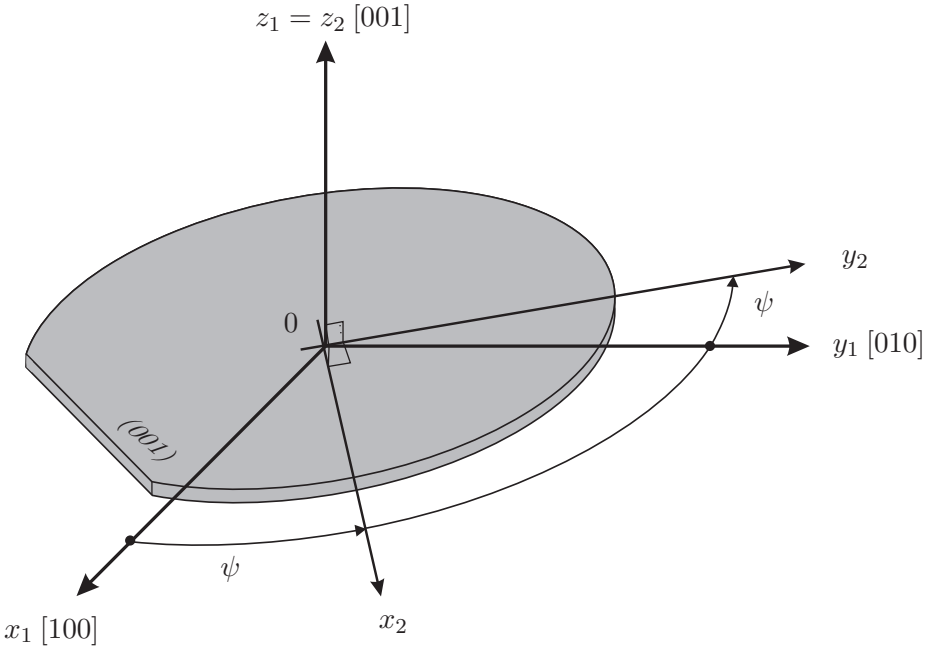



FIG. 4.5 – *Paramétrage des axes dans le* wafer $<100>$.

$\mathcal{R}_2$ est lié à $\mathcal{R}_1$ par la matrice de changement de repère $[A_{21}]$ :

$$[A_{21}] = \begin{bmatrix} \cos\psi & \sin\psi & 0 \\ -\sin\psi & \cos\psi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \tag{4.8}$$

Cette fois-ci, les coefficients d'élasticité ne sont pas constants. Ils sont liés à l'orientation de $\mathcal{R}_2$ par les relations suivantes :

$$\boxed{\begin{array}{l} s'_{11} = s_{11} - s \cdot \sin^2(2\psi)/2 \\ s'_{12} = s_{12} + s \cdot \sin^2(2\psi)/2 \\ c'_{66} = c_{44} + c \cdot \sin^2(2\psi)/2 \end{array}}. \tag{4.9}$$

La figure 4.6 représente les variations des coefficients d'élasticité dans les familles de plan $\{100\}$.

Wortman a publié des courbes équivalentes en $1965$ [58]. Les coefficients d'élasticité dépendent de l'orientation dans le plan. On peut noter que le seul coefficient invariable dans les plans $\{100\}$ est le module biaxial $Y_b{}'$. On verra l'importance de cette remarque dans l'exposé des résultats expérimentaux du prochain chapitre. Cette propriété a fait dire que les *wafers* $<100>$ sont isotropes dans le plan. Sur ces courbes, on note pourtant que le coefficient de Poisson varie d'un facteur $4$.

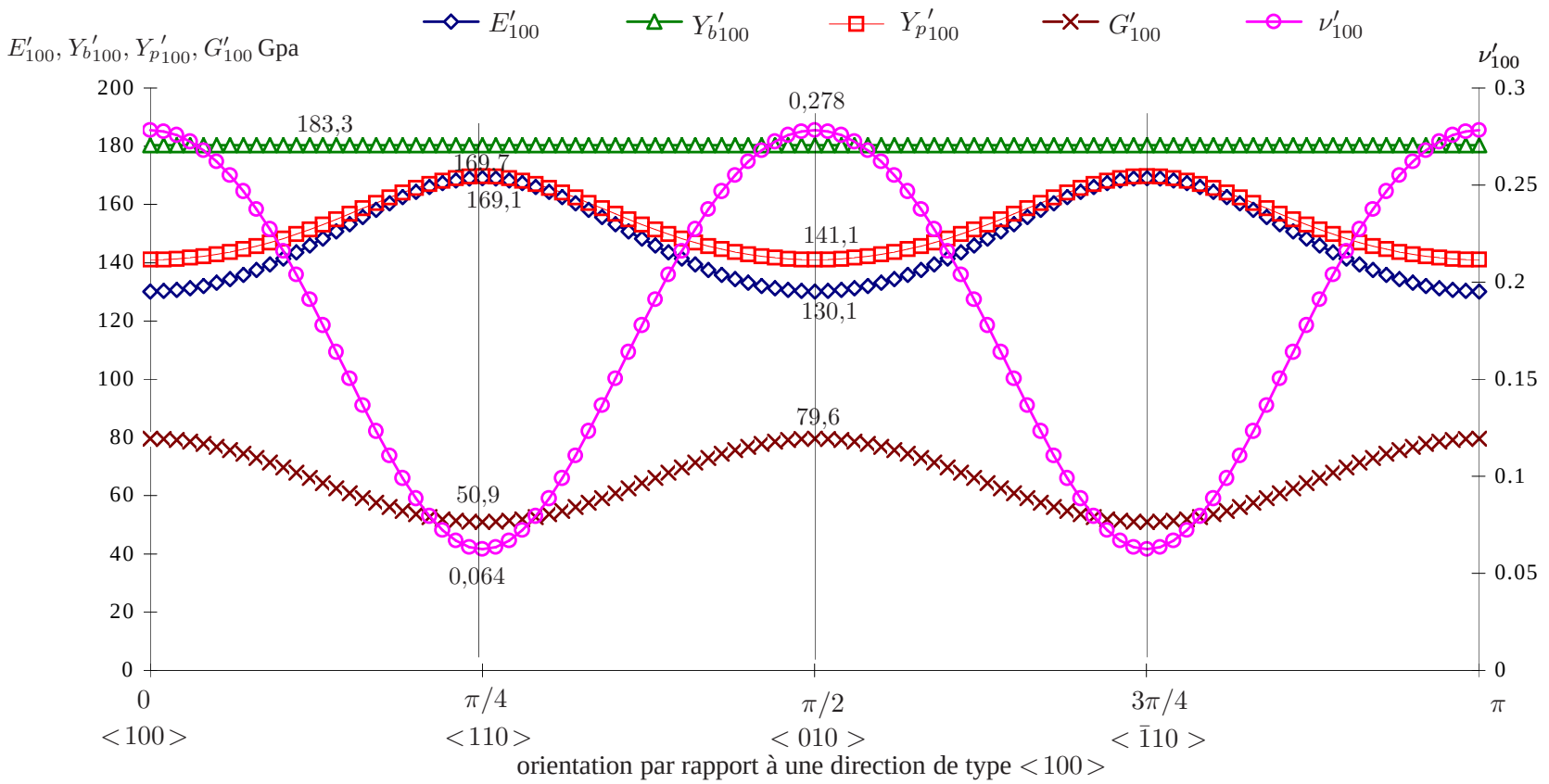



FIG. 4.6 – *Variation des coefficients d'élasticité en fonction de l'orientation dans le plan des* wafers $<100>$.

## 4.4 Application à la famille de plans $\{110\}$ du silicium

La figure 4.7 permet de se représenter l'orientation d'un *wafer* $<110>$ dans $\mathcal{R}_1$. On définit

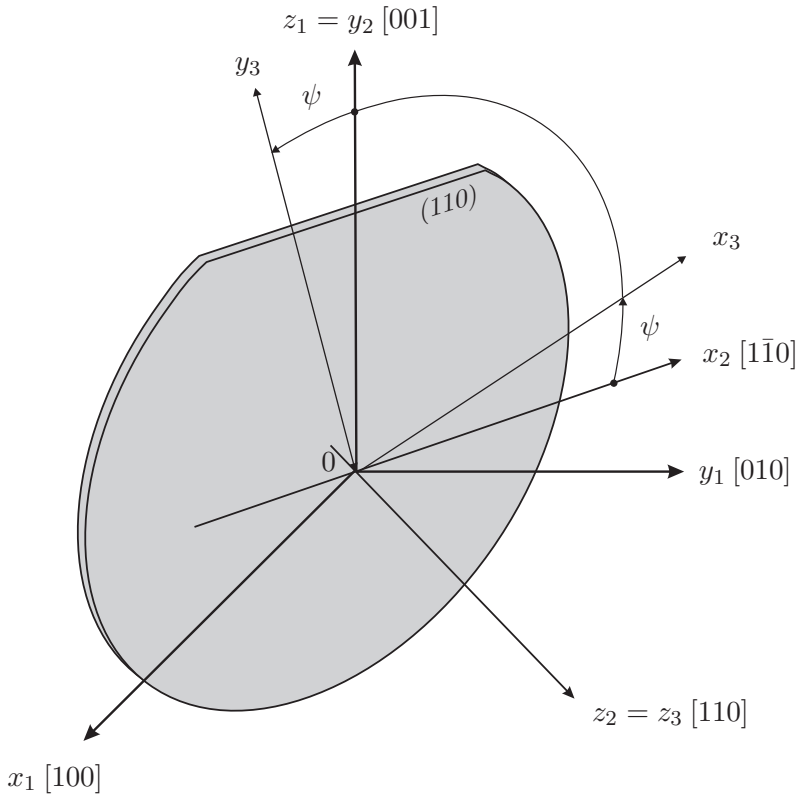



FIG. 4.7 – *Paramétrage des axes dans le* wafer $<110>$.

le repère $\mathcal{R}_2$ lié au repère $\mathcal{R}_1$ tel que :

1. $z_2$ soit d'orientation $[110]$, normale au plan $(110)$ ;
2. $x_2 \in (110)$ soit d'orientation $[1\bar{1}0]$ ;
3. $y_2 = z_1$.

On définit le repère $\mathcal{R}_3$ lié à $\mathcal{R}_2$ par une rotation d'angle $\psi$ telle que :

1. $z_3 = z_2$ ;
2. $\psi = (\widehat{\vec{x_2},\vec{x_3}}) = (\widehat{\vec{y_2},\vec{y_3}})$.

$\mathcal{R}_3$ est lié à $\mathcal{R}_1$ par la matrice de changement de repère $[A_{31}]$ :

$$[A_{31}] = \begin{bmatrix} \frac{-\cos\psi}{\sqrt{2}} & \frac{\cos\psi}{\sqrt{2}} & \sin\psi \\ \frac{\sin\psi}{\sqrt{2}} & \frac{-\sin\psi}{\sqrt{2}} & \cos\psi \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \end{bmatrix}. \tag{4.10}$$

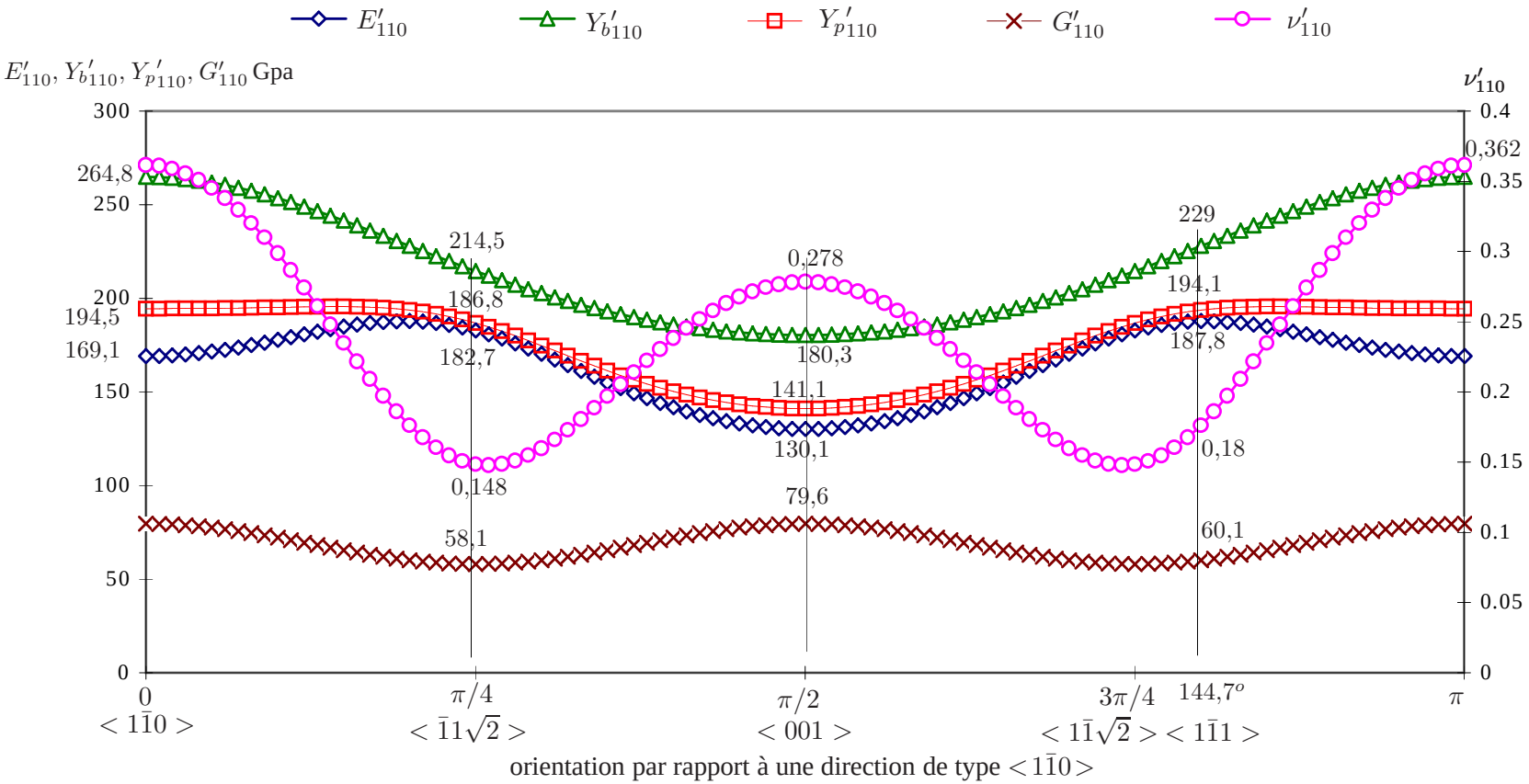



FIG. 4.8 – *Variation des coefficients d'élasticité en fonction de l'orientation dans le plan des* wafers $< 110 >$.

À l'instar des *wafers* orientés $< 100 >$, les coefficients d'élasticité sont liés à l'orientation. Ils sont liés à $\psi$ par les relations suivantes :

$$\boxed{\begin{array}{l} s'_{11} = s_{11} - 2s \cdot (\cos^4 \psi/4 + (\cos\psi \sin\psi)^2) \\ s'_{12} = s_{12} + 3s \cdot \sin^2(2\psi)/8 \\ c'_{66} = c_{44} + 3c \cdot \sin^2(2\psi)/8 \end{array}} . \tag{4.11}$$

La figure 4.8 représente les variations des coefficients d'élasticité dans les plans de famille $\{110\}$. Tous ces coefficients varient selon leur orientation. Le coefficient de Poisson varie cette fois-ci d'un facteur $3$.

## 4.5 Bilan du chapitre 4

Dans bien des cas, les structures réalisées en microtechniques sont générées à partir de matériaux anisotropes. Dans ce chapitre nous avons étudié les variations des coefficients d'élasticité avec la direction cristallographique pour les matériaux de structure Cubique à Faces Centrées. En considérant l'exemple du silicium monocristallin, nous montrons que ces variations peuvent être très importantes, principalement dans les familles de plan $\{110\}$ où tous les coefficients varient selon l'orientation dans le plan. La seule isotropie observée concerne les plans $\{111\}$ qui sont rarement rencontrés dans les structures micromécaniques à cause des procédés d'usinage. On note également que le module biaxial $Y_b$ est indépendant de l'orientation dans les plans $\{100\}$.

Cette anisotropie doit donc être prise en compte lorsque l'on veut effectuer des calculs mécaniques sur ces microstructures en général, et des calculs de contrainte résiduelle en particulier. Le cas du bicouche $SiO_2/Si$ entre pleinement dans ce cadre.

# Chapitre 5

# 1re étude : bicouche aux bords libres

Les éprouvettes employées pour mesurer les contraintes résiduelles à l'interface d'un bicouche sont très souvent des poutres. Sous l'action de ces contraintes, la poutre fléchit. On relie la courbure de la poutre à la contrainte résiduelle par la formule de Stoney. Cette formule est également largement utilisée pour des microponts, des membranes aux bords encastrés ou des structures plus complexes [7]. Dans les faits, la formule de Stoney est abusivement employée pour mesurer les contraintes résiduelles, alors qu'elle néglige plusieurs caractéristiques du bicouche.

Le présent chapitre a pour but de présenter l'effet des contraintes résiduelles sur un bicouche de géométrie simple. On s'intéresse principalement à la déformée des échantillons. La contrainte moyenne dans le film est calculée analytiquement par une relation *contraintes/courbures* prenant en compte l'anisotropie du substrat. Les échantillons choisis sont des *wafers* bicouches $SiO_2/Si$, de contour libre. La contrainte résiduelle dont on observe les effets a une origine essentiellement thermique.

Les contraintes à l'interface $Si{-}SiO_2$ sont étudiées depuis plusieurs décennies [62][27]. On montrera dans le présent travail l'utilité de mesurer la forme de l'échantillon en champ complet. La première méthode testée est l'interférométrie. Elle s'avère beaucoup trop sensible pour ces essais. Nous utilisons finalement la méthode de projection de franges.

## 5.1 Relations *contrainte résiduelle/courbure* dans les bicouches

### 5.1.1 Formulations de Stoney et de Campbell

En 1909, Stoney s'est intéressé aux contraintes résiduelles dans les films de nickel électrodéposés sur une règle d'acier[1] [6]. Il a établi une relation entre la contrainte résiduelle dans le film et la courbure du bicouche. Cette relation est connue sous le nom de « formule de Stoney »

1. Règle de dimensions $10 \times 102 \times 0{,}32\,\text{mm}^3$ pour des films de nickel d'épaisseur inférieure à $0{,}05\,\text{mm}$.

et s'écrit :

$$\sigma_f = \frac{E_s}{6\rho}\frac{{e_s}^2}{e_f} \tag{5.1}$$

avec $\sigma_f$ (Pa) : contrainte résiduelle moyenne dans le film,
$E_s$ (Pa) : module d'Young du substrat (et du film),
$\rho$ (m) : rayon de courbure du bicouche contraint,
$e_s$ (m) : épaisseur du substrat,
$e_f$ (m) : épaisseur du film.

Les hypothèses émises par Stoney, qui étaient valables dans le cadre de son étude, réduisent nettement le champ d'application de cette relation :

- l'épaisseur du film est nettement plus faible que l'épaisseur du substrat ;
- le module d'Young du film est identique à celui du substrat ;
- la contrainte résiduelle est isotrope.

Outre ces hypothèses, il a été montré que la validité de cette équation est limitée. D'une part, la flèche maximale doit être inférieure à l'épaisseur du substrat et la longueur de l'échantillon doit être au moins deux fois supérieure à sa largeur. D'autre part, les effets transversaux sont ignorés. Les expériences ont montré que la formule de Stoney sous-estime le taux de contrainte.

Pour prendre en compte ces effets, Campbell a proposé d'inclure le coefficient de Poisson du substrat, $\nu_s$ [4]. Cela revient à introduire le module biaxial, $Y_b$ :

$$\sigma_f = \frac{E_s}{1-\nu_s}\frac{1}{6\rho}\frac{{e_s}^2}{e_f} = \frac{Y_b}{6\rho}\frac{{e_s}^2}{e_f}\ . \tag{5.2}$$

Notons que l'on trouve régulièrement cette équation sous une autre forme. La courbure y est exprimée à l'aide de la flèche et de la longueur de l'échantillon [4][63][18]. Nous ne retenons pas cette forme car elle est source d'ambiguïté. En effet, on l'emploie souvent dans le cas d'un échantillon circulaire[2], ou d'une membrane aux bords encastrés, là ou sa validité est nulle.

### 5.1.2 Formulations plus générales

Bien que plus complète que la relation initiale de Stoney, la relation de Campbell ne prend en compte ni l'anisotropie du substrat, ni l'anisotropie du film. De plus, elle n'autorise pas de différence entre les coefficients d'élasticité des deux matériaux. Enfin, elle n'est valable que pour les films d'épaisseur négligeable face à l'épaisseur du substrat ($e_f/e_s < 10^{-2}$).

Des formulations plus générales ont été établies par Jou et Hsu qui prennent en compte ces éléments [64]. La contrainte s'exprime suivant deux axes d'anisotropie $x$ et $y$.

Le système bicouche est modélisé par :

- deux efforts dans le plan, nommés « forces internes » ;
- quatre moments sur les surfaces libres.

2. En exprimant le rayon de courbure via le diamètre et la flèche de l'échantillon.

Le problème est résolu par l'équilibre statique du système et par une condition de compatibilité géométrique à l'interface[3]. Ce type d'approche est largement utilisée par différents auteurs [65][66][67][68][69].

Lorsque l'on émet aucune hypothèse sur les épaisseurs, la résolution du système donne les contraintes moyennes dans le film :

$$\boxed{\begin{array}{l}\sigma_{f_x} = \frac{1}{6\rho_x\rho_y}\frac{1}{e_f(e_s+e_f)}\left[\frac{E_{f_x}{e_f}^3(\rho_y+\nu_{f_y}\rho_x)}{1-\nu_{s_x}\nu_{s_y}} + \frac{E_{s_x}{e_s}^3(\rho_y+\nu_{s_y}\rho_x)}{1-\nu_{s_x}\nu_{s_y}}\right] \\ \sigma_{f_y} = \frac{1}{6\rho_y\rho_x}\frac{1}{e_f(e_s+e_f)}\left[\frac{E_{f_y}{e_f}^3(\rho_x+\nu_{f_x}\rho_y)}{1-\nu_{s_y}\nu_{s_x}} + \frac{E_{s_y}{e_s}^3(\rho_x+\nu_{s_x}\rho_y)}{1-\nu_{s_y}\nu_{s_x}}\right]\end{array}} \tag{5.3}$$

avec $\sigma_{f_k}$ (Pa) : contrainte résiduelle moyenne dans le film suivant $k$,
$\rho_k$ (m) : rayon de courbure suivant $k$ du bicouche contraint,
$e_f$ (m) : épaisseur du film,
$e_s$ (m) : épaisseur du substrat,
$E_{f_k}$ (Pa) : module d'Young du film suivant $k$,
$\nu_{f_k}$ : coefficient de Poisson du film suivant $k$,
$E_{sk}$ (Pa) : module d'Young du substrat suivant $k$,
$\nu_{sk}$ : coefficient de Poisson du substrat suivant $k$.

Si l'on considère le film mince devant l'épaisseur du substrat, l'expression devient :

$$\boxed{\begin{array}{l}\sigma_{f_x} = \frac{E_{s_x}}{1-\nu_{s_x}\nu_{s_y}}\frac{\rho_y+\nu_{s_y}\rho_x}{\rho_x\rho_y}\frac{{e_s}^2}{6e_f} \\ \sigma_{f_y} = \frac{E_{s_y}}{1-\nu_{s_y}\nu_{s_x}}\frac{\rho_x+\nu_{s_x}\rho_y}{\rho_y\rho_x}\frac{{e_s}^2}{6e_f}\end{array}}. \tag{5.4}$$

Enfin, si le substrat est isotrope et que les coefficients de Poisson du film et du substrat sont identiques, on retrouve la relation 5.2[4].

Le caractère souvent anisotrope du substrat nécessite donc de connaître les rayons de courbure des échantillons suivant les directions considérées. Une mesure de la déformée en champ complet s'impose donc. Les mesures de contraintes résiduelles sont cependant régulièrement effectuées par mesure de l'altitude au centre de l'échantillon, supposée être la flèche [70][71][72][18] ; par calcul d'un rayon de courbure via des mesures ponctuelles [67][73][74] ; par mesure d'un seul rayon de courbure [75][76][77]... Witvrouw et Spaepen utilisent cependant un mécanisme qui mesure les courbures suivant deux directions perpendiculaires par réflexion d'un faisceau laser [69].

Notons que les relations précédentes ne permettent pas de mesurer un gradient de contrainte dans l'épaisseur du film, on accède seulement à une contrainte moyenne dans l'épaisseur. Les techniques adoptées pour mesurer un gradient de contrainte dans les films sont basées sur les variations de courbure de poutres *encastrée-libre* [36][78][31].

3. Que l'on peut exprimer ainsi : « le champ de déformations à l'interface est identique pour le film et pour le substrat ».

4. Moyennant bien sûr une isotropie de la courbure.

## 5.2 Montage expérimental

### 5.2.1 Montage expérimental initial : interférométrie

De façon à ne pas contraindre mécaniquement les *wafers*, il est nécessaire de les poser à plat sur un support horizontal. Les échantillons sont orientés par un vé à l'aide du méplat. Compte tenu de leur grand diamètre, $\sim 50$ mm, nous avons initialement tenté une mesure de forme par interférométrie avec l'interféromètre de Michelson[5]. Une photographie du montage interférométrique est présentée sur la figure 5.1.

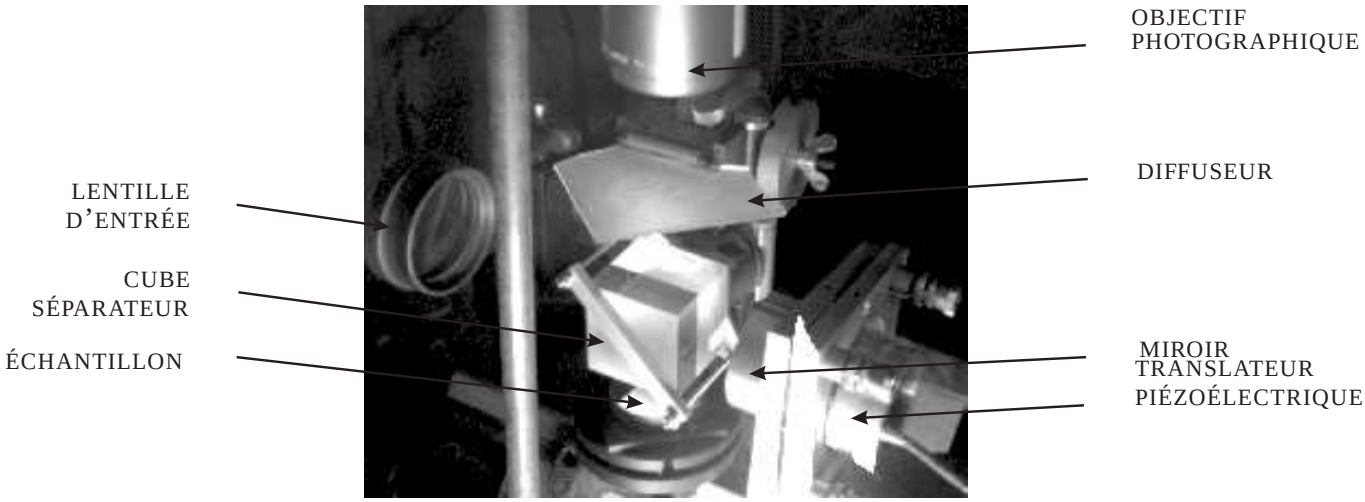



FIG. 5.1 – *Montage interférométrique.*

Le principe de cette technique est simple. Dans un interféromètre de Michelson réglé en teinte plate, les éventuelles franges d'interférence observables dans le plan normal au faisceau de sortie caractérisent un écart de planéité[6] d'amplitude égale à $\lambda/2$ entre chaque frange. Ce défaut de planéité provient soit de l'un des deux miroirs, soit de l'une des faces du cube séparateur. La figure 5.2 présente par exemple des franges d'interférence générées par un cube séparateur défectueux.

Les *wafers* que nous testons présentent un poli-miroir[7]. Ils peuvent donc prendre la place de l'un des miroirs. On peut alors mesurer la forme de l'échantillon avant et après oxydation et mesurer, par soustraction, la déflexion due aux contraintes thermiques. Lorsque la déformée

5. Il est difficile de réaliser des franges rectilignes avec un interféromètre de Michelson sur une surface de $50 \times 50\,\text{mm}^2$ avec le matériel dont nous disposons.

6. Au sens mécanique du terme, la planéité est défini par « la tolérance de planéité ». La tolérance de planéité d'une surface est la distance minimale entre deux plans parallèles entre lesquels l'enveloppe de la surface que l'on caractérise doit s'inscrire.

7. On utilise le terme relatif « poli-miroir » pour indiquer que la rugosité de la surface réfléchissante est bien inférieure à la demi-longueur d'onde, $\lambda/2$, de la lumière qui s'y réfléchit. Ce terme ne donne aucune information sur la planéité de la surface.

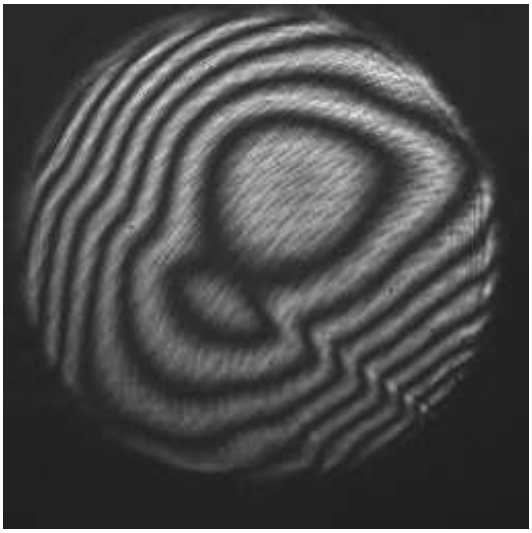


FIG. 5.2 – *Franges d'interférence générées par un cube séparateur défectueux.*

du *wafer* présente une symétrie centrale de révolution, les franges sont circulaires[8]. Ces franges sont projetées sur un plastique translucide qui joue le rôle d'écran.

Une image de franges obtenue par cette technique sur un *wafer* non oxydé est présentée sur la figure 5.3. On peut remarquer la forte densité de franges montrant que, dans leur état brut, les échantillons présentent des défauts de planéité de plusieurs micromètres[9]. L'allure des franges donne déjà des indications pertinentes sur la forme des *wafers*. Ce type de forme initiale a déjà été indiquée par Campbell en 1970 [4]. La planéité des *wafers* de petit diamètre et de faible coût ne semble pas de meilleure qualité actuellement. Le constructeur assure cependant une incertitude assez faible sur l'épaisseur du *wafer*. Ce défaut de forme est due à la présence de contraintes intrinsèques au sein du silicium, principalement dans les *wafers* $< 100 >$, due à une probable mauvaise répartition du dopant. Il rend l'interférométrie inutilisable – car trop sensible – dans le cas des *wafers* et a réorienté notre choix vers la projection de franges. Elle est cependant régulièrement utilisée pour estimer la déflexion par comptage des franges [79]. Notons que des dispositifs spécialement dédiés à la mesure de forme dans ces sensibilités ont été développés par les opticiens [44][45][46].

### 5.2.2 Second montage expérimental : projection de franges

Pour ne pas ajouter un montage optique spécifique à cette étude, la projection de franges, telle que nous l'avons décrite au chapitre 3, a été mise au service de l'étude des contraintes résiduelles dans les *wafers* bicouches $SiO_2/Si$ par analyse de forme. Une photographie du montage

8. On les appelle dans ce cas les anneaux de Newton.

9. Le *wafer* présenté en figure 5.3, comporte des variations d'environ $\pm 4\,\mu$m ($\lambda/2$ entre chaque frange avec $\lambda = 514\,$nm).

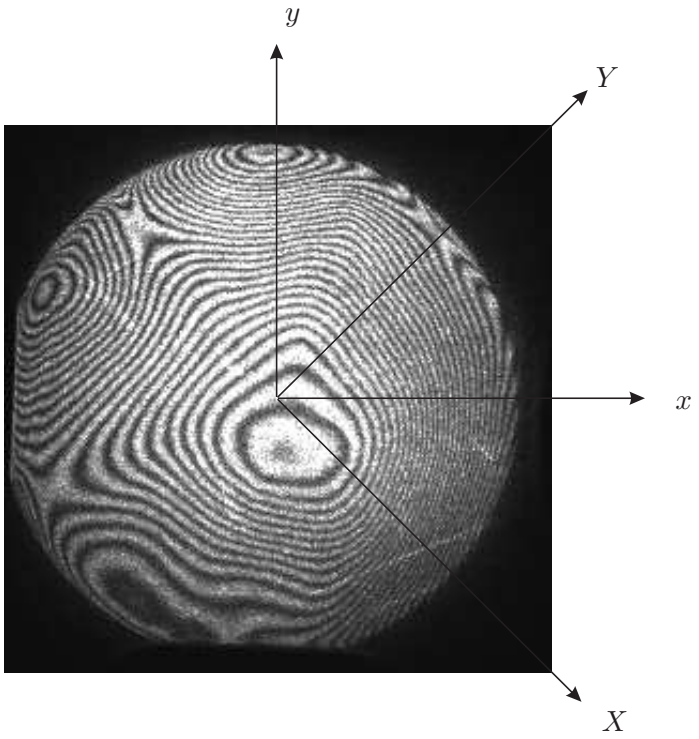



FIG. 5.3 – *Images de franges obtenues par interférométrie avec un* wafer *non oxydé.*

finalement adopté est proposée sur la figure 5.4. La caméra reste verticale. L'échantillon est

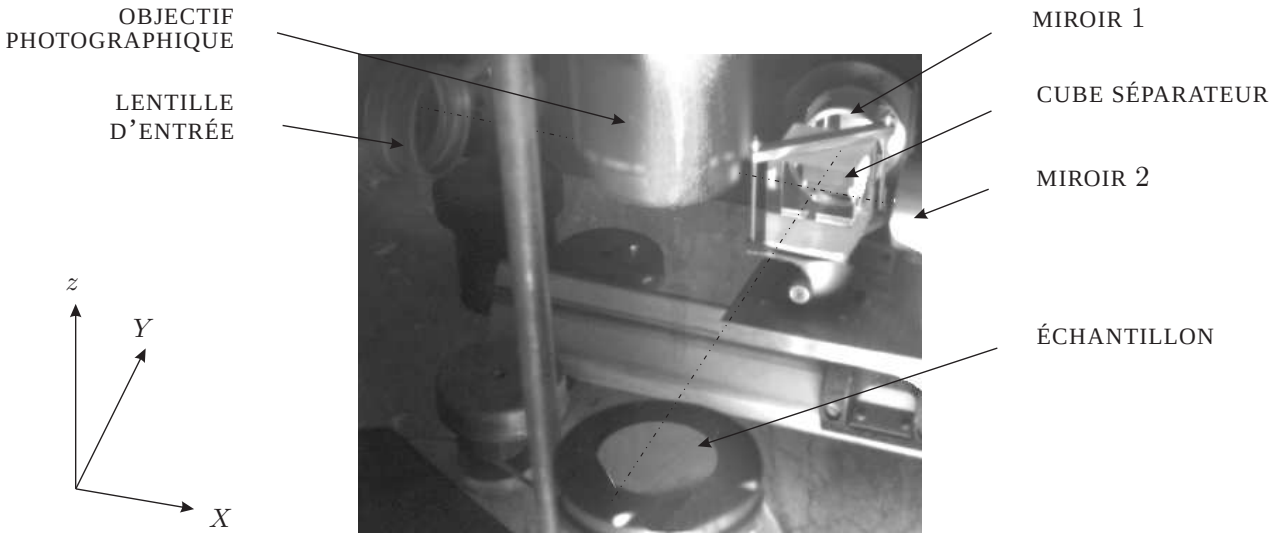



FIG. 5.4 – *Montage de projection de franges adapté aux* wafers.

positionné comme énoncé précédemment. Son aspect poli-miroir nécessite par contre la pulvérisation d'une poudre blanche permettant de diffuser la lumière donc d'observer les franges en dehors de la direction de réflexion spéculaire. Le montage semble plus simple mais nécessite l'étalonnage des angles de projection[10].

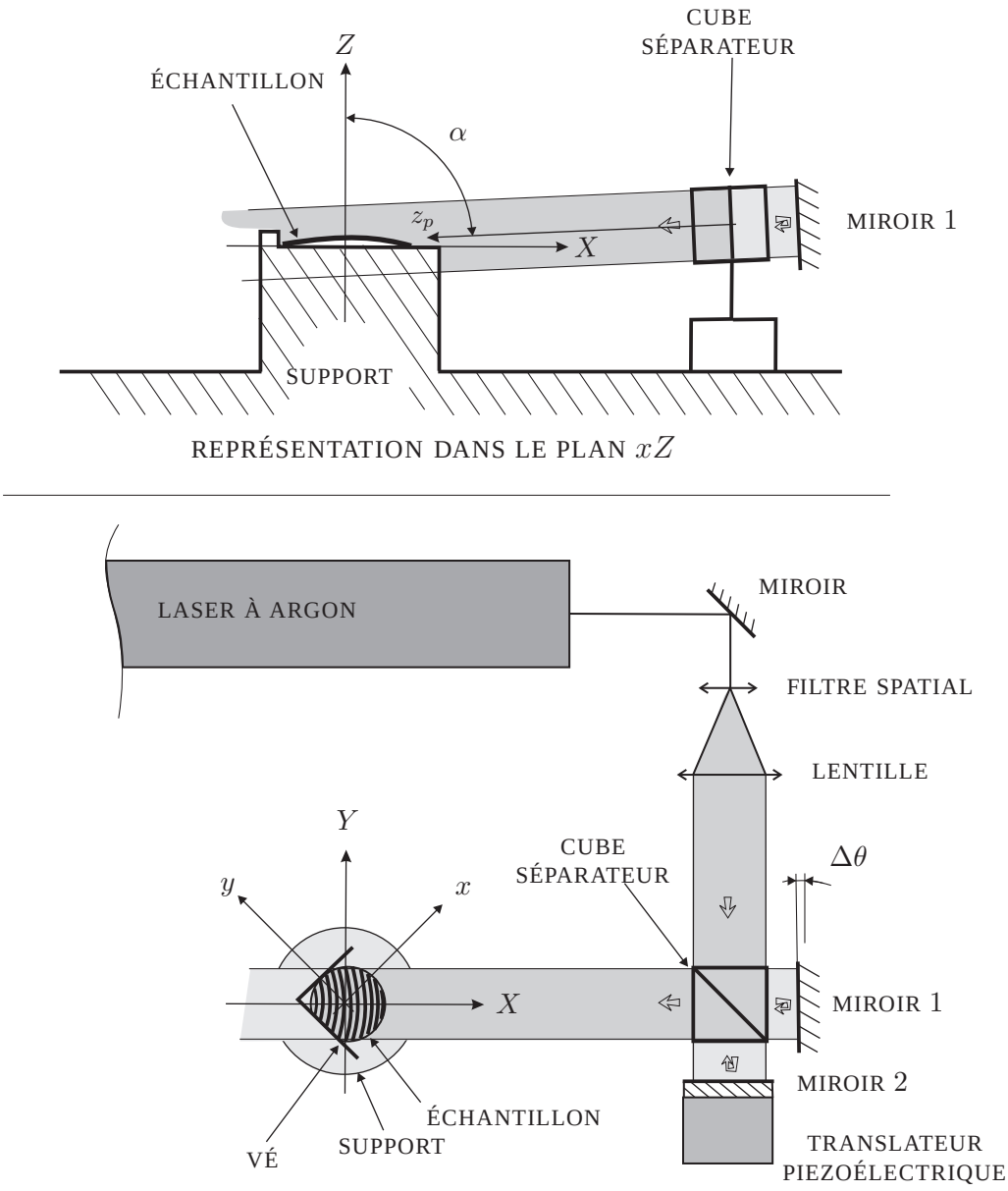



FIG. 5.5 – *Montage de projection de franges pour l'analyse de forme d'un échantillon horizontal.*

10. Voir le chapitre 3.

La figure 5.5 représente le schéma du montage optique utilisé. Les angles adoptés pour l'analyse de forme des *wafers* $SiO_2/Si$ sont : $\alpha \simeq 88^o \pm 12''$ et $\Delta\theta \simeq 0{,}2^o \pm 12''$. Le coefficient de contour, $C$, est donc voisin de $74\,\mu$m. Une vingtaine de franges est projetée sur la surface de l'échantillon.

Comme nous avons déjà indiqué, la grande dimension des *wafers* empêche la réalisation de franges rectilignes avec le matériel utilisé. On peut observer sur la figure 5.6 un exemple de franges obtenues sur une surface plane. Cette allure complique les opérations d'extraction de la

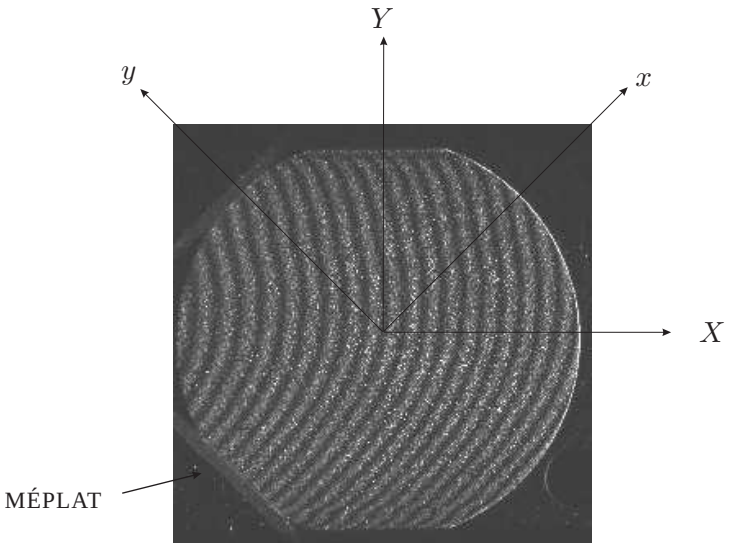



FIG. 5.6 – *Projection de franges sur un* wafer *non déformé.*

forme des échantillons. L'idéal serait de procéder par soustraction entre l'état de référence et l'état témoin. Or s'il est stable au cours d'une journée, l'interféromètre de Michelson ne l'est pas durant les quelques jours nécessaires à l'oxydation[11] des *wafers*. Les franges subissent en général une rotation dans l'image. Pour ne pas introduire de forme fictive due à cette rotation dans la topographie finale des *wafers*, nous utilisons une référence plane unique[12]. Une mesure de topographie sur chaque face de l'échantillon est effectuée à partir de cette référence. Il reste à en extraire les courbures dans le plan.

Dans le plan image, les directions dont la courbure nous intéresse sont : l'axe perpendiculaire au méplat, $x$, l'axe du méplat, $y$, et les axes orientés à $45^o$, $X$ et $Y$[13].

11. La croissance du dioxyde de silicium dure environ $8\,heures$ pour une épaisseur de 1000 nm. Ces oxydations sont lancées de nuit au Cetehor. Merci à M. Pascal Blint, Cetehor Besançon, pour son aide.

12. Il s'agit de la phase que nous avons obtenue avec un *wafer* non déformé de planéité correcte. Un miroir plan de même diamètre eu été bien sûr préférable.

13. Sur la figure 5.6 les zones tronquées des franges en haut et en bas de l'échantillon sont dues à la largeur du faisceau qui est légèrement inférieure au diamètre du *wafer*, le méplat étant situé dans le coin inférieur gauche.

## 5.3 Extraction des rayons de courbure

Nous avons souligné les importants défauts de planéité présents sur les échantillons dans leur état brut. De façon à minimiser l'influence de ces défauts, les quatre rayons de courbure sont calculés par moyenne statistique uniquement à partir de la déformée totale, $z(x,y)$[14]. Nous donnons un exemple de déformée vue de dessus sur la figure 5.7. L'écart entre chaque courbe

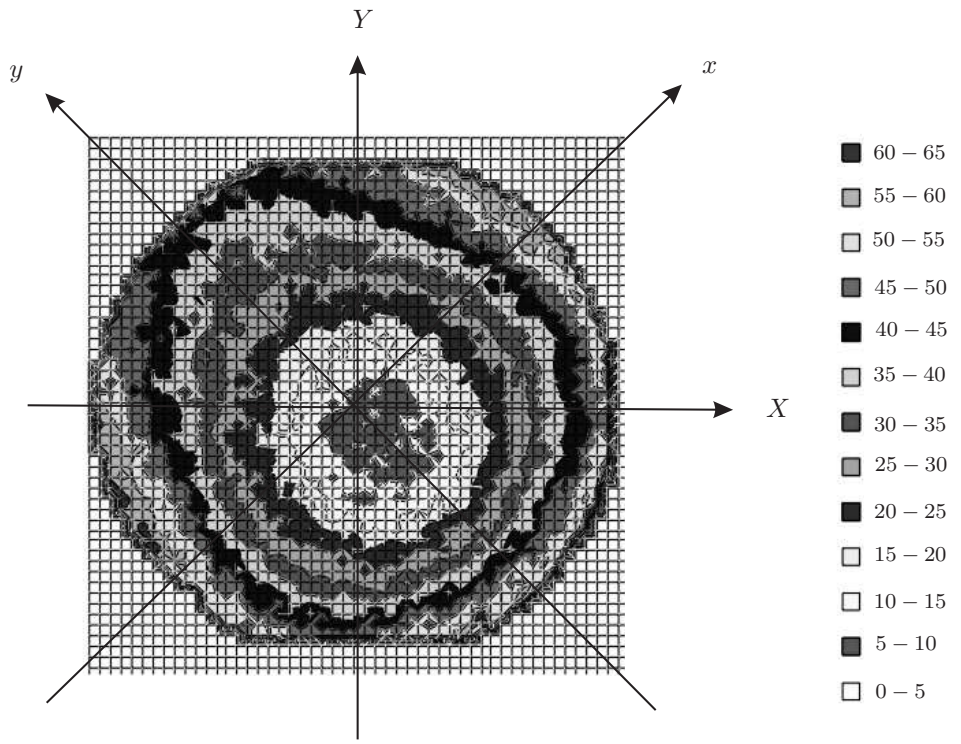



FIG. 5.7 – *Courbes de niveau observées sur un* wafer *oxydé (*$5\ \mu$*m entre chaque frange).*

de niveau est de $5\ \mu$m.

Le rayon de courbure suivant une direction choisie est calculé en adoptant un critère des moindres carrés. Le calcul comporte plusieurs étapes :

1. Élimination des points faux.
2. Redressement de l'échantillon de points. En effet, la position du *wafer* dans l'espace n'est pas contrôlée, mais son contact avec le support horizontal est logiquement assuré par trois points. La position de ces points de contact dépend de la forme du *wafer*. L'axe de symétrie des échantillons de points que nous étudions est donc en général incliné. La figure 5.7 met assez bien en évidence l'orientation d'un *wafer*. Les courbes de niveau ne sont pas centrées alors que les quatre rayons de courbure relatifs à ce *wafer* sont parfaitement

14. Autrement dit, les coupes suivant $x$ et $y$ ne sont pas utilisées pour cet essai (voir page 40).

identiques [15]. Le redressement est réalisé par rotation de l'échantillon de points d'un angle correspondant à la pente de la droite de régression linéaire calculée sur cet échantillon de points (Fig. 5.8).

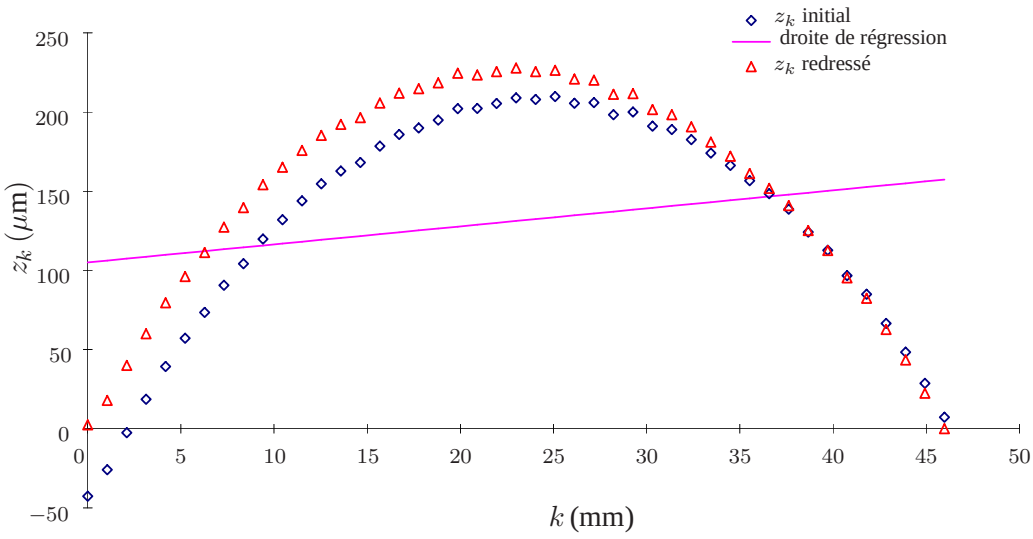



FIG. 5.8 – *Redressement d'un échantillon de points.*

3. Calcul par moindres carrés du meilleur polynôme d'ordre 2 interpolant l'échantillon de points. La figure 5.9 montre un exemple de lissage par les polynômes d'ordre 2 et d'ordre 3 [16]. On remarque que le polynôme d'ordre 3 présente un changement de sens de la courbure. Il n'est pas adapté à la déformée des *wafers*. Les tests montrent que la calotte sphérique ne l'est pas mieux. Pour preuve, les courbes de niveau de la figure 5.7 ne sont pas circulaires alors que la courbure de cet échantillon est isotrope.
4. Calcul du rayon de courbure à l'extremum de la courbe via la relation classique :

$$\boxed{\rho_k = \frac{\left(1 + {z'_k}^2\right)^{3/2}}{{z''}_k}} \quad \text{où} \quad k \quad \text{devient successivement} \quad X,x,Y \text{ et } y\,, \tag{5.5}$$

avec $\rho_k$ (m) : rayon de courbure suivant $k$,
$z'_k$ : dérivée première de $z_k$ par rapport à $k$,
$z''_k$ : dérivée seconde de $z_k$ par rapport à $k$.

5. Répétition des trois étapes précédentes, pour 7 lignes centrées sur l'échantillon, dans chaque direction d'observation (Fig. 5.10). Le rayon de courbure moyen ainsi calculé sur-

15. Il s'agit de l'échantillon N° 2, Tab. 5.2 p.72.
16. L'échantillon de points choisi est particulièrement bruité. Notons cependant que la flèche est très faible et que l'échelle du graphique est trompeuse.

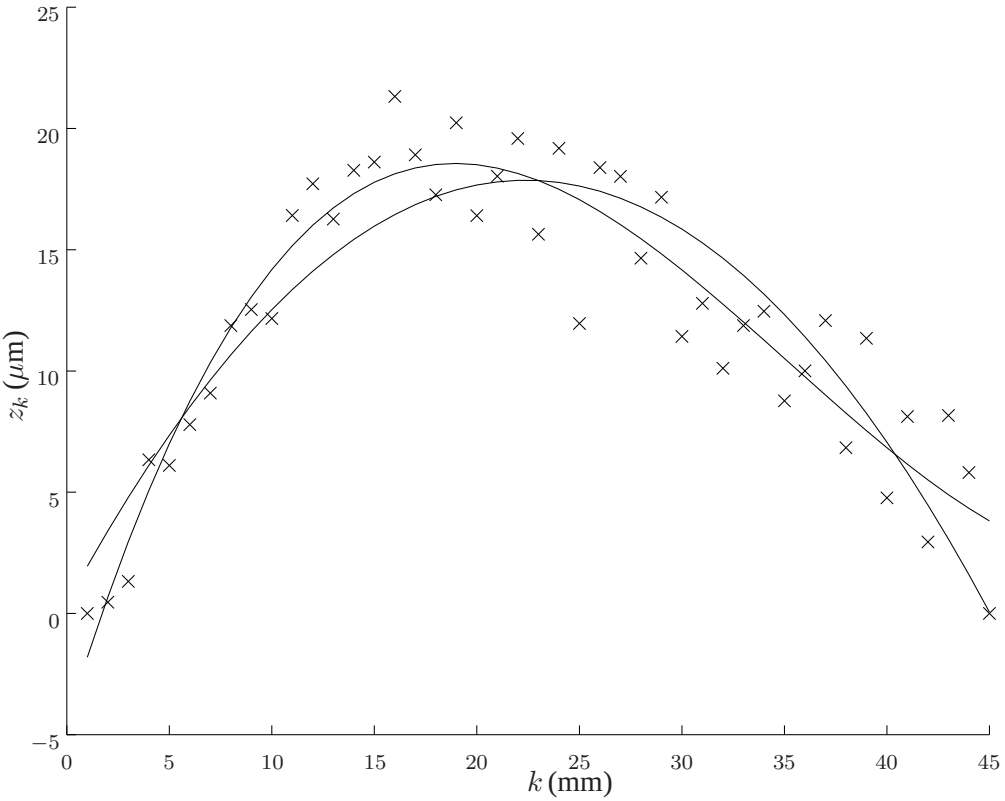



FIG. 5.9 – *Lissage d'un échantillon de points par des polynômes d'ordre 2 et d'ordre 3.*

estime légèrement le rayon de courbure réel mais l'écart est négligeable. L'expérience montre en effet que l'incertitude sur le rayon de courbure varie comme celui-ci. Or, c'est lorsque la courbure est importante que le calcul d'une valeur moyenne peut être douteuse.

6. Toute cette démarche est effectuée sur les deux faces de chaque échantillon. Les variations d'épaisseur des échantillons sont ainsi compensées. L'influence de l'orientation de l'échantillon dans l'espace est limitée.

Finalement, les rayons de courbure sont mesurés avec une précision assez correcte. En considérant l'écart type entre les $14$ rayons calculés pour chaque direction, l'incertitude sur un rayon de courbure s'étend de $\Delta\rho = 1\,\%$ pour $\rho = 1\,\mathrm{m}$ à $\Delta\rho = 15\,\%$ pour $\rho = 13\,\mathrm{m}$.

## 5.4 Estimation de la contrainte à l'interface

La contrainte résiduelle dans les bicouches $SiO_2/Si$ est principalement d'origine thermique. On peut donc, avant d'analyser les résultats expérimentaux, en estimer la valeur à l'interface par l'approche thermique habituelle. L'adhésion du film au substrat est supposée totale.

La relation reliant la contrainte thermique dans le film à la différence de coefficients de

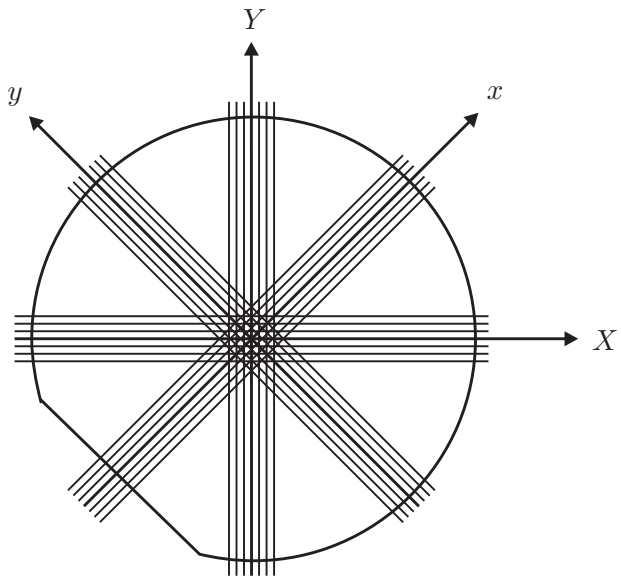



FIG. 5.10 – *Localisation des lignes où sont calculés les rayons de courbure.*

dilatation thermique s'écrit :

$$\boxed{\begin{array}{l}\sigma_{thx} = \int_{T_1}^{T_2} \frac{E_{f_x}}{1-\nu_{f_x}}(\alpha_s - \alpha_f)\, dT \\ \sigma_{thy} = \int_{T_1}^{T_2} \frac{E_{f_y}}{1-\nu_{f_y}}(\alpha_s - \alpha_f)\, dT\end{array}} \tag{5.6}$$

avec $\sigma_{thk}$ (Pa) : estimation de la contrainte thermique à l'interface suivant $k$,
$E_{f_k}$ (Pa) : module d'Young du film suivant $k$,
$\nu_{f_k}$ : coefficient de Poisson du film suivant $k$,
$\alpha_s$ ($K^{-1}$) : coefficient de dilatation thermique du substrat,
$\alpha_f$ ($K^{-1}$) : coefficient de dilatation thermique du film,
$T_1$ (K) : température de croissance du film,
$T_2$ (K) : température d'observation [17].

Dans le cas du bicouche $SiO_2/Si$, on considère le film mécaniquement isotrope. Les coefficients de dilatation sont aussi considérés isotropes et indépendants de la température, ce qui n'est en réalité pas le cas [18]. Moyennant ces hypothèses, en première approximation la contrainte s'exprime par :

$$\boxed{\sigma_{th} = Y_{bf}(\alpha_f - \alpha_s)\Delta T} \tag{5.7}$$

où $Y_{bf}$ (Pa) est le module biaxial du film et $\Delta T = T_2 - T_1$.

17. Soit la température ambiante pour les expériences réalisées.

18. Notamment, selon les *Handbook of Physics* [33], $\alpha_{Si}$ varie d'un facteur 2 entre la température ambiante et $800^o$C.

L'oxydation du *wafer* s'effectue à $1080^o$C. On trouve donc pour $\alpha_{Si} = 2{,}6 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$, $\alpha_{SiO_2} = 0{,}55 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ et $Y_{bf} = 100\,\mathrm{GPa}$, une contrainte thermique à l'interface :

$$\boxed{\sigma_{th} \simeq -217\,\mathrm{MPa}}\,. \tag{5.8}$$

Ce résultat ne donne qu'une valeur approximative de la contrainte dans le film à l'interface.

## 5.5 Résultats expérimentaux

### 5.5.1 Rayons de courbure

Nous avons oxydé trois types de *wafers* de diamètre $50{,}4\,\mathrm{mm}$. Les données du constructeur concernant les *wafers* sont :

1. *wafers* orientés $<100>$ d'épaisseur $250 \pm 25\ \mu$m ;
2. *wafers* orientés $<110>$ d'épaisseur $200 \pm 25\ \mu$m ;
3. *wafers* orientés $<100>$ d'épaisseur $70 \pm 25\ \mu$m.

La précision médiocre fournie par le constructeur nous oblige à mesurer l'épaisseur de chaque échantillon au micromètre mécanique. Les valeurs mesurées seront reportées dans le tableau 5.2 avec une incertitude de $6\mu$m [19].

Quatre épaisseurs de silice ont été choisies pour réaliser les bicouches : $330\,\mathrm{nm}$, $600\,\mathrm{nm}$, $900\,\mathrm{nm}$ et $1200\,\mathrm{nm}$. L'épaisseur de silice obtenue par oxydation n'est pas linéaire avec la durée d'oxydation. Les épaisseurs d'oxyde de $600\,\mathrm{nm}$ et $1200\,\mathrm{nm}$ sont habituelles, elles sont donc bien contrôlées. Par contre, ceci n'est pas vrai pour les deux autres épaisseurs. Les épaisseurs des films ont donc elles aussi fait l'objet d'une mesure systématique. Nous avons confronté deux méthodes optiques. Une mesure par profilométrie à deux longueur d'onde, puis une mesure par profilométrie en lumière blanche [80][81]. Les épaisseurs mesurées et la valeur moyenne retenue sont reportées dans le tableau 5.1.

TAB. 5.1 – *Épaisseur du dioxyde de silicium.*

| Épaisseur désirée (nm) | Épaisseur mesurée (nm) | | Valeur retenue (nm) |
|---|---|---|---|
| | double longueur d'onde | lumière blanche | |
| 330 | $304 \pm 12$ | $350 \pm 2$ | $330 \pm 30$ |
| 600 | $603 \pm 20$ | $585 \pm 5$ | $600 \pm 20$ |
| 900 | $836 \pm 55$ | $825 \pm 50$ | $830 \pm 55$ |
| 1200 | $1167 \pm 11$ | $1150 \pm 20$ | $1150 \pm 25$ |

Le tableau 5.2 indique les courbures mesurées suivant les quatre directions d'observation. Les échantillons sont classés selon le rapport de leurs épaisseurs : $\mathsf{r}_e = e_{substrat}/e_{film}$.

19. Cette incertitude est liée à la précision du micromètre.

TAB. 5.2 – *Rayons de courbures mesurés suivant les directions $X$, $Y$, $x$ et $y$.*

| Échantillon | | Épaisseur | | | Rayon de courbure (m) : | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Orientation | N° | $r_e$ | $e_{Si}$ ($\mu$m) | $e_{SiO_2}$ (nm) | $\rho_X$ | $\rho_x$ | $\rho_Y$ | $\rho_y$ |
| $<100>$ | 1 | 413 | 248 | 600 | $-13{,}4$ | $-14{,}1$ | $-11{,}8$ | $-10{,}9$ |
| | 2 | 299 | 248 | 830 | $-6{,}5$ | $-6{,}4$ | $-6{,}3$ | $-6{,}5$ |
| | 3 | 299 | 248 | 830 | $-9{,}3$ | $9{,}3$ | $-8{,}6$ | $-8$ |
| | 4 | 219 | 252 | 1150 | $-6{,}2$ | $-6$ | $-5{,}5$ | $-5{,}5$ |
| | 5 | 216 | 248 | 1150 | $-15{,}6$ | $-12{,}8$ | $-11{,}6$ | $-13{,}8$ |
| $<110>$ | 6 | 282 | 234 | 830 | $-8{,}3$ | $-6{,}8$ | $-8{,}7$ | $-11{,}2$ |
| | 7 | 277 | 230 | 830 | $-6$ | $-5{,}4$ | $-6{,}3$ | $-7$ |
| | 8 | 196 | 225 | 1150 | $-5{,}3$ | $-4{,}5$ | $-5{,}8$ | $-7$ |
| $<100>$ | 9 | 236 | 78 | 330 | $-2{,}9$ | $-3{,}6$ | $-2{,}6$ | $-2{,}6$ |
| | 10 | 227 | 75 | 330 | $-3{,}2$ | $-3{,}2$ | $-2{,}7$ | $-3{,}2$ |
| | 11 | 125 | 75 | 600 | $-2{,}2$ | $-1{,}8$ | $-1{,}9$ | $-2{,}4$ |
| | 12 | 117 | 75 | 600 | $-5{,}5$ | $-1{,}9$ | $-1{,}3$ | $-2$ |
| | 13 | 96 | 80 | 830 | $-1{,}2$ | $-1{,}1$ | $-1{,}2$ | $-1{,}2$ |
| | 14 | 87 | 72 | 830 | $-1{,}4$ | $-1{,}3$ | $-1{,}4$ | $-1{,}4$ |
| | 15 | 64 | 74 | 1150 | $-10{,}1$ | $-1{,}1$ | $-0{,}5$ | $-1$ |
| | 16 | 63 | 73 | 1150 | $-25{,}8$ | $-0{,}8$ | $-0{,}4$ | $-0{,}7$ |

avec pour les *wafers* $<100>$ : $X$ $[010]$, $x$ $[\bar{1}10]$, $Y$ $[\bar{1}00]$ et $y$ $[\bar{1}\bar{1}0]$
et pour les *wafers* $<110>$ : $X$ $[1\bar{1}\sqrt{2}]$, $x$ $[00\bar{1}]$, $Y$ $[\bar{1}1\sqrt{2}]$ et $y$ $[\bar{1}10]$

Deux d'entre eux présentent des particularités géométriques :

1. La surface libérée de l'échantillon N° 5 n'est pas complètement désoxydée suite à une erreur de durée d'attaque. L'épaisseur restante est estimée à $600$ nm. On peut noter une influence de cette couche surabondante sur le rayon de courbure. Il est beaucoup plus grand que pour les autres *wafers* de géométrie équivalente.
2. L'échantillon N° 9 a subi un clivage accidentel suivant la direction $y$ durant les essais. On peut noter toutefois que les rayons de courbure dans les trois directions les moins affectées sont en accord avec les résultats des échantillons d'épaisseurs équivalentes[20].

Ces deux échantillons ne seront bien sûr pas pris en compte par la suite.

Les variations du rayon de courbure selon les quatre directions d'observation sont représentées sur la figure 5.11. On note des résultats intéressants :

1. Pour tous les *wafers* $<110>$ : nous observons une anisotropie du rayon de courbure assez marquée. La forme obtenue est conforme à l'anisotropie mécanique du substrat. Les directions $[1\bar{1}\sqrt{2}]$ et $[\bar{1}1\sqrt{2}]$ possèdent en effet des coefficients d'élasticité identiques et les directions $[\bar{1}\bar{1}0]$ et $[00\bar{1}]$ possèdent des coefficients différents. On observe une res-

20. Un échantillon non répertorié ici, clivé suivant une bande centrale, confirme cette remarque.

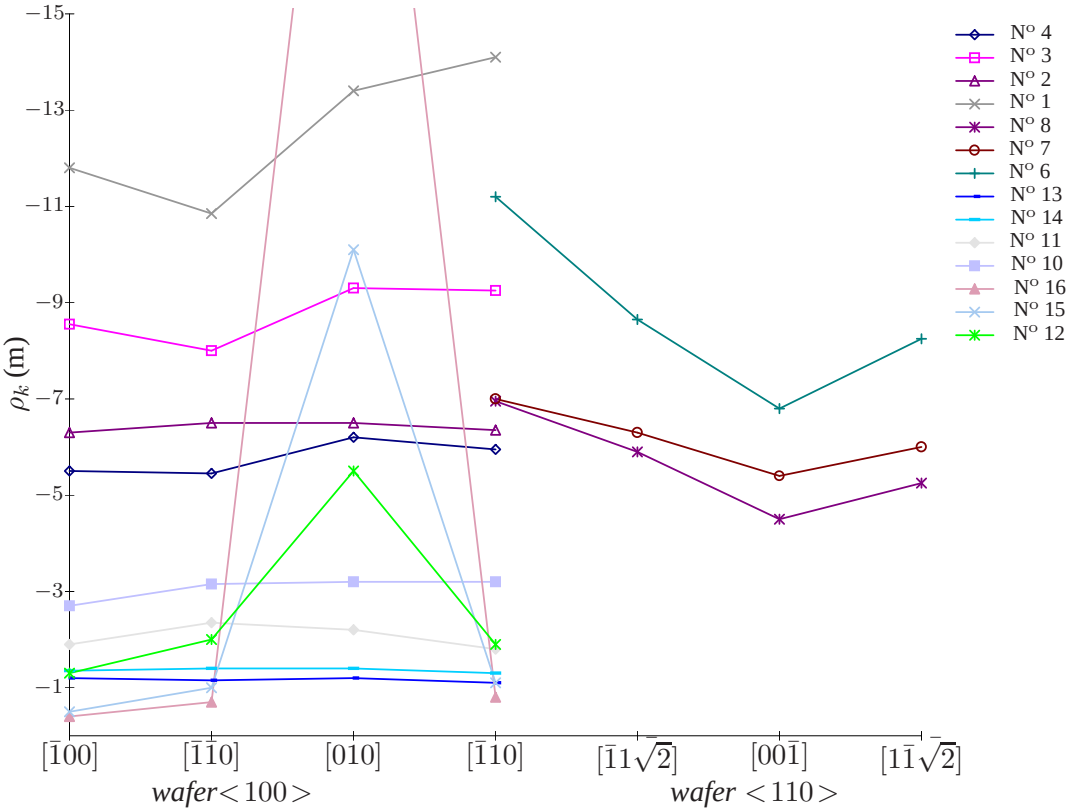



FIG. 5.11 – *Variation du rayon de courbure en fonction de la direction d'observation.*

semblance entre les variations de la courbure et les variations du module biaxial[21]. Les relations 5.2 et 5.4 expriment bien ce fait si l'on considère que la contrainte dans le film est isotrope.

2. Pour les *wafer* $<100>$ :
   - les échantillons N° 15, N° 16 et dans une moindre mesure N° 12 présentent la particularité d'avoir un grand rayon de courbure suivant une direction, ces résultats sont apparus au premier abord comme une erreur expérimentale, nous les écartons des calculs de contrainte mais nous y reviendrons par la suite ;
   - les échantillons N° 1 et N° 3 présentent aussi une anisotropie significative de la courbure ;
   - les autres échantillons présentent une courbure isotrope ; cette observation, comme pour les *wafers* $<110>$, est conforme à la dépendance des contraintes vis à vis du module biaxial[22].

21. Voir la figure 4.8 en page 57.
22. Voir la figure 4.6 en page 55.

Les cinq échantillons de forme singulière ne sont pas situés au hasard dans le tableau 5.2. Les échantillons fortement courbés suivant une direction privilégiée se situent à de faibles $r_e$ et les échantillons dont la courbure est anisotrope se situent à des $r_e$ importants.

L'anisotropie du substrat et le rapport des épaisseurs sont donc bien des critères importants dans l'étude mécanique des bicouches. La courbure n'est pas toujours triviale malgré une géométrie simple des échantillons.

Masters et al. ont démontré que la courbure d'une plaque bicouche ne varie linéairement avec la contrainte que pour de faibles contraintes [82]. Ils adoptent une modélisation basée sur la théorie des plaques par minimisation de l'énergie élastique interne du système bicouche en adoptant le modèle de Kirchhoff : « Pour une structure mince, les sections restent droites, les normales sont conservées et, l'influence des cisaillements transverses est négligeable »[23].

La déformée est simulée par une fonction polaire du second ordre en $x$ et en $y$ :

$$\boxed{z(x,y) = \tfrac{1}{2}(ax^2 + by^2)} \tag{5.9}$$

où $a$ et $b$ sont des inconnues.

En fonction de $a$ et $b$, l'échantillon admet plusieurs déformées :

- si $a = b$, il s'agit d'une calotte sphérique ;
- si $a = -b$, il s'agit d'une selle ;
- si $a = 0$ où $b = 0$, il s'agit d'une forme cylindrique de révolution.

Toute les formes intermédiaires sont permises. Entre autres, si $a$ et $b$ sont différents mais de même signe, la plaque adopte une déformée en calotte d'ellipsoïde de révolution. On peut en principe, à partir de la forme mesurée, déterminer les contraintes internes au bicouche.

Les déformées que nous observons répondent parfaitement à cette théorie.

- Les *wafers* N° 1 et N° 3 adoptent la forme ellipsoïdale. On peut supposer que lorsque la contrainte est trop importante dans le film, la forme de calotte sphérique ne répond plus au critère d'énergie élastique minimale.
- Les *wafers* N° 12, N° 15 et N° 16 ont une forme se rapprochant d'une plaque cylindrique. Ceci est plus étonnant. Comment expliquer en effet que la contrainte soit importante dans ces échantillons alors que les échantillons de géométrie identique présente une courbure isotrope de rayon important ? Il semble logique qu'un taux de contraintes important introduise une déformation importante !

En outre, selon les résultats de Masters et al., les relations linéaires du type de la formule de Stoney ne permettent de relier la contrainte dans le film à la courbure de l'échantillon que pour de faibles taux de contraintes [82]. Notons que ces résultats sont obtenus pour un bicouche de forme carrée, dont le film et le substrat sont parfaitement isotropes.

Pour un échantillon circulaire de substrat anisotrope, une solution analytique existe peut-être mais nous ne l'avons pas développée.

23. L'équivalent en théorie des poutres est le modèle de Euler-Navier-Bernouilli.

### 5.5.2 Estimation de la contrainte résiduelle

En écartant les échantillons de formes singulières, les relations 5.4 permettent de faire une estimation de la valeur de la contrainte dans le film. Les coefficients élastiques utilisés sont tirés des figures 4.6 et 4.8. Les résultats sont reportés dans le tableau 5.3. Notons que le calcul des contraintes moyennes par la relation 5.3 ne modifie pas les résultats. Le film peut donc être considéré mince par rapport au substrat.

TAB. 5.3 – *Contrainte thermique moyenne dans le film suivant les directions $X$, $Y$, $x$ et $y$.*

| Échantillon | | Épaisseurs | | | Contrainte thermique (MPa) : | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Orientation | N° | $r_e$ | $e_{Si}$ ($\mu$m) | $e_{SiO_2}$ (nm) | $\sigma_{f_X}$ | $\sigma_{f_x}$ | $\sigma_{f_Y}$ | $\sigma_{f_y}$ |
| $<100>$ | 1 | 413 | 248 | 600 | $-237$ | $-223$ | $-254$ | $-281$ |
| | 2 | 299 | 248 | 830 | $-345$ | $-351$ | $-351$ | $-344$ |
| | 3 | 299 | 248 | 830 | $-244$ | $-243$ | $-256$ | $-277$ |
| | 4 | 219 | 252 | 1150 | $-275$ | $-281$ | $-294$ | $-304$ |
| $<110>$ | 6 | 282 | 234 | 830 | $-284$ | $-285$ | $-274$ | $-269$ |
| | 7 | 277 | 230 | 830 | $-377$ | $-364$ | $-364$ | $-388$ |
| | 8 | 196 | 225 | 1150 | $-295$ | $-291$ | $-271$ | $-284$ |
| $<100>$ | 10 | 227 | 75 | 330 | $-166$ | $-161$ | $-183$ | $-163$ |
| | 11 | 125 | 75 | 600 | $-132$ | $-155$ | $-144$ | $-122$ |
| | 13 | 96 | 80 | 830 | $-193$ | $-211$ | $-193$ | $-202$ |
| | 14 | 87 | 72 | 830 | $-135$ | $-144$ | $-138$ | $-135$ |

où pour les *wafers* $<100>$ : $X$ $[010]$, $Y$ $[\bar{1}00]$, $E_X = E_Y = 130$ GPa, $\nu_X = \nu_Y = 0{,}278$,
et $x$ $[\bar{1}10]$, $y$ $[\bar{1}\bar{1}0]$, $E_x = E_y = 169$ GPa, $\nu_x = \nu_y = 0{,}064$ ;
et pour les *wafers* $<110>$ : $X$ $[1\bar{1}\sqrt{2}]$, $Y$ $[\bar{1}1\sqrt{2}]$, $E_X = E_Y = 183$ GPa, $\nu_X = \nu_Y = 0{,}148$,
et $x$ $[00\bar{1}]$, $E_x = 130$ GPa, $\nu_x = 0{,}278$,
et $y$ $[\bar{1}10]$, $E_y = 169$ GPa, $\nu_y = 0{,}362$.

Sur la figure 5.12, chaque groupe de croix et de triangles représente la contrainte mesurée suivant les quatre directions d'observation. La contrainte semble isotrope quelque soit l'orientation des *wafers*. L'anisotropie de la courbure est donc correctement prise en compte par les relations 5.4, ce qui était prévu par l'analyse des courbures. Notons que la relation 5.2 donne des résultats assez voisins non communiqués ici. Ils sont légèrement plus faibles et plus dispersés que ceux présentés dans le tableau 5.3[24].

La contrainte thermique moyenne dans le film est tracée en fonction du rapport des épaisseurs (Fig. 5.12). La contrainte à l'interface estimée par analyse thermique figure sous la forme d'un trait horizontal. Concernant les *wafers* $<100>$, on observe que l'amplitude de la contrainte est une fonction croissante de $r_e$. Concernant les *wafers* $<110>$, le nombre d'échantillons est insuffisant pour tirer la même conclusion. Deux calculs effectués par la méthode des Éléments

24. Particulièrement en ce qui concerne les *wafers* $<110>$.

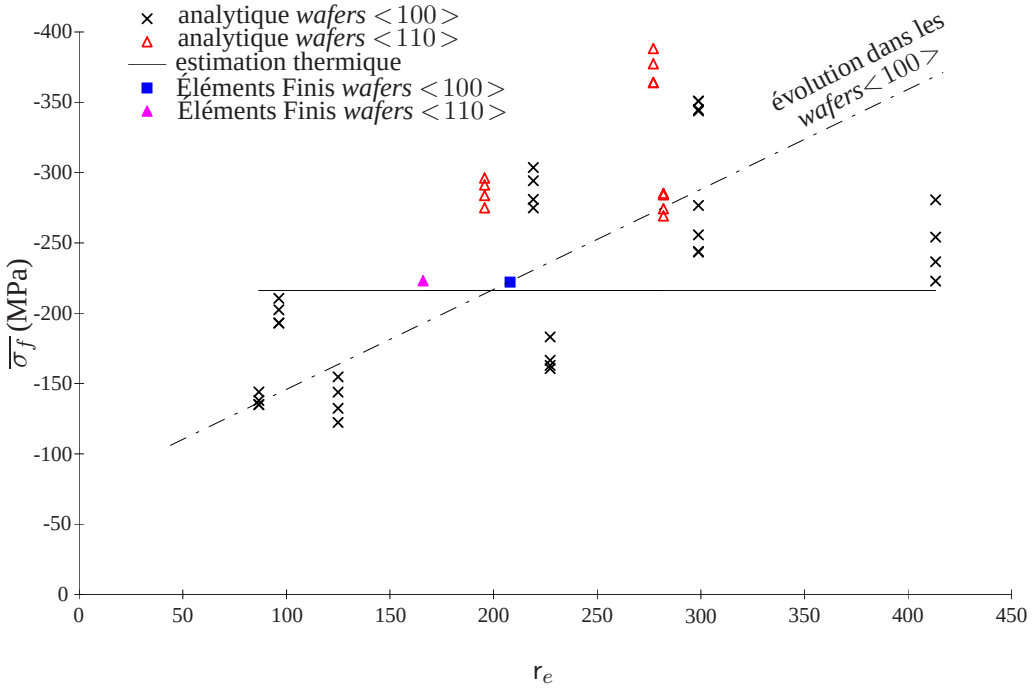



FIG. 5.12 – *Contrainte résiduelle moyenne dans le film en fonction du rapport des épaisseurs.*

Finis s'inscrivent cependant totalement dans ces observations expérimentales. Les résultats obtenus sont :

$$\boxed{\begin{array}{l} \textit{wafer} \ <100> \ , \mathsf{r}_e = 208 \ : \sigma_{f_{rr}} = \sigma_{f_{\theta\theta}} \simeq -222\,\text{MPa} \\ \textit{wafer} \ <110> \ , \mathsf{r}_e = 166 \ : \sigma_{f_{rr}} = \sigma_{f_{\theta\theta}} \simeq -223\,\text{MPa} \end{array}} \ . \tag{5.10}$$

Les résultats expérimentaux et le calcul tendent à prouver que la contrainte résiduelle dans le film est plus élevée pour les *wafers* $<110>$ que pour les *wafers* $<100>$. La plus grande rigidité des *wafers* $<110>$ peut expliquer ce fait[25]. Il serait intéressant de vérifier cette hypothèse par mesure sur des *wafers* qui sont encore plus rigides.

## 5.6 Bilan de la première étude

Partant d'une forme géométrique simple, nous avons mesuré la contrainte thermique dans le film d'un bicouche $SiO_2/Si$. Il s'avère rapidement qu'on ne peut ignorer l'anisotropie mécanique du substrat. La relation *contrainte/courbure* utilisée intègre donc les courbures de l'échantillon suivant des axes orthogonaux.

Les analyses de forme montrent que la déformée des plaques bicouches adoptent des configurations instables selon le taux de contraintes dans le film et selon le rapport des épaisseurs

25. M. Alain Bosseboeuf, rapporteur du mémoire, évoque aussi l'influence de la densité de la silice qui est fonction de l'orientation cristallographique du substrat.

*substrat/film*. Les méthodes de mesure de la flèche au centre géométrique d'un échantillon de type plaque sont donc à utiliser avec précaution.

Les relations de Jou et Hsu [64] valables pour des courbures anisotropes dues à de faibles contraintes résiduelles permettent de faire une estimation de la contrainte moyenne dans le film. La contrainte mesurée semble isotrope et fonction du rapport des épaisseurs, $\mathsf{r}_e$. Un calcul par la méthode des Éléments Finis tend à confirmer ces résultats.

Pour le *wafer* bicouche $SiO_2/Si$, avec un substrat orienté $<100>$, nous retenons les valeurs suivantes :

$$\boxed{-350 << \overline{\sigma_f}\,(\text{MPa}) << -150 \quad \text{pour} \quad 400 >> \mathsf{r}_e >> 150}\,. \tag{5.11}$$

L'extrapolation de ces résultats au cas du *wafer* bicouche $SiO_2/Si$ dont le substrat est orienté $<110>$ nous permet d'émettre l'hypothèse que la contrainte résiduelle dans le film y est légèrement plus élevée $(\sim 30\,MPa)$. Cette hypothèse est motivée par quelques résultats expérimentaux, par un calcul par la méthode des Éléments Finis et par la connaissance de la rigidité des *wafers* selon leur orientation cristallographique. Ceci est par ailleurs prévu par les modèles de calcul des contraintes au voisinage du bord d'un film fini lié à un substrat [14].

Ces valeurs sont compatibles avec l'approche thermique habituelle qui donne :

$$\boxed{\sigma_{th} \simeq -217\,\text{MPa}}\,. \tag{5.12}$$

Ce chapitre ne constitue qu'une introduction à la mesure des contraintes résiduelles dans les bicouches *film mince/substrat anisotrope* à bords libres. Les résultats quantitatifs sont donnés en première approximation. La théorie qui en découle n'a pas été abordée.

C'est principalement du point de vue de l'observation des formes rencontrées que les résultats obtenus nous paraissent intéressants. À l'instar de celui-ci, le prochain chapitre sera basé exclusivement sur l'observation des déformées. Les membranes de contour encastré montre en effet rarement des formes simples.

# Chapitre 6

# 2e étude : membrane comprimée aux bords encastrés

Nous cherchons par cet essai à développer un outil permettant de quantifier une contrainte résiduelle de compression, non pas par un essai spécifique avec des éprouvettes de géométrie fixée, mais plutôt à l'aide de la structure membranaire elle même. Dans le cas que nous décrivons, les membranes se trouvent être aussi des éprouvettes. On retrouve ce type de structure dans de nombreuses applications [8]. Les membranes choisies sont des bicouches $SiO_2/Si$ aux bords encastrés.

## 6.1 Étude préalable et hypothèses de départ

Rappelons que le choix de cette étude vient de résultats expérimentaux observés antérieurement à ce travail [1]. C'est en laissant la couche d'oxyde sur des membranes bicouches que des formes singulières $SiO_2/Si$ ont pu être observées. Les échantillons se présentent suivant trois types de dimensions[1] :

1. $3{,}47 \times 3{,}47\,\text{mm}^2$ ;
2. $3{,}47 \times 7{,}47\,\text{mm}^2$ ;
3. $1{,}47 \times 7{,}47\,\text{mm}^2$.

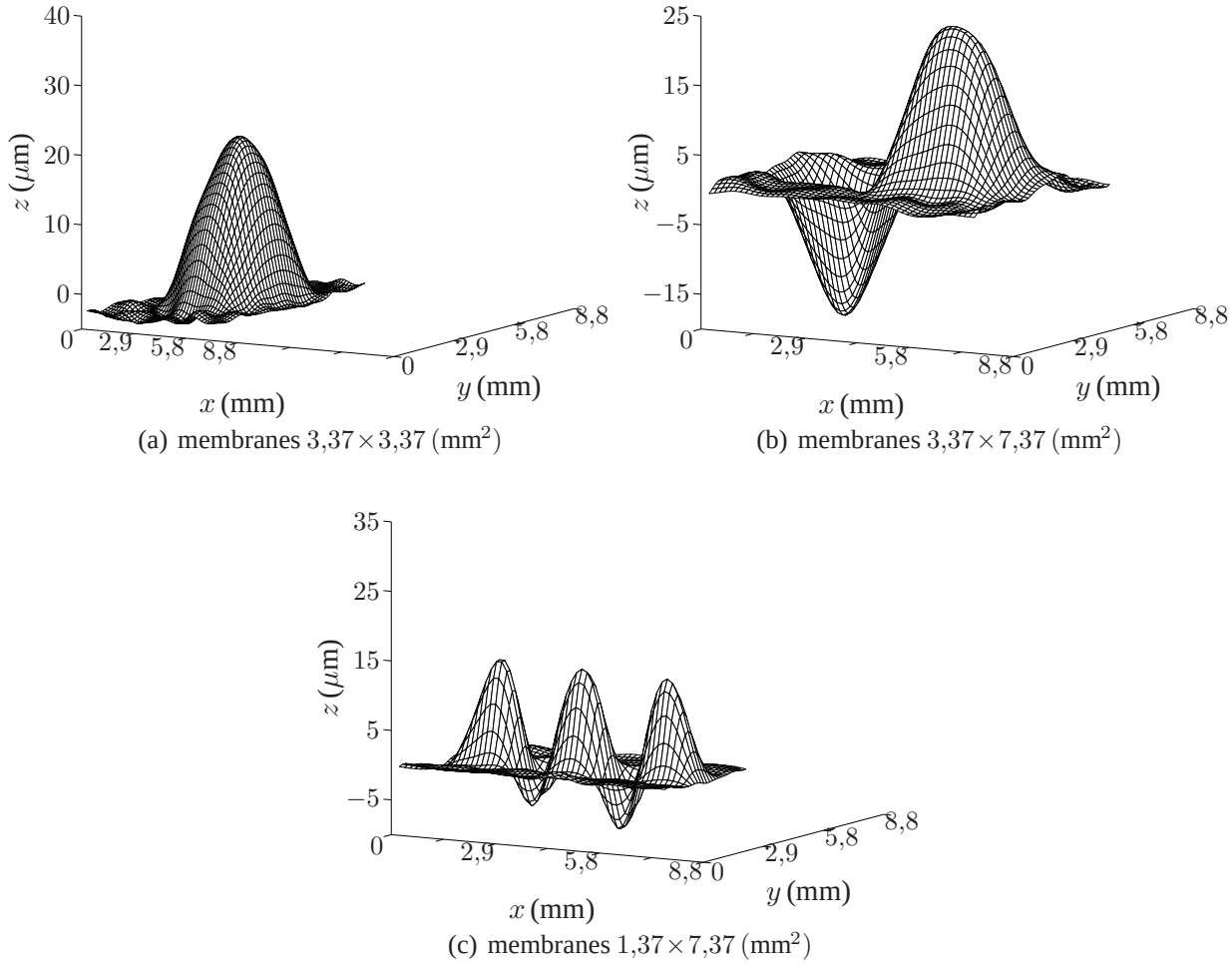
Tous les échantillons ont été usinés dans des *wafers* $<100>$.

L'analyse de la forme de ces échantillons a introduit au sein de notre équipe de recherche des débats intéressants. Les membranes $3{,}5 \times 3{,}5$ présentent une déflexion. Les membranes $3{,}5 \times 7{,}5$ présentent deux déflexions alternées : l'une suivant les $z$ positifs et l'autre suivant les $z$ négatifs[2]. Puis les membranes de $1{,}5 \times 7{,}5$ présentent cinq déflexions alternées. La figure 6.1 donne une reconstruction tridimensionnelle de ces déformées[3]. Un concours de circonstances a provoqué

1. Nous les appellerons respectivement $3{,}5 \times 3{,}5$ ; $3{,}5 \times 7{,}5$ et $1{,}5 \times 7{,}5$ pour alléger les notations.

2. L'axe $z$ étant défini comme l'axe de la caméra donc l'axe normal à l'échantillon.

3. Précisons que toutes les reconstructions tridimensionnelles proposées dans le présent chapitre ont fait l'objet d'un filtrage FFT *ad hoc* du type de celui présenté au chapitre 3.3 pour améliorer leur lisibilité.




(a) membranes $3{,}37 \times 3{,}37\ (\text{mm}^2)$

(b) membranes $3{,}37 \times 7{,}37\ (\text{mm}^2)$

(c) membranes $1{,}37 \times 7{,}37\ (\text{mm}^2)$

FIG. 6.1 – *Forme des membranes sous contrainte thermique, observation initiale.*

une erreur d'interprétation des déformées obtenues et donné lieu à des résultats erronés [1]. La démarche et les résultats trouvés alors sont rappelés dans les cinq paragraphes qui suivent. Ces paragraphes ne figurent ici que dans le but d'introduire l'origine de l'étude, le calcul des contraintes présenté étant incorrect.

Il est tout d'abord intuitif de penser que ces formes trouvent leur origine dans les contraintes thermiques. En effet, les membranes sont de structure identique aux *wafers* bicouches étudiés au chapitre précédent. Le seul procédé supplémentaire utilisé est l'usinage chimique expliqué au chapitre 2.2.2. C'est naturellement cette intuition qui a guidé la suite de la démarche.

Cette intuition nous a poussé à faire une estimation du taux de contrainte à l'interface par l'analyse thermique que nous avons présentée au paragraphe 5.4. Une mauvaise estimation du

coefficient de dilatation thermique de la silice[4] a alors permis d'envisager une contrainte thermique de $85 \pm 28$ MPa dans le film. On peut noter que, d'après les coefficients de dilatation retenus, le film devrait être en tension (Fig. 2.2, p. 24). Il s'avère que pour les membranes carrées, le sens de la déflexion indique une forme convexe, c'est à dire un film sous compression[5]. La contrainte mesurée devrait donc être négative.

Un autre détail intéressant vient de l'égalité des flèches entre les trois types de membranes pour une épaisseur et une largeur données. Ajoutons à cela la remarque suivante : le rapport *longueur/largeur*, $\mathsf{r}_l = b/a$, des trois types de membranes conditionne le nombre de déflexions. En effet lorsque $\mathsf{r}_l = 1$, il n'y a qu'une déflexion. Lorsque $\mathsf{r}_l \simeq 2$, il y a deux déflexions. Et lorsque $\mathsf{r}_l \simeq 5$, il y a cinq déflexions. On en vient alors à imaginer pouvoir mesurer la contrainte thermique via la flèche et les relations 5.2. On met ici en évidence une remarque énoncée au paragraphe 5.1.1 sur le danger d'utiliser les relations *courbure/contrainte* qui prennent en compte la flèche plutôt que le rayon de courbure. Les valeurs de contraintes calculées de cette manière sont reportées dans le tableau 6.1.

TAB. 6.1 – *Estimation initiale des contraintes thermiques dans les membranes bicouches* $SiO_2/Si$.

| Échantillon | | Épaisseurs | | Résultat |
|---|---|---|---|---|
| Taille (mm$^2$) | Nombre | $e_{Si}$ ($\mu$m) | $e_{SiO_2}$ (nm) | $\sigma_f$ (MPa) |
| | 2 | 15 | 520 | $115 \pm 6$ |
| 3,47×3,47 | 3 | 10 | 520 | $83 \pm 4$ |
| $\mathsf{r}_l = 1$ | 2 | 6,5 | 520 | $44 \pm 2$ |
| | 2 | 4 | 520 | $25 \pm 3$ |
| | 1 | 20 | 520 | $50 \pm 10$ |
| | 2 | 15 | 520 | $64 \pm 3$ |
| 3,47×7,47 | 2 | 11 | 520 | $81 \pm 3$ |
| $\mathsf{r}_l = 2$ | 1 | 10 | 520 | $72 \pm 2$ |
| | 1 | 10 | 100 | $70 \pm 10$ |
| | 4 | 5,5 | 100 | $92 \pm 9$ |
| 1,47×7,47 | 2 | 10 | 520 | $78 \pm 10$ |
| $\mathsf{r}_l = 5$ | 1 | 6 | 520 | $79 \pm 3$ |
| | 1 | 3 | 520 | rupture |

On peut noter d'emblée que les valeurs sont assez cohérentes. Si l'on écarte les valeurs obtenues pour les membranes les plus fines, on peut retenir une valeur moyenne correctement encadrée. Ceci conduit à une contrainte de $80 \pm 20$ MPa[6]. Cette valeur est tout à fait en accord

4. La valeur retenue à l'époque était $\alpha_{SiO_2} = 3{,}9 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$, donc supérieure à celle du silicium, alors que nous adoptons maintenant $\alpha_{SiO_2} = 0{,}6 \cdot 10^{-6}\,\mathrm{K}^{-1}$ après recoupement de différentes sources.

5. Tout au moins dans le cas d'un échantillon bicouche de contour libre.

6. Notons que le sens des déflexions n'est pas pris en compte dans ces résultats et que la contrainte mesurée est définie par défaut positive.

avec le résultat que nous évoquions ci-avant. Ainsi est née une erreur que l'on peut résumer ainsi : « on peut mesurer une contrainte thermique dans une membrane bicouche aux bords encastrés à l'aide d'une relation du type de la formule de Stoney ».

Le rapport $r_l$ nous a alors permis de proposer l'hypothèse suivante : « Dans une membrane soumise à une contrainte thermique, la courbure est fonction du taux de contrainte. Pour une contrainte donnée, la membrane prend la forme qui permet d'assurer un rayon de courbure en accord avec celle-ci suivant chaque direction. La membrane présente alors plusieurs déflexions dont le nombre, suivant $x$ et suivant $y$, correspond au nombre fractionnel $r_l$ ». Ce modèle prend bien en compte les résultats trouvés jusqu'alors.

Le premier élément qui nous a fait réviser cette idée vient de l'erreur commise sur le coefficient de dilatation thermique de la silice générée par oxydation thermique[7]. Plusieurs références nous ont permis de lever le doute à ce sujet [75][19][83][13]. Le coefficient de dilatation thermique de la silice est nettement inférieur à celui du silicium. Le film de silice, dans un bicouche $SiO_2/Si$ est en compression, non en tension.

Le second élément réside dans l'impossibilité d'expliquer un résultat expérimental : le sens de la courbure des déflexions dans les membranes. Avec le modèle utilisé, un changement de sens de la courbure viendrait d'un changement de sens de la contrainte résiduelle. Dans une même membrane, le film passerait d'un état de tension à un état de compression puis, se retrouverait de nouveau dans un état de tension. L'origine même de la contrainte résiduelle dans le bicouche $SiO_2/Si$ n'autorise pas ce résultat. Le film passe peut-être d'un état de compression à un état de tension (Fig. 6.2), mais la contrainte thermique n'est pas seule en cause.

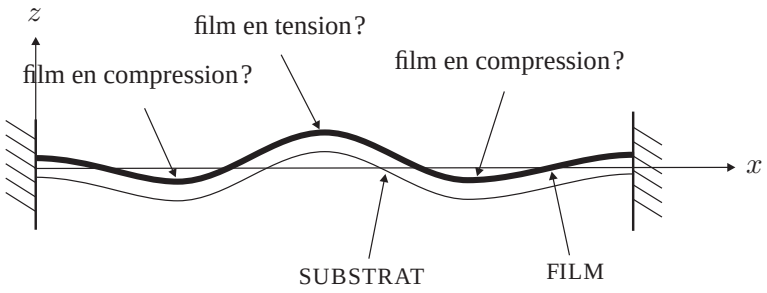



FIG. 6.2 – *État des contraintes internes dans le film d'un bicouche en compression.*

Enfin, une étude plus pointue de l'origine des formules de type Stoney montre que les conditions aux limites utilisées dans ces modèles ne sont pas du tout compatibles avec une membrane aux bords encastrés (§5.1.2). Même dans le cas de très petites flèches, la courbure ne dépend pas uniquement de la contrainte mais surtout des conditions aux limites sur son pourtour.

Nous avons donc décidé de lancer une nouvelle campagne d'analyses de forme de membranes bicouches avec des dimensions moins singulières. Pour ces membranes, le rapport $r_l$ n'est pas entier de façon à vérifier la validité de l'hypothèse d'égalité du rayon de courbure.

7. Que l'on appelle parfois « silice thermique ».

## 6.2 Montage expérimental

Le montage expérimental est représenté sur la figure 6.3. Les angles adoptés pour l'analyse de forme des membranes bicouches $SiO_2/Si$ sont : $\alpha \simeq 87^o \pm 1'$ et $\delta\theta \simeq 0{,}4^o \pm 12''$. Le coefficient de contour, $C$, est donc voisin de $37\,\mu$m. Une dizaine de franges est projetée à la surface de l'échantillon.

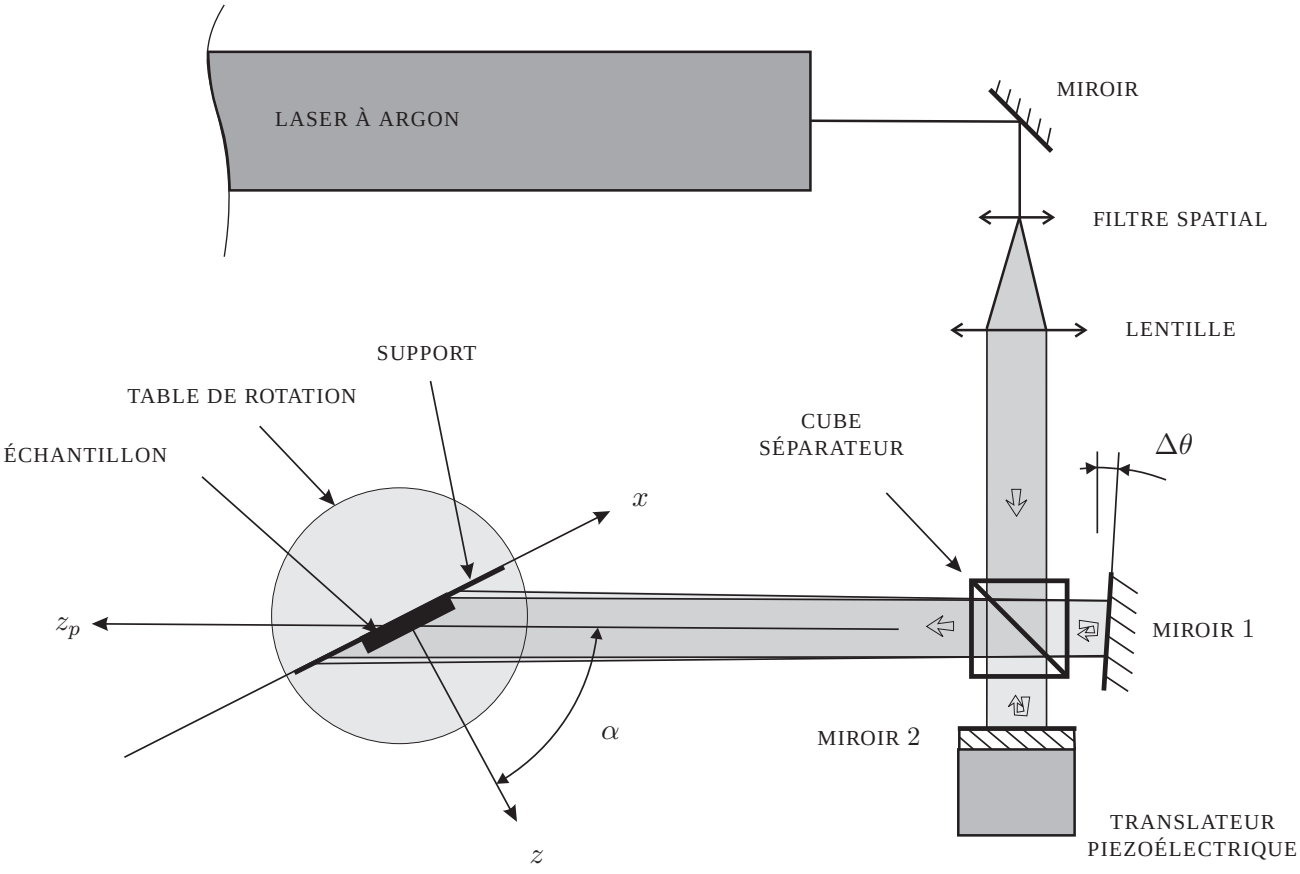



FIG. 6.3 – *Montage de projection de franges pour l'analyse de forme d'un échantillon vertical.*

## 6.3 Résultats expérimentaux

### 6.3.1 Membranes de rapport *longueur/largeur* non entier

Nous avons choisi cinq dimensions de membranes pour cette étude[8] :

1. $3\times8\,\text{mm}^2$, $\mathsf{r}_l = 8/3$ ;

8. Merci à Vincent Ambruster et Chii-Chang Chen, L.O.P.M.D, pour leur aide dans le dessin des masques ; merci à Jean-Claude Renaud, I.M.F.C, pour la réalisation des masques ; merci à Christian Bonjour et William

2. $5\times8\,\text{mm}^2$, $\mathsf{r}_l = 8/5$ ;
3. $6\times8\,\text{mm}^2$, $\mathsf{r}_l = 4/3$ ;
4. $4\times5\,\text{mm}^2$, $\mathsf{r}_l = 5/4$ ;
5. $4\times6\,\text{mm}^2$, $\mathsf{r}_l = 3/2$.

La figure 6.4 représente ces membranes gravées dans un même *wafer*. Toutes les membranes

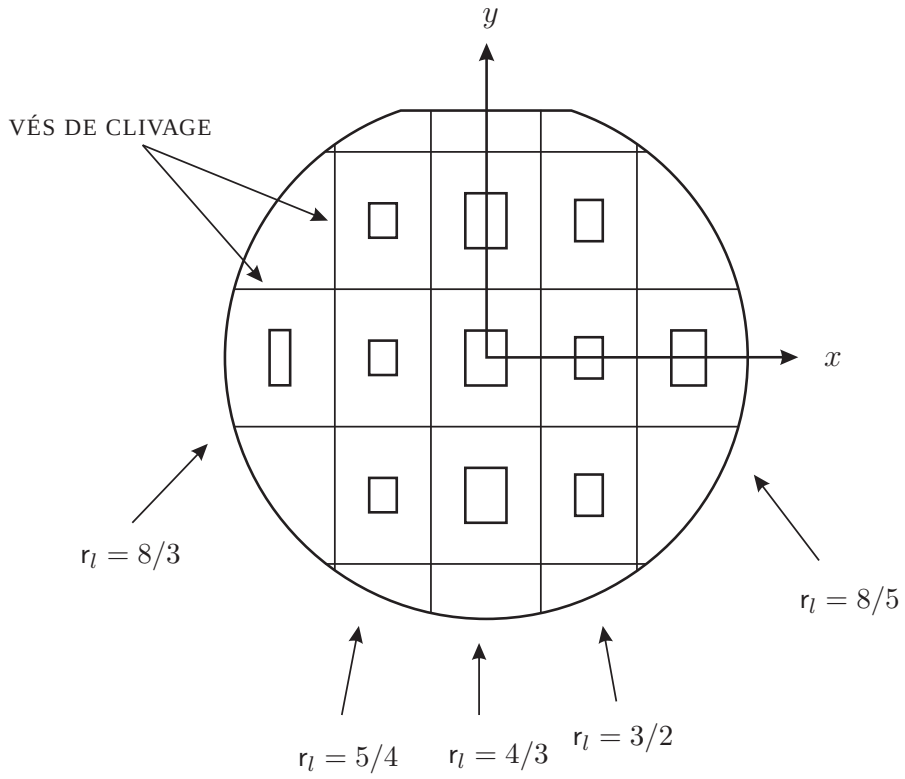



FIG. 6.4 – *Position des membranes dans un* wafer.

d'un *wafer* font les mêmes épaisseurs de silicium et de silice. L'épaisseur de silice avant attaque du silicium est déterminée par la vitesse d'oxydation. L'épaisseur de silicium est déterminée par la durée de l'attaque[9].

La faible vitesse d'attaque des plans $< 111 >$ impose un angle d'attaque de $54{,}7^o$. Cette propriété permet d'usiner des vés de clivage aidant à la séparation des échantillons[10] (Fig. 6.5).

L'épaisseur de silice après oxydation est contrôlée grâce à la couleur de la face oxydée vue à la lumière du jour [84]. Nous disposons ainsi de quatre gammes d'épaisseurs :

– gamme 9 : $e_{Si} = 8\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 890\,$nm ;

Daniau, I.M.F.C, pour leur aide dans les opérations de masquage et merci à Pascal Blint, Cetehor, pour les usinages chimiques.

9. En connaissant les vitesses d'attaque des différents plans cristallins.

10. Dans le cas d'essais de gonflement de membrane de silicium monocristallin, la pente est à prendre en considération dans le calcul des contraintes. En effet le cadre se déforme au voisinage de l'encastrement.

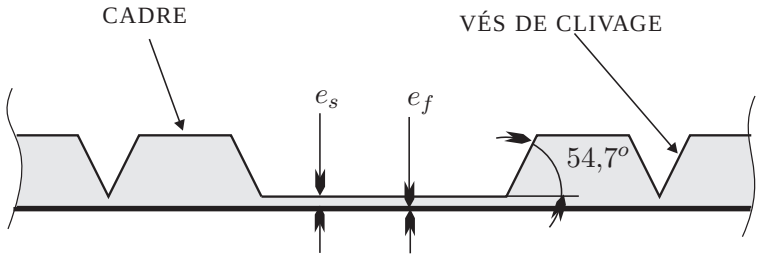



FIG. 6.5 – *Profil des membranes usinées dans un* wafer $<100>$.

- gamme 13 : $e_{Si} = 12\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 860$ nm ;
- gamme 16 : $e_{Si} = 15\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm ;
- gamme 21 : $e_{Si} = 20\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm.

Une première observation visuelle permet de noter quelques détails. Parmi les $44$ échantillons usinés, $14$ étaient percés dès la fin de la gravure. La gamme 9 comporte $5$ échantillons percés. La gamme 13 comporte $6$ échantillons percés. La gamme 16 comporte $2$ échantillons percés et un échantillon plan[11]. La gamme 21 comporte un échantillon percé, et un seul échantillon non plan. Trois échantillons ont de plus été cassés durant les essais.

L'analyse de forme des ces échantillons a donnée lieu aux résultats figurant dans les tableaux 6.2 et 6.3. Ces résultats sont classés par taille et par gamme d'épaisseur. Les échantillons per-

TAB. 6.2 – *Déflexions observées sur les membranes d'épaisseur* $21\,\mu$*m et* $16\,\mu$*m.*

| Échantillon | | gamme 21 | | gamme 16 | |
|---|---|---|---|---|---|
| Taille | N° | $e_{Si} = 20\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm | | $e_{Si} = 15\,\mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm | |
| (mm$^2$) | | observations | flèche(s) ($\mu$m) | observations | flèche(s) ($\mu$m) |
| $3\times8$ | 1 | que du bruit $\diamondsuit$ | | 2 alternées | $+3/-3$ |
| $5\times8$ | 2 | 1 pointue | $+12$ | 1 $\diamondsuit$ | $+17$ |
| $6\times8$ | 3 | que du bruit | | 1 | $+17$ |
| | 4 | que du bruit | | 1 $\diamondsuit$ | $+21$ |
| | 5 | que du bruit | | 1 | $+19$ |
| $4\times5$ | 6 | que du bruit | | 1 | $+2$ |
| | 7 | que du bruit | | 1 pointue | $+6$ |
| | 8 | que du bruit | | 1 | $+6$ |
| $10\times6$ | 9 | que du bruit | | 1 pointue | $+12$ |
| | 10 | que du bruit | | 1 | $+11$ |
| | 11 | que du bruit | | 1 très bruitée | $+3$ |

11. Il est relativement aisé, par réflexion d'une source lumineuse sur la surface d'une membrane, de savoir si celle-ci est plane ou courbe.

TAB. 6.3 – *Déflexions observées sur les membranes d'épaisseur* $13\ \mu m$ *et* $9\ \mu m$.

| Échantillon Taille ($mm^2$) | N° | gamme 13 $e_{Si} = 12\ \mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm observations | flèche(s) ($\mu$m) | gamme 9 $e_{Si} = 8\ \mu$m, $e_{SiO_2} = 920$ nm observations | flèche(s) ($\mu$m) |
|---|---|---|---|---|---|
| $3\times8$ | 1 | 3 alternées | $+13/-14/+13$ | membrane cassée ♢ | |
| $5\times8$ | 2 | 1 ♢ | $+22$ | 2 du même coté | $+23/+20/+22$ |
| $6\times8$ | 3 | 1 | $+30$ | 1 creusée sur les flancs | $+39$ |
| | 4 | 1 ♢ | $+27$ | membrane cassée ♢ | |
| | 5 | 1 ♢ | $+29$ | 2 du même côté ♢ | $+32/+31/+32$ |
| $4\times5$ | 6 | 1 pointue | $+21$ | 1 | $+25$ |
| | 7 | 1 | $+17$ | membrane cassée | |
| | 8 | 1 pointue ♢ | $+16$ | 1 | $+24$ |
| $4\times6$ | 9 | 1 ♢ | $+19$ | 1 ♢ | $+22$ |
| | 10 | 1 pointue ♢ | $+16$ | membrane cassée ♢ | |
| | 11 | 1 | $+13$ | 2 dont 1 pointue ♢ | $+24/+22/+23$ |

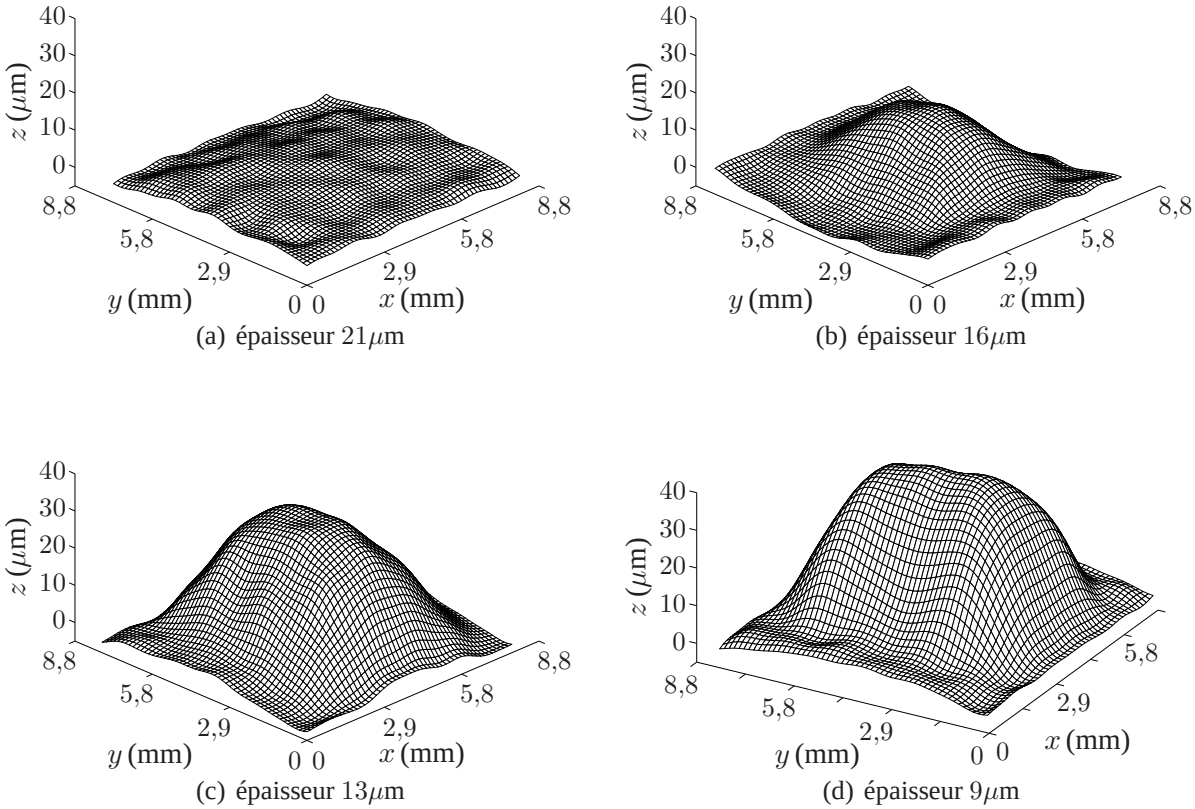
forés sont repérés par un losange. Nous indiquons pour chaque membrane le nombre de déflexions, leur flèche respective et éventuellement des remarques supplémentaires[12]. Lorsqu'une membrane présente deux déflexions du même coté, nous indiquons en plus des deux flèches, l'altitude du creux qui les sépare.

À partir de ces observations, nous sommes en mesure d'énoncer quelques remarques empiriques :

- la déformée des membranes est composée de une ou plusieurs déflexions, de même côté ou de côtés alternés ;
- les échantillons perforés ne diffèrent pas des autres du point de vue des flèches mesurées ;
- parmi les échantillons de la gamme 21, un seul présente une déflexion qui sort du bruit[13] ;
- certains échantillons présentent un sommet « pointu » plutôt qu'une calotte sphérique, il peut s'agir d'échantillons perforés aussi bien que d'échantillons non perforés pouvant présenter des inhomogénéités d'épaisseur ;
- pour une gamme d'épaisseur donnée, la forme des membranes dépend de leurs dimensions, et l'amplitude des déflexions croît avec la largeur des membranes ;
- pour une dimension de membrane donnée, la forme des membranes est fonction de leur épaisseur et l'amplitude des déflexions est une fonction décroissante de l'épaisseur ;
- aucun échantillon ne présente de déflexions alternées suivant sa largeur.

12. Nous indiquons notamment : « que du bruit » lorsque l'on ne détecte pas de forme particulière sortant du bruit lié à la mesure ; et « pointue » qui signifie que la déflexion observée possède un sommet.

13. L'échantillon dont la non-planéité est visible à l'oeil.




(a) épaisseur $21\mu$m (b) épaisseur $16\mu$m

(c) épaisseur $13\mu$m (d) épaisseur $9\mu$m

FIG. 6.6 – *Évolution de la forme d'une membrane bicouche en fonction de son épaisseur.*

Les membranes présentant une seule déflexion dont le sommet est en forme de calotte sphérique peuvent avoir des rayons de courbure différents suivant $x$ et $y$. L'hypothèse que nous avons énoncée sur l'isotropie de la courbure semble donc incorrecte. La forme des membranes – et le nombre des déflexions – dépend des trois dimensions des membranes.

Elle suit une logique de complexité liée à l'amplitude de la flèche. Pour de faibles flèches, il y a un minimum de déflexions[14]. Au voisinage du sommet, leur forme se rapproche d'une calotte sphérique. Lorsque l'épaisseur du silicium diminue, la flèche augmente, et les formes deviennent plus compliquées. La membrane $6 \times 8$ N° 3 par exemple – dont on peut observer l'évolution sur la figure 6.6 – présente des creux sur ses flancs pour l'épaisseur de $9\,\mu$m.

Simultanément, on devine la naissance de deux déflexions qui sont nullement visible pour les épaisseurs inférieures. Pour la même épaisseur mais une largeur plus faible, la membrane $5 \times 8$ présente aussi les deux déflexions mais avec une meilleur visibilité. Pour une largeur encore inférieure et malgré une épaisseur plus importante[15] ($13\mu$m), la membrane $3 \times 8$ présente trois

14. Deux pour la membrane allongée N° 1, une pour les autres.
15. La membrane $3 \times 8$ de la gamme 9 fait parti du lot cassé.

déflexions alternées. On peut observer cette évolution de forme en fonction de la largeur de l'échantillon sur la figure 6.7.

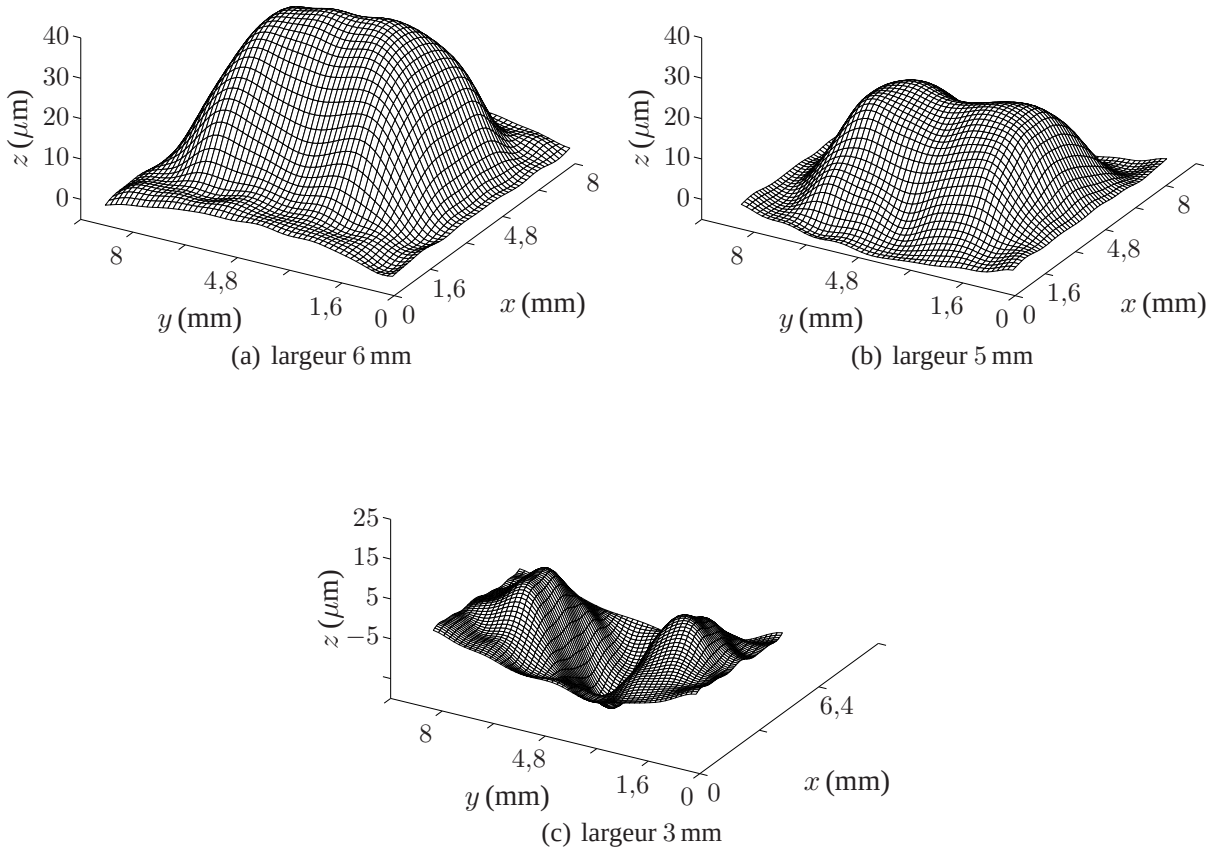



FIG. 6.7 – *Évolution de la forme d'une membrane en fonction de sa largeur.*

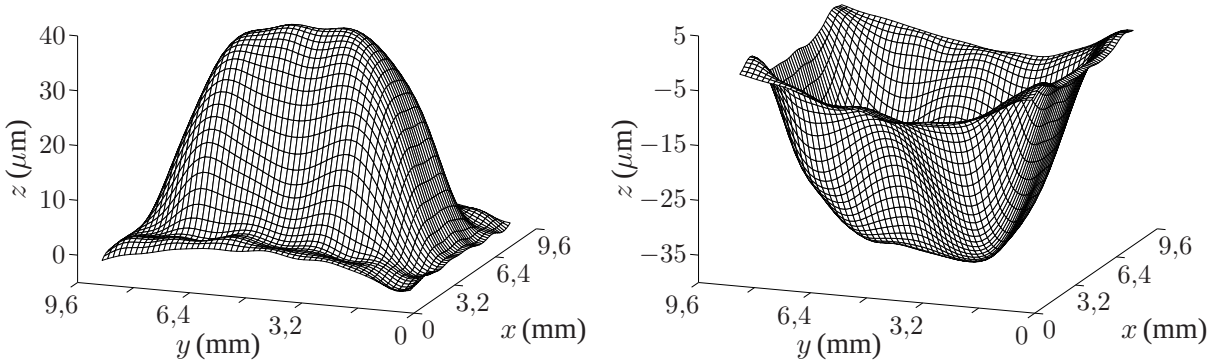
Avant de commenter ces résultats, nous allons y ajouter deux éléments :

– Le premier vient d'un accident dans la manipulation des échantillons. Nous avons pu remarquer que certaines membranes sont dans une position suffisamment instable pour qu'une légère torsion du cadre les entourant les fasse basculer dans une autre position. Nous avons pu ainsi analyser, pour une même membrane, plusieurs positions de stabilité.

– Le second vient d'une analyse que nous avons effectuée *a posteriori* des résultats obtenus lors de l'étude préalable [1]. Les membranes et les fichiers de résultats sont en effet encore à notre disposition et certaines remarques de l'époque sont intéressantes à étudier.

### 6.3.2 Stabilité des déflexions de membranes

C'est en fixant un échantillon sur son support vertical[16] que nous avons légèrement tordu le cadre entourant la membrane. Celle-ci a alors basculé dans une autre position puis gardé celle-ci après relâchement de la torsion du cadre, de manière similaire à ce que l'on peut obtenir avec une capsule métallique. Il peut donc y avoir plusieurs positions de stabilité pour une même membrane. En effet, parmi les membranes présentant les plus fortes flèches, deux adoptent aisément plusieurs positions[17] : l'échantillon N° 3, gamme 9, et l'échantillon N° 1, gamme 13.




(a) première position (b) seconde position

FIG. 6.8 – *Les deux positions stables de l'échantillon N° 3, gamme 9.*

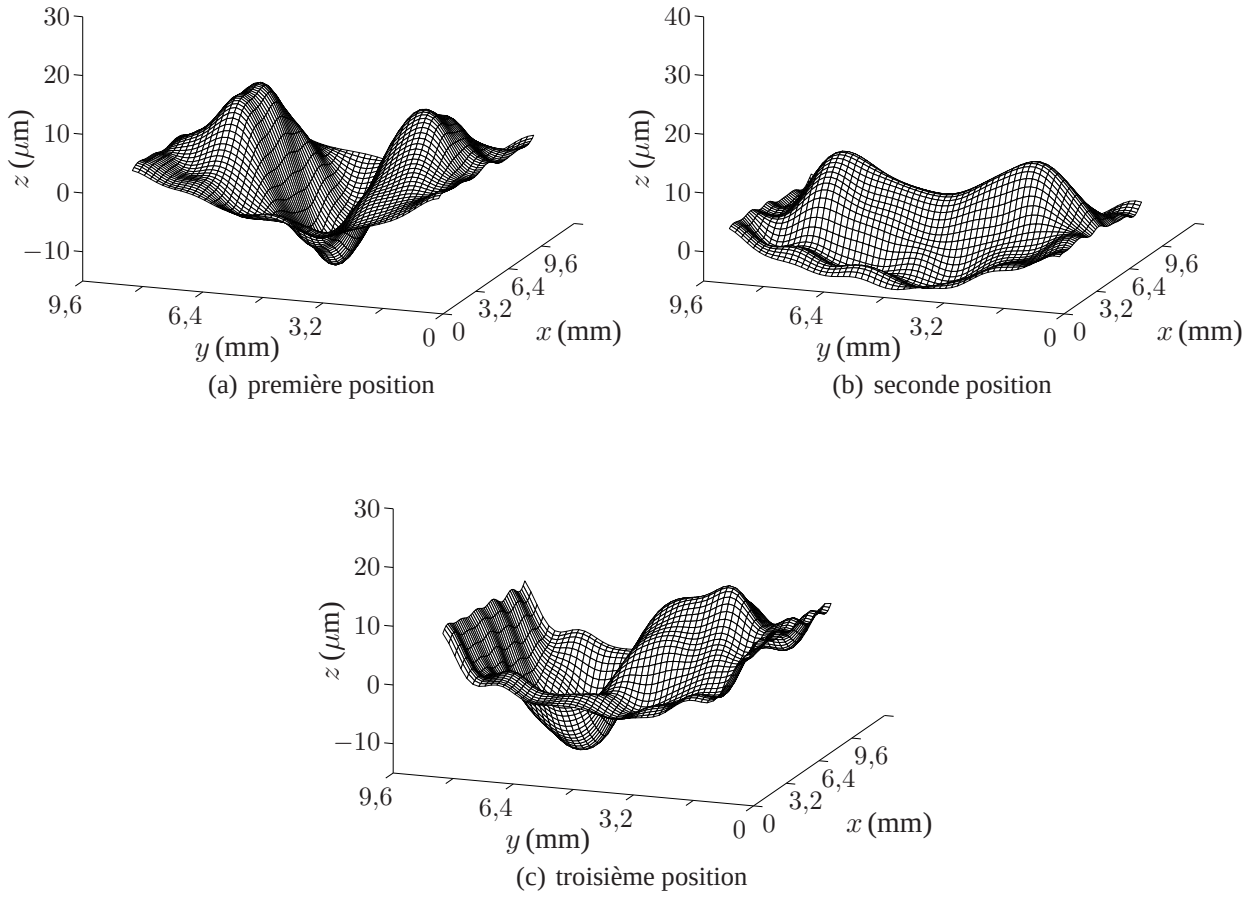
La figure 6.8 montre les deux positions de stabilité de l'échantillon N° 3. Les déformées obtenues sont quasiment opposées. Nous mesurons une flèche de $38\,\mu$m pour la première position, qui semble la plus stable, et une flèche de $-35\,\mu$m pour la seconde position. La figure 6.9 montre les trois positions de stabilité de l'échantillon N° 1. La première position est la plus stable, les flèches sont de $+13\,\mu$m pour les deux déflexions latérales et de $-14\,\mu$m pour la déflexion centrale. La seconde position est moins stable, les flèches des deux déflexions sont respectivement de $+18\,\mu$m et $+17\,\mu$m en passant par un creux à $+12\,\mu$m. Enfin la troisième position est fortement instable et difficile à obtenir, les flèches sont de $+17\,\mu$m pour la première déflexion et de $-14\,\mu$m pour la seconde.

Aucune autre membrane n'a présenté ce type de comportement mais l'analyse des fichiers relatifs aux premiers résultats obtenus doit compléter notre regard sur ce sujet.

### 6.3.3 Membranes de rapport *longueur/largeur* entier

Les trois dimensions de membranes réalisées[18] avaient fait l'objet d'attaques chimiques de plusieurs durées de façon à obtenir diverses épaisseurs. Ces épaisseurs sont complémentaires

16. Simplement à l'aide de papier adhésif double face.
17. Nous obtenons le basculement d'une position à une autre en soufflant légèrement sur l'échantillon.
18. Voir paragraphe 6.1.




(a) première position (b) seconde position

(c) troisième position

FIG. 6.9 – *Les trois positions stables de l'échantillon N° 1, gamme 13.*

avec celles des deux paragraphes précédents. Les résultats sont répertoriés dans le tableau 6.4.

À l'issue de cette analyse, nous pouvons faire des remarques qui rejoignent celles des deux paragraphes précédents.

1. Membranes $4\times4$ : En diminuant l'épaisseur des membranes carrées, leur flèche augmente et elles adoptent une forme de croix (Fig. 6.10). Ceci correspond au phénomène de creusement des flancs mentionné pour les membranes $6\times8$ aux paragraphes précédents.
2. Membranes $2\times8$ d'épaisseur $6\,\mu$m : Elles ont bien $5$ déflexions mais sans adopter de sens précis. En effet, l'un des $2$ échantillons possède $3$ déflexions vers les $z$ positifs et $2$ déflexions vers les $z$ négatifs. Alors que l'autre échantillon possède $2$ déflexions vers les $z$ positifs et $3$ déflexions vers les $z$ négatifs.
3. Membranes $4\times8$. Elles présentent une forme bien définie pour les épaisseurs de $10\,\mu$m et $11\,\mu$m mais semblent dans une position moins stable pour les épaisseurs de $6\,\mu$m et $15\,\mu$m. En effet, pour l'épaisseur de $6\,\mu$m, on peut observer sur la figure 6.11 deux variantes d'une

TAB. 6.4 – *Résultats de l'analyse* a posteriori *des membranes initiales.*

| Échantillon Taille (mm$^2$) | N$^o$ | Épaisseurs $e_{Si}$ ($\mu$m) | Épaisseurs $e_{SiO_2}$ (nm) | Nombre de déflexions, flèche(s) ($\mu$m) et observations |
|---|---|---|---|---|
| 1,37×7,37 | 1 | 6 | 520 | 5 alternées : $-12$, $+9$, $-11$, $+10$ et $-12$ |
| | 2 | | | 5 alternées : $+14$, $-8$, $+14$, $-10$ et $+14$ |
| 3,37×3,37 | 3 | 11 | 520 | 1 : $+14$ |
| | 4 | | | 1 : $+11$ |
| | 5 | 10 | 520 | 1 : $+22$ |
| | 6 | | | 1 : $+22$ |
| | 7 | | | 1 : $+22$ |
| | 8 | 6 | 520 | 1 : $+24$ |
| | 9 | | | 1 : $+22$ |
| | 10 | 3 | 520 | 1 en croix : $+33$ |
| | 11 | | | 1 en croix : $+30$ |
| 3,37×7,37 | 12 | 15 | 520 | 1 : $+12$ |
| | 13 | | | 2 alternées : $-10$ et $+12$ |
| | 14 | 11 | 520 | 2 alternées : $-21$ et $+27$ |
| | 15 | | | 2 alternées : $-24$ et $+18$ |
| | 16 | 10 | 520 | 2 alternées : $-18$ et $+15$ |
| | 17 | 6 | 520 | 3 alternées : $+5$, $-5$ et $+13$ |
| | 18 | | | 2 du même côté : $+16$, $+12$ et $+14$ |
| | 19 | | | 2 du même côté : $+16$, $+14$ et $+18$ |
| | 20 | | | 2 du même côté : $+16$, $+10$ et $+16$ |

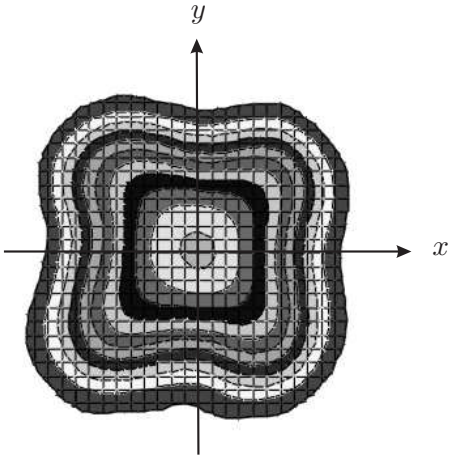
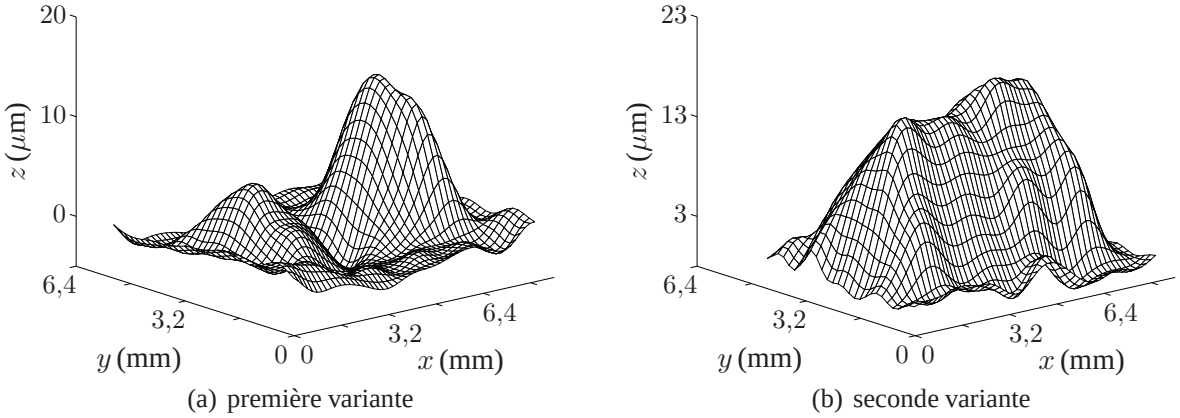


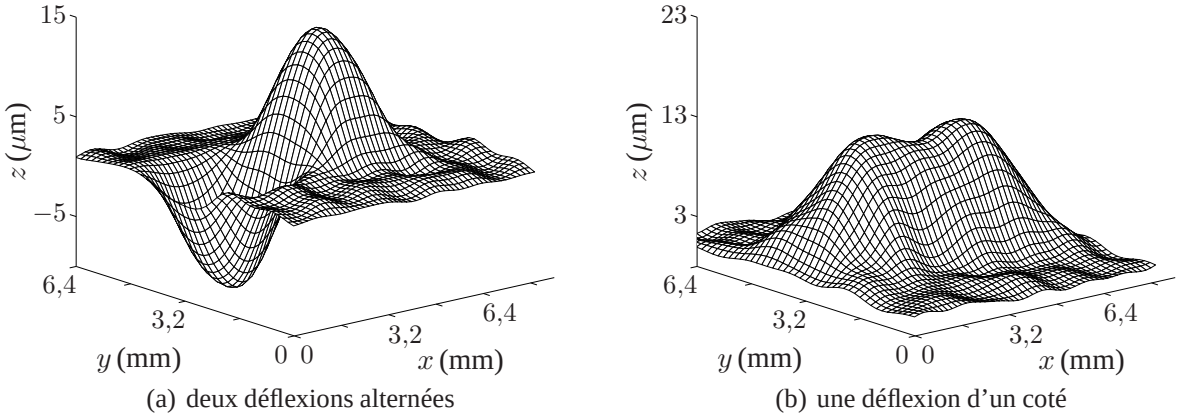

FIG. 6.10 – *Forme de croix observée sur une membrane* $4\times4$.




(a) première variante (b) seconde variante

FIG. 6.11 – *Deux variantes de la déformée d'une membrane* $4 \times 8$ *d'épaisseur* $6\ \mu$*m.*

même forme. Et pour l'épaisseur de $15\ \mu$m, la membrane comporte soit une déflexion d'un coté, soit deux déflexions alternées (Fig. 6.12).




(a) deux déflexions alternées (b) une déflexion d'un coté

FIG. 6.12 – *Deux variantes de la déformée d'une membrane* $4 \times 8$ *d'épaisseur* $15\ \mu$*m.*

Ces analyses viennent étayer le fait que les conditions aux limites imposent de manière primordiale la forme des déflexions des membranes aux bords encastrés, cette forme étant liée à l'épaisseur des membranes.

## 6.4 Bilan de la seconde étude

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'effet des contraintes thermiques sur la forme des membranes bicouches aux bords encastrés. On a remarqué la complexité des formes adoptées par les membranes. Nous pensons actuellement qu'il s'agit de flambage couplé avec les courbures liées à la contrainte résiduelle. En effet, plusieurs formes observées présentent des similarités avec les modes de flambage des plaques minces[19]. Une déflexion qui n'a pas de sens privilégié est par exemple typique du flambage. Timoshenko a étudié la théorie du flambage et a calculé notamment l'équation des déformées de plaques soumises à du flambage. Pour une plaque encastrée, la déformée a pour équation :

$$z(x,y) = a_{mn} \cdot \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cdot \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) \tag{6.1}$$

avec $z(x,y)$ (m) : déformée de la plaque,
$a_{mn}$ (m) : amplitude de la déformée,
$m$ : nombre de déflexions suivant $x$,
$a$ (m) : dimension de la plaque suivant $x$,
$n$ : nombre de déflexions suivant $y$,
$b$ (m) : dimension de la plaque suivant $y$.

Les déformées des membranes les plus stables que nous observons semblent modélisables par des relations du même type.

Les états observés où plusieurs configurations de déflexion(s) sont possibles correspondent à la transition entre deux modes de flambage, ces positions sont instables. Une mesure en temps réel de la déformée des membranes durant l'attaque au $KOH$ est tout à fait envisageable. Il faut pour cela utiliser un moyen de mesure par voie optique où la projection de la lumière est effectuée en incidence normale. L'holographie électro-optique semble bien adaptée à ce type d'essai qui permettrait d'observer l'évolution des formes au cours de l'usinage.

Une étude est en outre lancée actuellement sur le flambage des membranes aux bords encastrés et soumises à des contraintes résiduelles de compression. Les modélisations par Éléments Finis habituelles ne prennent pas en compte ce phénomène [85]. Nous pensons qu'il sera difficile de relier le taux de contraintes à la forme des échantillons par une expression analytique.

En conclusion, le cas d'un film sous contrainte de compression et lié à un substrat n'est actuellement pas résolu. Par contre, il n'en est pas de même pour le cas presque opposé où le film est soumis à une contrainte de tension.

19. Pour comprendre le phénomène de flambage, on peut s'imaginer introduire une porte dans un encadrement trop étroit pour elle. On y parviendrait si la porte adopte des courbures hors du plan, elle serait alors dans un état de flambage (on dit aussi « flambement »).

# Chapitre 7

# 3e étude : membrane tendue aux bords encastrés

Dans le cadre d'une coopération avec l'Institut d'Électronique et de Microélectronique du Nord - I.E.M.N - de Lille[1], nous nous sommes intéressés aux contraintes résiduelles dans des films minces diélectriques de polyimide [86]. L'étude des contraintes résiduelles dans ces films est complémentaire aux deux précédentes. Dans cette application, la contrainte résiduelle est également due au procédé d'obtention des films. Cependant, contrairement aux cas précédents, le film est soumis à une contrainte de tension et ne présente donc, dans son état initial, aucune courbure.

L'essai que nous proposons pour donner une estimation quantitative de la contrainte de tension dans le film est l'essai de gonflement de membranes associé à la projection de franges. Il offre de plus la possibilité de mesurer le module biaxial, $Y_b$, et la limite élastique, $Y_0$. Parallèlement, des essais de nano-indentation[2] permettent de mesurer la dureté, $H_B$, et le module de plaque, $Y_p$. En émettant une hypothèse sur la valeur du coefficient de Poisson dans le film, on peut confronter les résultats obtenus par les deux méthodes.

Chacune de ces techniques est présentée. La confrontation des résultats permet de valider une nouvelle fois le banc d'essai de gonflement.

## 7.1 Fabrication des membranes

Comme le silicium monocristallin, les composés III-V sont très utilisés comme substrat. En microtechnique, on les rencontre principalement dans les appareillages fonctionnant à très hautes fréquences. Les films de polyimide que nous testons sont obtenus par dépôt sur substrat en $AsGa$. Ils sont utilisés en tant que support mécanique de guides d'onde [87].

La technique d'élaboration consiste en un dépôt de polyimide liquide sur plateau tournant, un

1. Équipe du Professeur Lippens, Institut d'Électronique et de Microélectronique du Nord, Université des Sciences et Technologies de Lille, Avenue Poincarré, 59665 Villeneuve d'Ascq.

2. Réalisés par Patrick Delobelle, L.M.A.R.C.

matériau précurseur ayant été déposé au préalable pour augmenter l'adhésion du polyimide sur le substrat. Une étape de deux heures de cuisson à $300^o$C sous flux d'azote polymérise le matériau pour former le film. Un réglage optimisé des paramètres d'obtention permet d'obtenir des films d'épaisseur aussi fine que $2\,\mu$m. Plusieurs phase de *dépôt-cuisson* de polyimide permettent de réaliser des films d'épaisseur contrôlée. Nous disposons ainsi d'échantillons de $2\,\mu$m, $4\,\mu$m et $5{,}5\,\mu$m d'épaisseur.

La réalisation des membranes monocouches de polyimide est similaire à celle des membranes de silicium[3]. Elle consiste à ouvrir par usinage chimique une fenêtre par la face arrière du substrat pour libérer le film. L'arséniure de gallium présente, comme le silicium, une structure cristallographique de type CFC. La géométrie de l'attaque doit donc aussi être prise en compte pour obtenir les dimensions de membranes désirées. La gravure s'effectue dans une solution à base d'acide sulfurique[4], $H_2SO_4$, à la vitesse d'environ $15\,\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$, à température ambiante[5].

Nous pensons que les contraintes résiduelles dont fait l'objet le film sont principalement dues à la rotation du substrat lors du dépôt. La force centrifuge introduite par la rotation permet d'obtenir une bonne planéité du film, mais génère des contraintes internes[6]. Nous supposons que la contrainte résiduelle est isotrope.

## 7.2 Mesure de $\sigma_0$ et de $Y_b$ par essai de gonflement

L'étude et la conception du dispositif de gonflement utilisé dans cette étude ont été décrites dans un travail précédent [1]. Le principe de l'essai consiste à appliquer une pression hydrostatique sur la membrane et à mesurer la déflexion qui en résulte. Le système de mise en charge pneumatique comporte une pompe manuelle communicant avec une chambre sur laquelle est fixée la membrane à étudier[7,8]. Un capteur de pression placé aussi près que possible de la membrane délivre un signal analogique permettant de visualiser la pression en temps réel. La mesure de la déformée par projection de franges est effectuée à chaque palier.

Une représentation du montage optique de projection de franges associé à l'essai de gonflement est donnée sur la figure 7.1. Les angles adoptés pour les essais de gonflement de film de polyimide sont : $\alpha \simeq 84^o \pm 1'$ et $\Delta\theta \simeq 0{,}2^o \pm 12''$. Le coefficient de contour, $C$, est donc voisin de $74\,\mu$m. Une dizaine de franges est projetée à la surface de l'échantillon.

La principale difficulté de l'essai de gonflement réside dans l'interprétation théorique de la relation *pression/flèche au centre de la membrane*, dans le cas des grands déplacements et pour différentes géométries de membranes. Une étude rigoureuse avec recalage numérique des mo-

3. Voir paragraphe 2.2.2 page 21.

4. 1 volume d'$H_2SO_4$, 8 volumes d'$H_2O_2$ et 1 volume d'$H_2O$.

5. Toutes les étapes d'obtention du film ont été réalisées à l'I.E.M.N de Lille, dans l'équipe du professeur Lippens.

6. M. Alain Bosseboeuf, rapporteur du mémoire, suggère que l'origine des contraintes est liée à l'évaporation du solvant pendant l'étalement et au compactage de la résine durant le recuit.

7. Un dispositif de mise en pression automatique est connecté à la chambre de pression mais l'asservissement ne s'effectue pour l'instant qu'en boucle ouverte et n'est, de ce fait, pas utilisé.

8. Merci à Gilbert Laithier, L.M.A.R.C, pour le collage des membranes et la réalisation des supports.

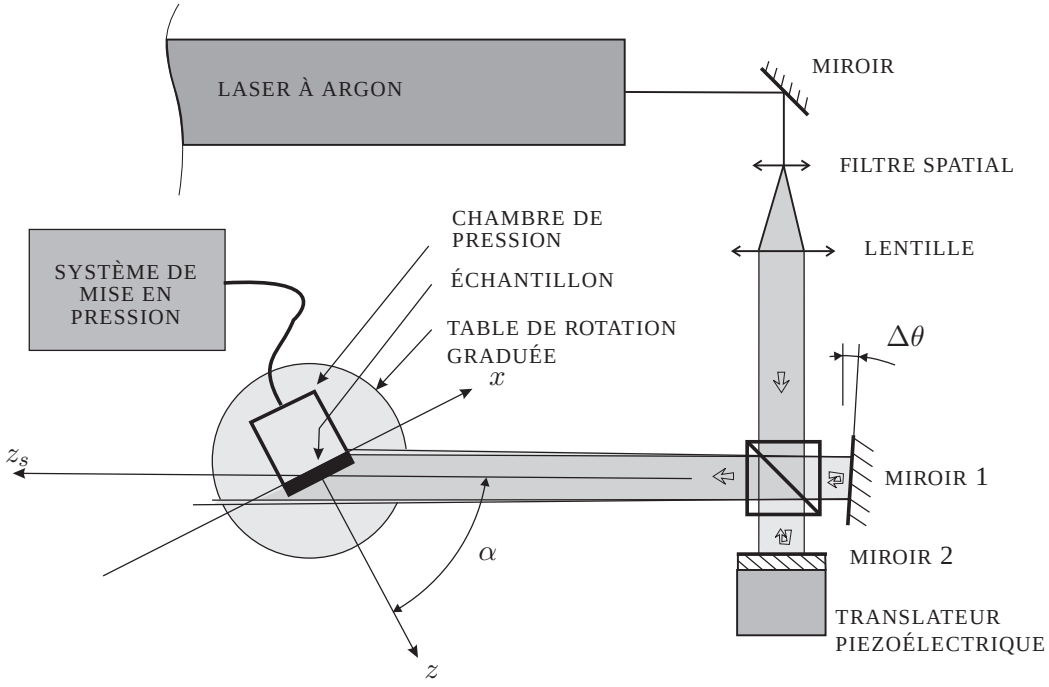



FIG. 7.1 – *Montage de projection de franges pour une mesure de flèche sur un essai de gonflement.*

dèles analytiques est absolument nécessaire. Les relations explicitées ci-après sont issues de [1]. Elles ont été établies à partir des résultats de plusieurs équipes de recherche [88][89][90][91][92], d'autres équipes y travaillent encore actuellement [93].

Dans le cas d'une membrane circulaire, la relation générale, $P = f(h)$, s'écrit :

$$P = \frac{8}{3}\frac{E_f}{1-\nu_f}\frac{{e_f}^3 h}{r^4}\left[\frac{2}{1+\nu_f} + \mathsf{C}\frac{h^2}{{e_f}^2}\right] + 4\frac{\sigma_0 e_f h}{r^2} \tag{7.1}$$

avec $P$ (Pa) : pression de gonflement,
$E_f$ (Pa) : module d'Young du film,
$\nu_f$ : coefficient de Poisson du film,
$e_f$ (m) : épaisseur du film,
$h$ (m) : flèche au centre,
$r$ (m) : rayon de la membrane,
$\mathsf{C}$ : coefficient de correction fonction de $\nu_f$ et d'hypothèses émises sur la déformée[9],
$\sigma_0$ (Pa) : contrainte résiduelle de traction dans la membrane.

9. $\mathsf{C} = 1$ pour une calotte sphérique, $\mathsf{C} = 0{,}976/(1+\nu)$ dans la solution de Timoshenko et Woinowsky-Krieger [88], $\mathsf{C} = (7-\nu)/8$ pour la solution de Lin et Senturia [91] et $\mathsf{C} = 1{,}241(1-\nu)$ pour la solution de Small et Nix [92].

Dans le cas d'une membrane rectangulaire, la relation *pression/flèche au milieu de la membrane*, $P = f(h)$, s'écrit :

$$P = \frac{E_f}{1-\nu_f}\frac{{e_f}^3 h}{a^4}\left[\frac{1}{12\alpha(1+\nu_f)} + C\frac{h^2}{{e_f}^2}\right] + C^*\frac{\sigma_0 e_f h}{a^2} \tag{7.2}$$

avec $P$ (Pa) : pression de gonflement,
$E_f$ (Pa) : module d'Young du film,
$\nu_f$ : coefficient de Poisson du film,
$e_f$ (m) : épaisseur du film,
$h$ (m) : flèche au centre,
$a$ (m) : largeur de la membrane,
$\alpha$ : coefficient de correction fonction de $\mathsf{r}_l$,
$C$ et $C^*$ : coefficients de correction fonction de $\nu_f$ et du rapport $\mathsf{r}_l$ [10],
$\sigma_0$ (Pa) : contrainte résiduelle de traction dans la membrane.

Les coefficients de correction C, $\alpha$, $C$ et $C^*$ permettent de recaler les modèles analytiques proposés par les différents auteurs et les résultats obtenus numériquement. Les calculs numériques sont effectués avec un code Éléments Finis adapté aux grandes déformations utilisant un élément triangulaire à interpolation mixte développé au L.M.A.R.C [94]. Les coefficients sont déterminés au cas par cas selon la géométrie de la membrane, les hypothèses émises sur la déformée de la membrane, le coefficient de Poisson choisi et le domaine de validité étudié.

Pour les deux équations 7.1 et 7.2, le premier terme prend en compte les petites flèches ($h << e_f$), le second terme prend en compte les grandes flèches ($h >> e_f$) et le troisième terme prend en compte la contrainte résiduelle initiale de tension dans le film. On note que dans le cas des petites flèches, les relations 7.1 et 7.2 s'écrivent respectivement :

$$P = \frac{16}{3}\frac{E_f}{1-{\nu_f}^2}\frac{{e_f}^3 h}{r^4} \quad \text{pour les membranes circulaires,} \tag{7.3}$$

$$\text{et} \quad P = \frac{1}{12\alpha}\frac{E_f}{1-{\nu_f}^2}\frac{{e_f}^3 h}{a^4} \quad \text{pour les membranes rectangulaires.} \tag{7.4}$$

Ces relations sont les solutions analytiques exactes développées par Timoshenko et Woinowsky-Krieger [88].

Dans le cas présent, les membranes sont rectangulaires et les déplacements hors-plan sont très importants par rapport à l'épaisseur de la membrane [11]. Le premier terme est négligeable. La relation s'écrit donc :

$$\boxed{P = C\frac{E_f}{1-\nu_f}\frac{e_f h^3}{a^4} + C^*\frac{\sigma_0 e_f h}{a^2}}. \tag{7.5}$$

On se place dans la solution analytique développée par Tabata et al. dans laquelle l'énergie de flexion est négligée [90]. Le déplacement est développé selon une double série de Fourier.

10. $\mathsf{r}_l$ a été défini comme le rapport *longueur/largeur* de la membrane.
11. Nous mesurons des flèches atteignant $340\ \mu$m pour une épaisseur membranaire de $4\ \mu$m.

Si $C_a$ et $C_a^*$ sont les solutions analytiques du problème, $C$ et $C^*$ sont obtenus en appliquant des facteurs correctifs $C_m$ et $C_m^*$ fonction de $\nu$ et $\mathsf{r}_l$ qui s'expriment par :

$$C = C_a C_m \quad et \quad C^* = C_a^* C_m^* \,. \tag{7.6}$$

Ces différents termes sont calculés numériquement[12] et seront explicités parmi les résultats expérimentaux.

Finalement en posant :

$$\boxed{A = C\frac{E_f}{1-\nu_f}\frac{e_f}{a^4}} \quad \text{et} \quad \boxed{B = C^*\frac{\sigma_0 e_f}{a^2}}\,, \tag{7.7}$$

l'équation 7.5 peut se mettre sous la forme :

$$\boxed{\frac{P}{h} = Ah^2 + B}\,. \tag{7.8}$$

Ainsi, pour chaque membrane, le graphe $P/h = f(h^2)$ doit être une droite de pente $A$ et d'ordonnée à l'origine $B$. On peut donc en tirer le module biaxial $Y_b = E_f/(1-\nu_f)$ et la contrainte résiduelle $\sigma_0$. La limite élastique $Y_0$ est mesurée, quant à elle, par une singularité sur les courbes $P = f(h)$.

## 7.3 Mesure de $H_B$ et de $Y_p$ par l'essai de nano-indentation

L'essai de nano-indentation peut s'apparenter à un essai de dureté Vickers effectué à l'échelle micrométrique. La charge appliquée et la profondeur du poinçonnement dans le matériau à tester sont mesurées en continu. L'analyse des courbes *charge appliquée/profondeur de l'indenteur*[13] permettent de remonter aux propriétés mécaniques locales du matériau, à savoir [95] :

- la dureté du matériau, $H_B$ (Pa) ;
- le module d'Young local, $E_f$ (Pa), via le module de plaque : $Y_p$ (Pa) ;
- la plasticité ;
- le fluage[14] ;
- la propagation des fissures ;
- l'adhésion *film/substrat*.

Le champ d'application de l'essai de nano-indentation introduit toutefois deux remarques importantes :

- pour que les mesures obtenues soient cohérentes, la rugosité du matériau doit être très faible ;

12. Les calculs numériques sont effectués par Patrick Delobelle, L.M.A.R.C.
13. Par analogie avec les courbes *force/déplacement* d'un essai de traction.
14. En observant l'évolution de la profondeur d'indentation au cours du temps.

– l'essai de nano-indentation offre des informations sur les propriétés microscopiques de la matière[15].

Nous utilisons un nano-indenteur II$^S$ équipé d'une pointe de diamant pyramidale à base triangulaire de type Berkovich. Cet indenteur présente le même rapport *aire/profondeur* que l'indenteur Vickers traditionnel. Cependant, sa pointe est mieux définie et présente un bien meilleur état de surface. Le schéma de principe de l'appareil est présenté sur la figure 7.2. La force est

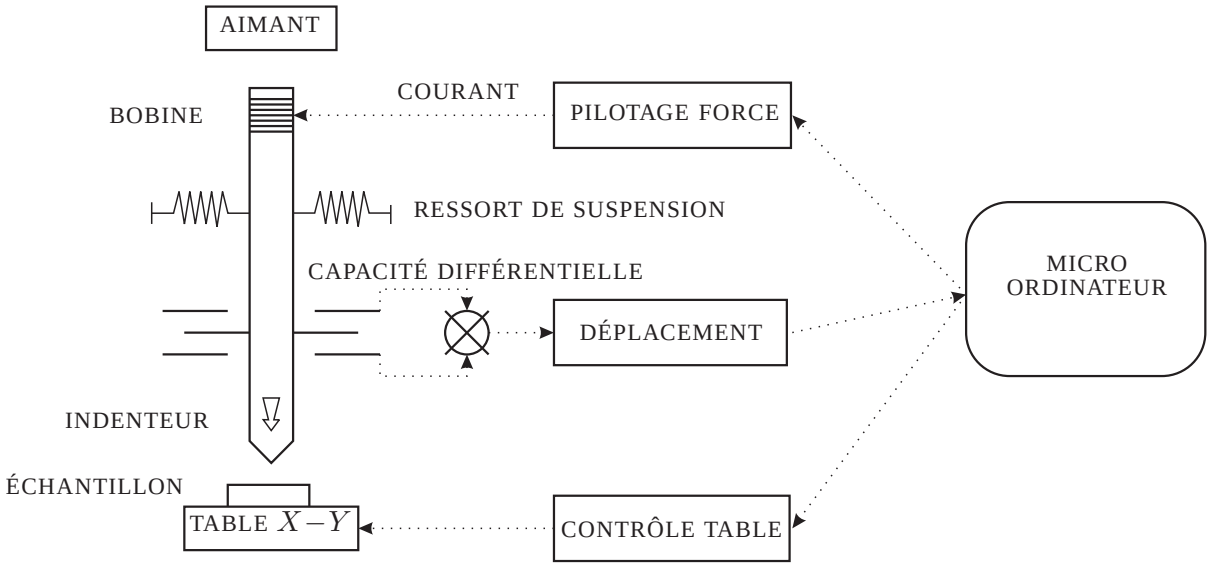



FIG. 7.2 – *Schéma de principe d'un nano-indenteur.*

appliquée à l'aide d'un système de bobine électromagnétique qui permet de faire varier les vitesses de mise en charge et de déchargement[16]. La mesure du déplacement est réalisée par une méthode capacitive. La résolution de l'appareil est de $0{,}3\ \mu$N sur la force appliquée et de $0{,}16$ nm sur le déplacement.

Concernant les essais sur les films de polyimide, nous nous intéressons dans un premier temps à la mesure du module d'Young. En effet, les séquences *charge-décharge* permettent d'obtenir à chaque décharge les valeurs du module de plaque. Ainsi, moyennant la connaissance du coefficient de Poisson, on accède au module d'Young. La dureté ne sera donnée qu'a titre indicatif. Elle n'est pas une propriété intrinsèque du matériau car elle dépend à la fois de son comportement élastique et de son comportement plastique.

D'une manière générale, les calculs prennent en compte le déplacement d'ensemble de la surface du matériau située à proximité de l'indenteur, la forme de l'indenteur, et la rigidité de la tête d'indentation. Une description plus détaillée est faite dans la thèse de Sergent [3].

15. Par opposition, l'essai de gonflement offre des informations macroscopiques.
16. De l'ordre de quelques nm $\cdot$ s$^{-1}$.

### 7.3.1 La méthode classique

**Le module de plaque, $Y_p$**

Le module de plaque, $Y_p$, peut être calculé lors de la décharge de l'échantillon [96]. La prise en compte de l'élasticité de l'indenteur conduit à définir un module d'élasticité réduit, $E_r$, en écrivant :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-{\nu_f}^2}{E_f} + \frac{1-{\nu_\mathsf{i}}^2}{E_\mathsf{i}} = \frac{1}{Y_{p_f}} + \frac{1}{Y_{p_\mathsf{i}}} \tag{7.9}$$

avec $E_r$ (Pa) : module d'élasticité réduit,
$\nu_f$ : coefficient de Poisson du film,
$E_f$ (Pa) : module d'Young du film,
$\nu_\mathsf{i}$ : coefficient de Poisson de l'indenteur,
$E_\mathsf{i}$ (Pa) : module d'Young de l'indenteur,
$Y_{p_f}$ (Pa) : module de plaque du film,
$Y_{p_\mathsf{i}}$ (Pa) : module de plaque de l'indenteur.

Soient $F$ la force d'indentation appliquée et $\mathsf{h}$ la profondeur de pénétration. La rigidité, $S$, est estimée par la pente des courbes $F = f(\mathsf{h})$ en début de décharge. Elle n'est pas linéaire[17], les points sont donc traités par un lissage polynômial. La pente est définie par :

$$S = \frac{dF}{d\mathsf{h}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \tag{7.10}$$

avec $S$ ($\mathrm{Pa}^{-1} \cdot \mathrm{m}$) : rigidité du matériau,
$F$ (N) : charge appliquée,
$\mathsf{h}$ (m) : profondeur d'indentation,
$E_r$ (Pa) : module d'élasticité réduit,
$A$ ($\mathrm{m}^2$) : aire de contact *pointe/matériau* élastique projetée.

L'aire de contact élastique, $A$, s'exprime en fonction de la profondeur réelle permanente, $\mathsf{h}_c$, de l'empreinte. La figure 7.3 permet de comprendre le paramétrage adopté. Pour un indenteur parfait de type Berkovich, l'aire s'écrit :

$$A = 24{,}5 \cdot {\mathsf{h}_c}^2 \quad \text{et} \quad \mathsf{h}_c = \mathsf{h}_{max} - \mathsf{h}_S \tag{7.11}$$

avec $A$ ($\mathrm{m}^2$) : aire de contact élastique projetée,
$\mathsf{h}_c$ (m) : profondeur réelle permanente,
$\mathsf{h}_{max}$ (m) : profondeur maximale de l'empreinte,
$\mathsf{h}_S$ (m) : profondeur de Sneddon.

La profondeur maximale, $\mathsf{h}_{max}$, est déterminée expérimentalement sur la courbe *charge/profondeur*. La profondeur $\mathsf{h}_S$ permet de prendre en compte la déformation élastique de la surface de

17. Voir figure 7.12 page 111.

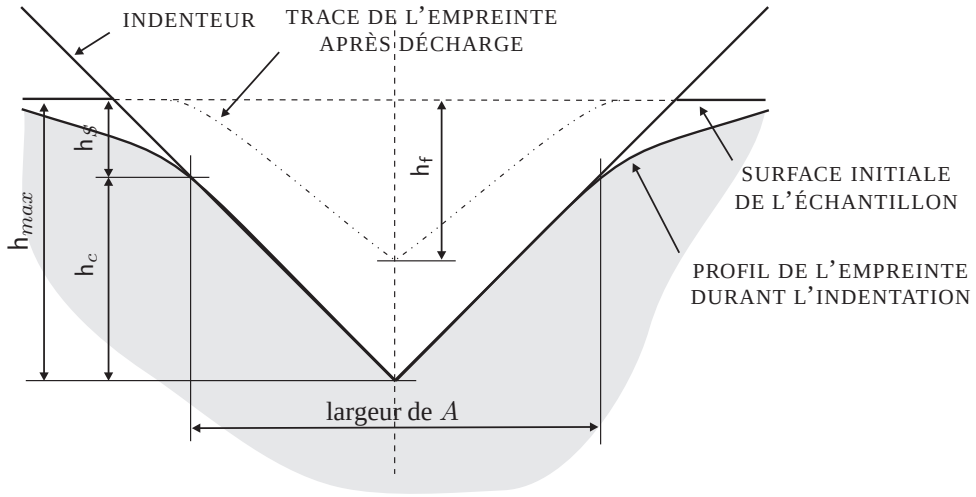



FIG. 7.3 – *Paramétrage du profil de l'empreinte.*

l'échantillon. Elle se déduit de l'expression de Sneddon qui s'écrit pour un poinçon conique [97] :

$$h_S = \frac{\pi - 2}{\pi}(h_{max} - h_f) \tag{7.12}$$

avec $h_S$ (m) : profondeur de Sneddon,
$h_{max}$ (m) : profondeur maximale de l'empreinte,
$h_f$ (m) : profondeur résiduelle de l'empreinte après décharge totale.

On peut en déduire l'expression de $h_c$ :

$$h_c = h_{max} - \frac{\pi - 2}{\pi}(h_{max} - h_f)\ . \tag{7.13}$$

Finalement, en retenant les paramètres accessibles expérimentalement, le module de plaque du film s'écrit :

$$\boxed{Y_p = \frac{E_f}{1-\nu_f^2} = \frac{\sqrt{\pi}S}{\sqrt{24{,}5}\left(\left(2 - \frac{2(\pi-2)}{\pi}\right)h_{max} + \frac{2(\pi-2)}{\pi}h_f\right) - \frac{1-\nu_i^2}{E_i}\sqrt{\pi}S}} \tag{7.14}$$

avec $Y_p$ (Pa) : module de plaque du film,
$E_f$ (Pa) : module d'Young du film,
$\nu_f$ : coefficient de Poisson du film,
$S$ ($\mathrm{Pa}^{-1} \cdot \mathrm{m}$) : pente en début de décharge,
$h_{max}$ (m) : profondeur maximale de l'empreinte,
$h_f$ (m) : profondeur résiduelle de l'empreinte après décharge,
$\nu_i$ : coefficient de Poisson de l'indenteur,
$E_i$ (Pa) : module d'Young de l'indenteur.

On tire le module d'Young de cette équation [18].

**La dureté,** $H_B$

La dureté, $H_B$, du film peut être déterminée lors de la première montée en charge d'une séquence d'indentation, selon la relation suivante [96] :

$$H_B = \frac{F_{max}}{A} \tag{7.15}$$

avec $H_B$ (Pa) : dureté du film,
$F_{max}$ (N) : charge maximale appliquée,
$A\,(\mathrm{m}^2)$ : aire de contact *pointe/matériau* élastique projetée.
En prenant en compte l'expression de $A$, la dureté locale s'exprime simplement :

$$\boxed{H_B = \frac{F_{max}}{24{,}5\left(\frac{\pi-2}{\pi}(\mathsf{h}_{max} - \mathsf{h}_\mathsf{f}) + \mathsf{h}_{max}\right)^2}} \tag{7.16}$$

avec $H_B$ (Pa) : dureté du film,
$F_{max}$ (N) : charge maximale appliquée,
$\mathsf{h}_{max}$ (m) : profondeur maximale de l'empreinte,
$\mathsf{h}_\mathsf{f}$ (m) : profondeur résiduelle de l'empreinte après décharge.

### 7.3.2 La méthode de rigidité continue

La méthode de rigidité continue permet de mesurer plus rapidement la dureté et le module de plaque du matériau que la méthode classique. Le principe consiste à faire vibrer l'indenteur à une fréquence de $45$ Hz avec une amplitude de $1{,}5$ nm durant la période d'indentation (Fig. 7.4). Après échantillonnage sur quelques périodes de vibration [19], la dureté et le module d'Young sont déterminés en continu durant la séquence de chargement. On accède ainsi à l'évolution de $Y_p$ et $H_B$ en fonction de la profondeur de pénétration. Ceci pourrait également être réalisé avec la méthode classique mais beaucoup plus laborieusement.

## 7.4 Résultats expérimentaux

Nous avons testé quatre échantillons par ces deux méthodes.

En ce qui concerne l'essai de gonflement, ce sont bien sûr des membranes qui font l'objet du test. Leurs dimensions sont :

– membrane N° 1 : $e_f = 5{,}5\,\mu$m, $a = 3{,}82$ mm et $b = 8{,}5$ mm ;

18. Moyennant une estimation du coefficient de Poisson.

19. Cette étape permet de s'affranchir des problèmes liés à la viscosité du film donc de lui « laisser le temps » d'avoir un comportement réversible. Les premiers cycles de pénétration sont en effet le siège de déformations viscoplastiques.

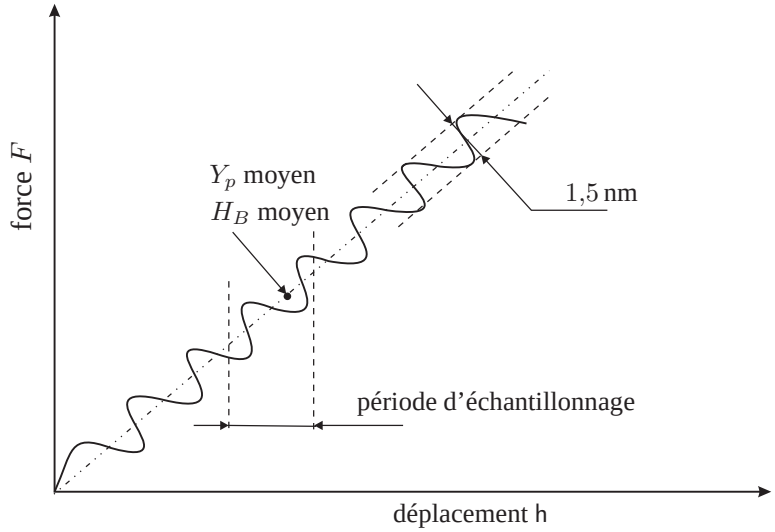



FIG. 7.4 – *Représentation de la méthode de mesure en rigidité continue.*

– membrane N° 2 : $e_f = 5{,}5\ \mu$m, $a = 2{,}88$ mm et $b = 3{,}68$ mm ;
– membrane N° 3 : $e_f = 4\ \mu$m, $a = 3{,}68$ mm et $b = 8{,}33$ mm ;
– membrane N° 4 : $e_f = 2\ \mu$m, $a = 3{,}7$ mm et $b = 8{,}4$ mm.

En ce qui concerne l'essai de nano-indentation, la pénétration est localisée sur la partie collée du film, a proximité de la membrane.

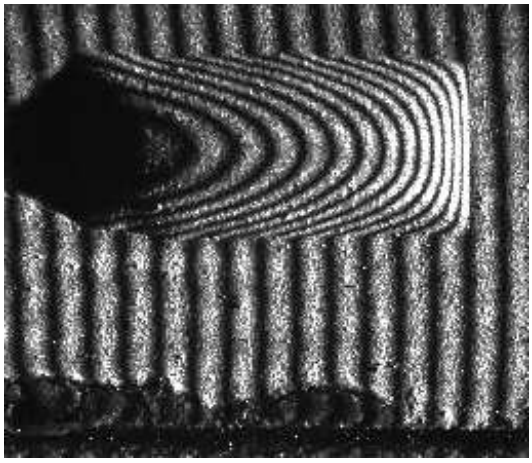
### 7.4.1 Résultats de l'essai de gonflement

Pour chacune des membranes testées, nous avons réalisé un ou plusieurs cycles *charge-décharge*. La pression de charge maximale est incrémentée à chaque cycle. Une dernière montée en pression est ensuite réalisée jusqu'à l'observation d'une perte d'adhérence[20] de la membrane sur son substrat.

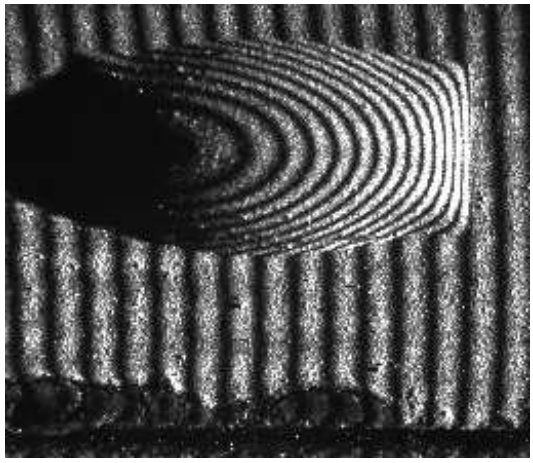
Les quatre images de franges de la figure 7.5 permettent d'observer un tel décollement. Ces images proviennent de la membrane N° 3. Elles ont été saisies lors de la dernière montée en pression. La figure 7.5(a) a été saisie à la pression maximale de $501$ mbar, la forme des franges montre une déflexion correcte de la membrane. La flèche mesurée au centre est alors de $341\ \mu$m. À ce stade, nous n'avons délibérément pas effectué de dégonflement. Les franges de la figure 7.5(b) ont été saisies après une pause de $99\ s$. Le décollement est nettement visible, la pression a chuté à $470$ mbar. Au bout de $15$ min, la pression a chuté à $285$ mbar et la membrane a presque adopté un contour circulaire (Fig. 7.5(c)). Enfin, après avoir provoqué le dégonflement, on observe une forme ondulée de la membrane (Fig. 7.5(d)).

La figure 7.6 montre la relation *pression/flèche* obtenue pour les trois montées en pression

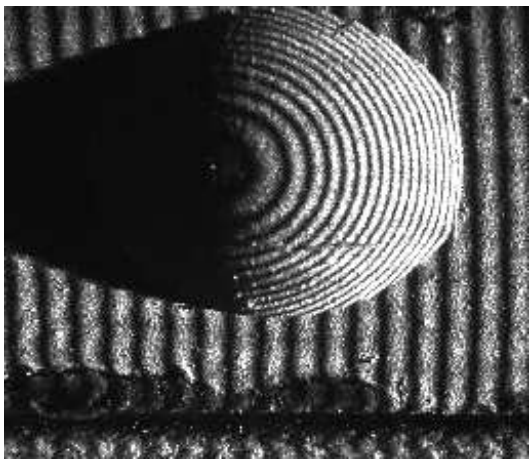
20. On emploiera simplement le terme « décollement ».



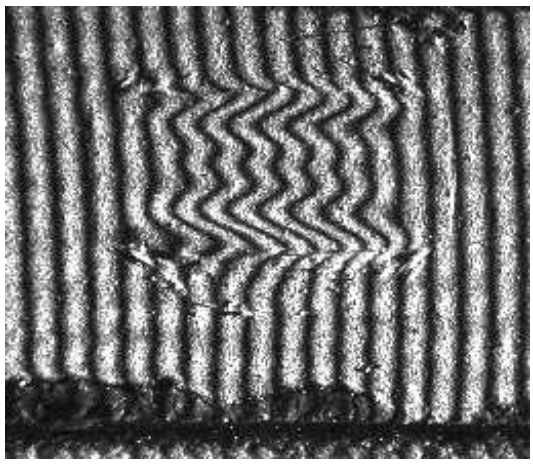
(a) image 1, $P = 501\,\text{mbar}$, $t = 0\,\text{s}$



(b) image 2, $P = 470\,\text{mbar}$, $t = 99\,\text{s}$



(c) image 3, $P = 285\,\text{mbar}$, $t = 15\,\text{min}$



(d) image 4, $P = 0\,\text{mbar}$, la membrane a été dégonflée

FIG. 7.5 – *Évolution du décollement d'un film, membrane N° 3.*

successives imposées à la membrane N° 4. Les courbes sont régulières. Les courbes de niveau, présentées sur la figure 7.7, montrent en effet des formes de membranes assez symétriques[21] prouvant d'une part que leur épaisseur est constante et d'autre part qu'elles possèdent une bonne homogénéité dans l'épaisseur.

Le début de la seconde montée en pression se superpose parfaitement à la première montée en pression. La réponse du matériau est parfaitement reproductible. Il est donc purement élastique jusqu'à une certaine déformation. Nous détectons par contre, lors de la seconde montée en charge, un point d'inflexion sur la courbe pour une flèche proche de $270\,\mu$m. Nous retrouvons cette singularité lors de la dernière montée en pression pour une flèche plus élevée. Ceci

21. Parmi les quatre échantillons testés, c'est la membrane N° 1 qui présente la plus forte asymétrie.

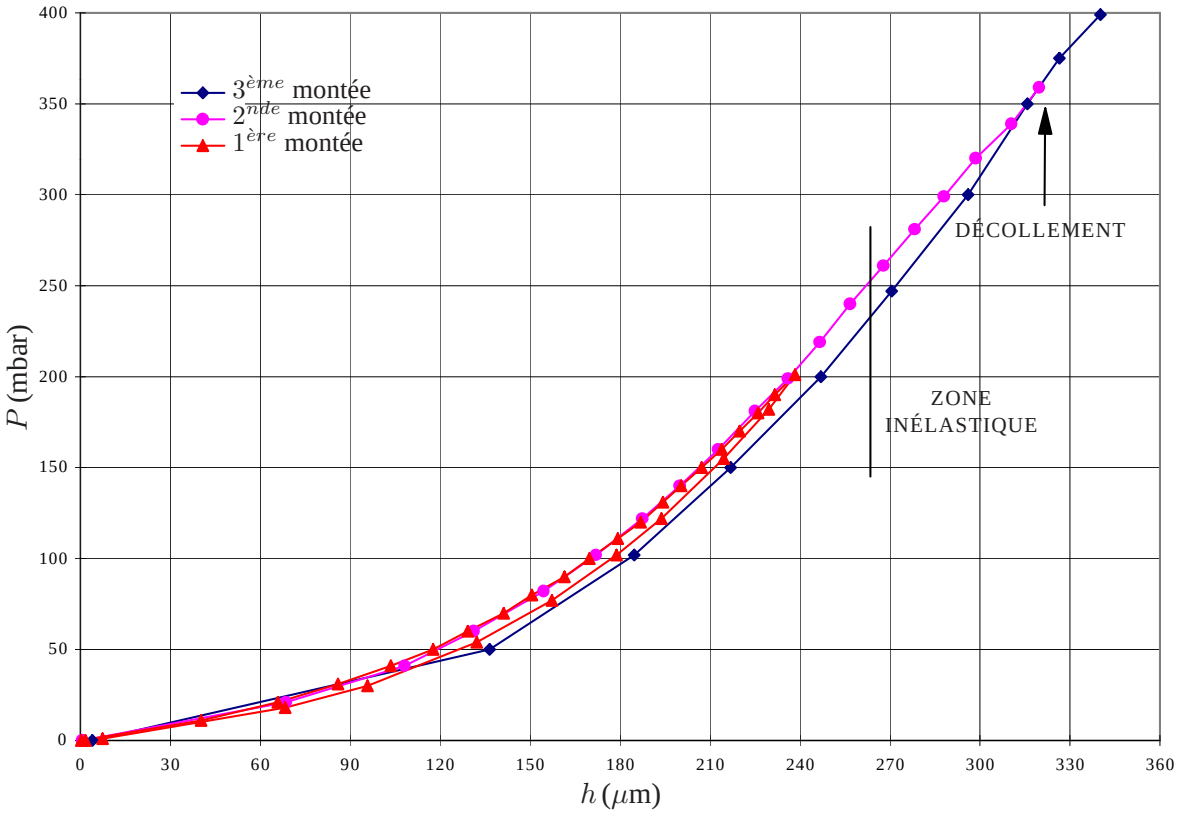
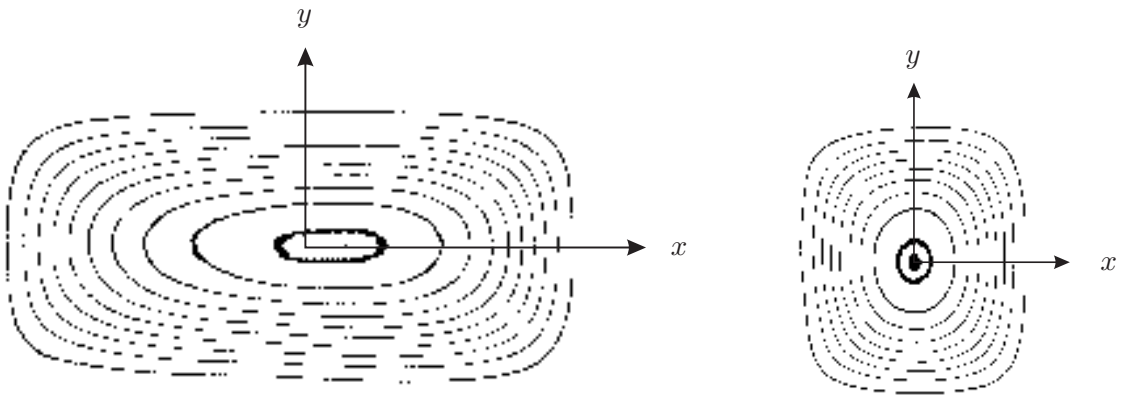



FIG. 7.6 – *Relation* pression/flèche, *membrane N° 4.*




(a) membrane N° 1 (b) membrane N° 2

FIG. 7.7 – *Exemples de courbes de niveau.*

laisse supposer que le matériau a subi une déformation inélastique. Le gonflement a été poussé au delà du début du décollement de la membrane, que l'on observe pour une pression d'environ

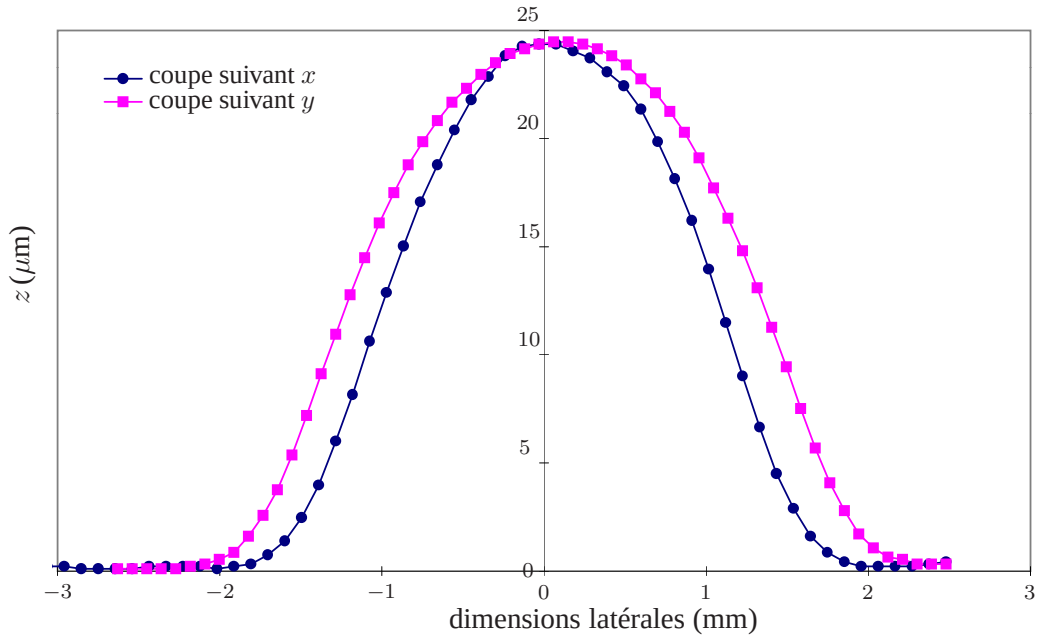



FIG. 7.8 – *Coupes suivant $x$ et $y$ pour $z_o = h$, $P = 20$ mbar, membrane N° 2.*

$350$ mbar.

La figure 7.8 représente sur un même graphe les coupes suivant $x$ et suivant $y$ passant par le sommet, $h$, de la membrane N° 2 pour une pression de $20$ mbar. On observe une déformée symétrique. Notons que dans le cas présent aucun lissage n'a été appliqué. Les images de franges de la figure 7.5 montrent d'ailleurs clairement la présence d'ombres[22] empêchant l'utilisation des filtres FFT pour ce type d'échantillon[23].

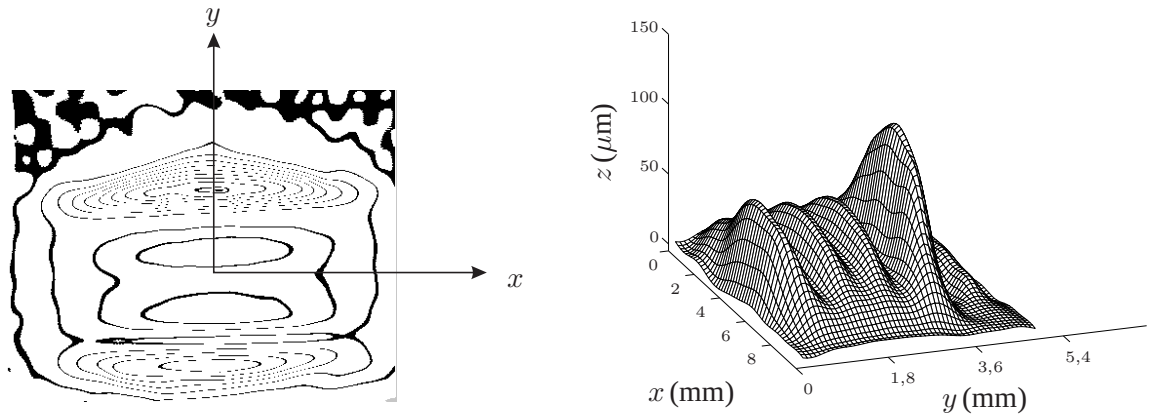
La figure 7.9 représente les courbes de niveau et une reconstruction tridimensionnelle de la membrane N° 4 après dégonflement total de l'échantillon. La déformation permanente observée prouve bien la présence d'une déformation inélastique. Cette déformation inélastique explique aussi les ondulations observées sur la figure 7.5(d). Elle est observée pour tous les échantillons entre $300$ mbar et $500$ mbar ce qui permet de proposer une limite élastique de :

$$\boxed{Y_0 = 55 \pm 10\,\text{MPa}}\,.$$

Les relations présentées au paragraphe 7.2 sont appliquées pour mesurer le module de plaque et la contrainte résiduelle. Les paramètres de correction, $C$ et $C_m$, calculés pour chaque échantillon figurent dans le tableau 7.1. Le coefficient de Poisson choisi est : $\nu_f = 0{,}3$. Les courbes $P/h = f(h^2)$ obtenues sont représentées sur la figure 7.10. La linéarité est correcte et permet de calculer $E_f$ et $\sigma_0$. Pour cela, nous mesurons simplement[24] la pente, $A$, et l'ordonnée à l'origine,

22. Ces ombres proviennent de la forte déflexion des membranes d'une part et de traces de colle en bordure des films d'autre part.

23. Voir paragraphe 3.3 page 37.




(a) courbes de niveau (b) reconstruction tridimensionnelle

FIG. 7.9 – *Forme après dégonflement, membrane N° 4.*

TAB. 7.1 – *Coefficients de correction retenus pour chaque membrane.*

| Échantillon | | | Géométrie | | | Coefficients retenus | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| N° | $e_f$ ($\mu$m) | $\nu_f$ | $a$ (mm) | $b$ (mm) | $r_l$ | $C_a$ | $C_m$ | $C$ | $C^*$ |
| 1 | 5,5 | 0,3 | 3,82 | 8,5 | 2,22 | 10,76 | 1,53 | 16,46 | 8,72 |
| 2 | 5,5 | 0,3 | 2,88 | 3,68 | 1,27 | 14,66 | 1,38 | 20,26 | 11 |
| 3 | 4 | 0,3 | 3,68 | 8,33 | 2,26 | 10,76 | 1,53 | 16,46 | 8,72 |
| 4 | 2 | 0,3 | 3,7 | 8,4 | 2,26 | 10,76 | 1,53 | 16,46 | 8,72 |

$B$. Nous sommes alors en mesure de proposer les résultats figurant dans le tableau 7.2.

TAB. 7.2 – *Résultats obtenus pour chaque membrane.*

| Échantillon | | | Paramètres retenus | | Résultats | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| N° | $e_f$ ($\mu$m) | $\nu_f$ | $A$ (mbar/$\mu$m$^3$) | $B$ (mbar/$\mu$m) | $E_f$ (GPa) | $\sigma_0$ (MPa) |
| 1 | 5,5 | 0,3 | $1{,}53 \cdot 10^{-5}$ | 0,36 | $2{,}5 \pm 0{,}1$ | 11 |
| 2 | 5,5 | 0,3 | $5{,}71 \cdot 10^{-5}$ | 0,87 | $2{,}5 \pm 0{,}1$ | 11,9 |
| 3 | 4 | 0,3 | $1{,}32 \cdot 10^{-5}$ | 0,46 | $2{,}6 \pm 0{,}1$ | 17,9 |
| 4 | 2 | 0,3 | $0{,}95 \cdot 10^{-5}$ | 0,32 | $3{,}7 \pm 0{,}1$ | 25 |

Avec la valeur de coefficient de Poisson adoptée, les résultats concernant le module d'Young sont cohérents. On remarque une faible variation en fonction de l'épaisseur mais le nombre d'échantillons testés est insuffisant pour affirmer qu'elle n'entre pas dans l'incertitude de me-

24. À l'aide d'une régression linéaire par moindres carrés.

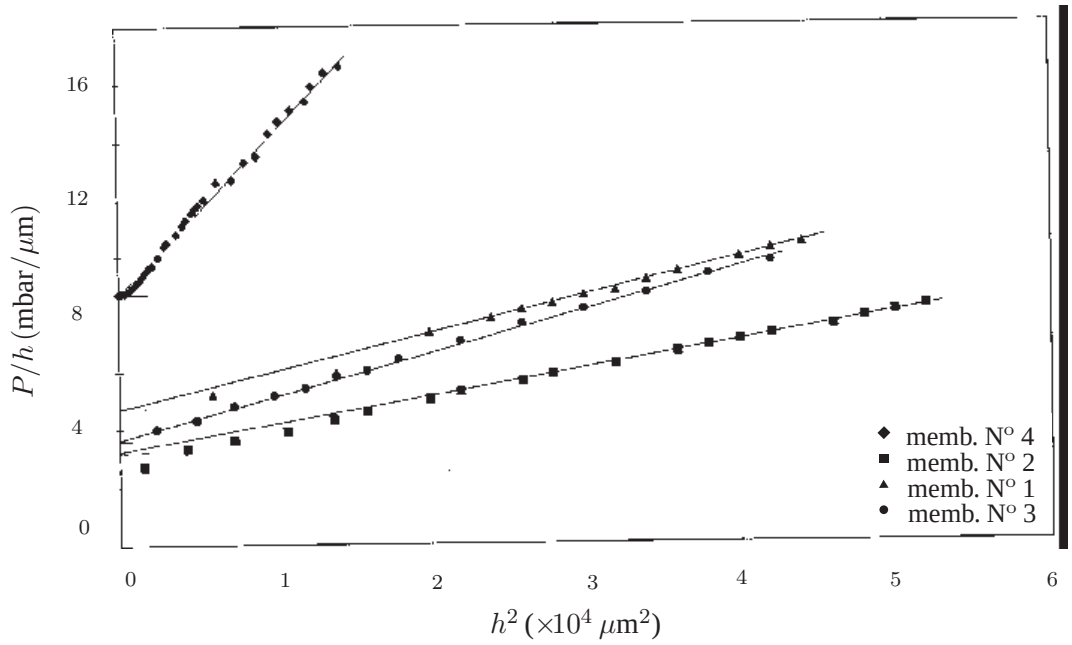



FIG. 7.10 – *Courbes expérimentales* $P/h = f(h^2)$.

sure. Nous proposons comme valeur moyenne :

$$\boxed{E_f = 2{,}8 \pm 0{,}5\,\text{GPa}}\,.$$

Par contre, concernant la contrainte résiduelle, nous notons une variation selon l'épaisseur du film. Nous proposons les valeurs suivantes :

$$\boxed{\begin{array}{l}\sigma_0 \simeq 25\,\text{MPa} \quad \text{pour} \quad e_f = 2\,\mu\text{m} \\ \sigma_0 \simeq 18\,\text{MPa} \quad \text{pour} \quad e_f = 4\,\mu\text{m} \\ \sigma_0 \simeq 11{,}5\,\text{MPa} \quad \text{pour} \quad e_f = 5{,}5\,\mu\text{m}\end{array}}\,.$$

$\sigma_0$ est une fonction décroissante de l'épaisseur.

Ces valeurs, rapportées à la section de la membrane, correspondent sensiblement à une même valeur de la force résiduelle de tension existant au sein du matériau, soit :

$$\boxed{F = 0{,}22 \pm 0{,}05\,\text{N}}\,.$$

### 7.4.2 Résultats de l'essai de nano-indentation

Une première campagne d'essais de nano-indentation a été réalisée par la méthode classique. Les résultats sont intéressants mais la technique est longue et fastidieuse. Le contact avec la surface de l'échantillon est, entre autres, difficile à détecter avec une bonne précision. Nous ne détaillons pas les différentes séquences d'indentations utilisées dans cette méthode. Notons

seulement que le module d'Young mesuré par extrapolation est :

$$\boxed{E_f = 2{,}7 \pm 0{,}3\,\text{GPa}}\,.$$

Il confirme les résultats obtenus par l'essai de gonflement.

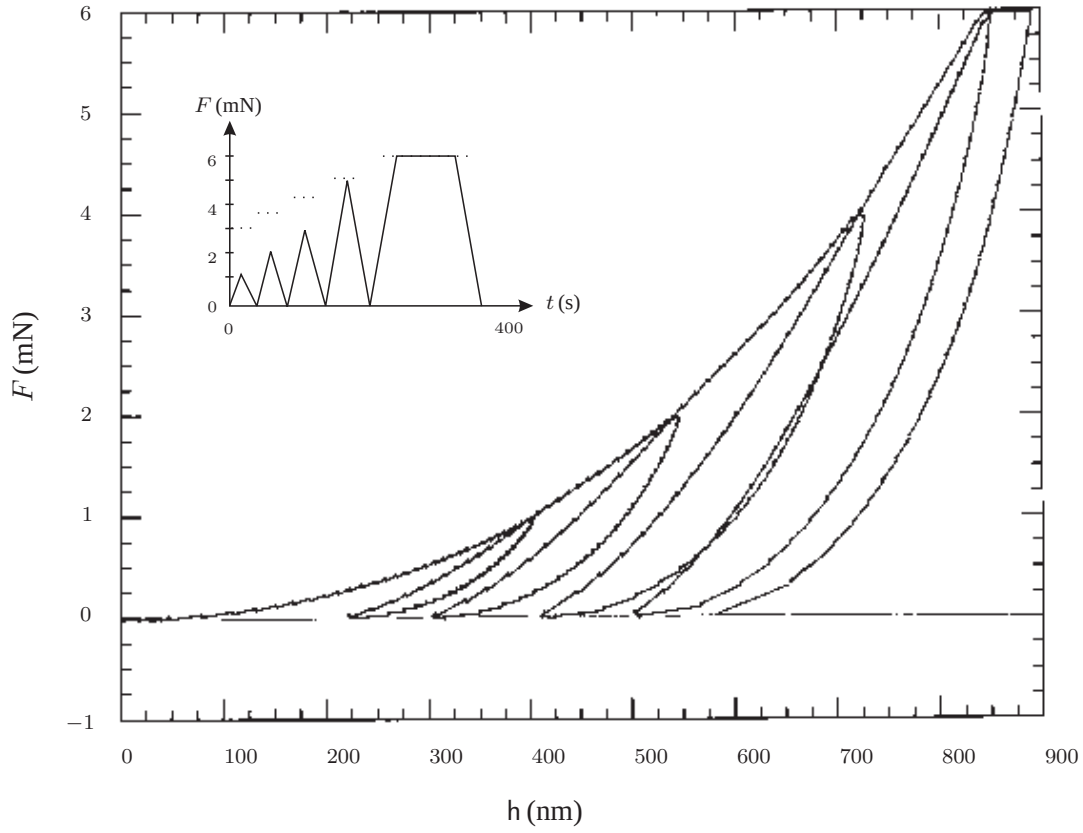



FIG. 7.11 – *Séquence de nano-indentation à charge imposée,* $F = f(\mathsf{h})$.

Concernant la mesure par rigidité continue, différentes séquences d'indentations ont été testées. La figure 7.11 montre un exemple de séquence à charge imposée, qui comprend plusieurs cycles *charge-décharge*, effectués sur la membrane N° 1.

Une dizaine de séquences comme celle-ci a été appliquée. La valeur du module d'Young apparent est déterminée sur l'ensemble des courbes de *charge-décharge*. Son évolution en fonction du déplacement est représentée sur la figure 7.12. On remarque que $E_f$ est une fonction fortement croissante de la charge, ce qui était prévisible. En effet, la valeur du module d'Young d'un matériau mou déposé sur un substrat beaucoup plus dur[25] ne peut être évaluée que pour des profondeurs d'indentation extrêmement faibles[26]. L'extrapolation de la courbe lorsque h tend vers

25. En l'occurrence, pour ce matériau : $H_{Bfilm}/H_{Bsubstrat} \simeq 10^{-3}$ et $E_{film}/E_{substrat} \simeq 3 \cdot 10^{-2}$.
26. Inférieures à 100 nm dans le cas présent.

zéro conduit à :

$$\boxed{E_f = 2{,}8 \pm 0{,}3\,\text{GPa}}\,.$$

On peut noter que la première valeur du module est obtenue pour une profondeur de $20\,\text{nm}$. Le

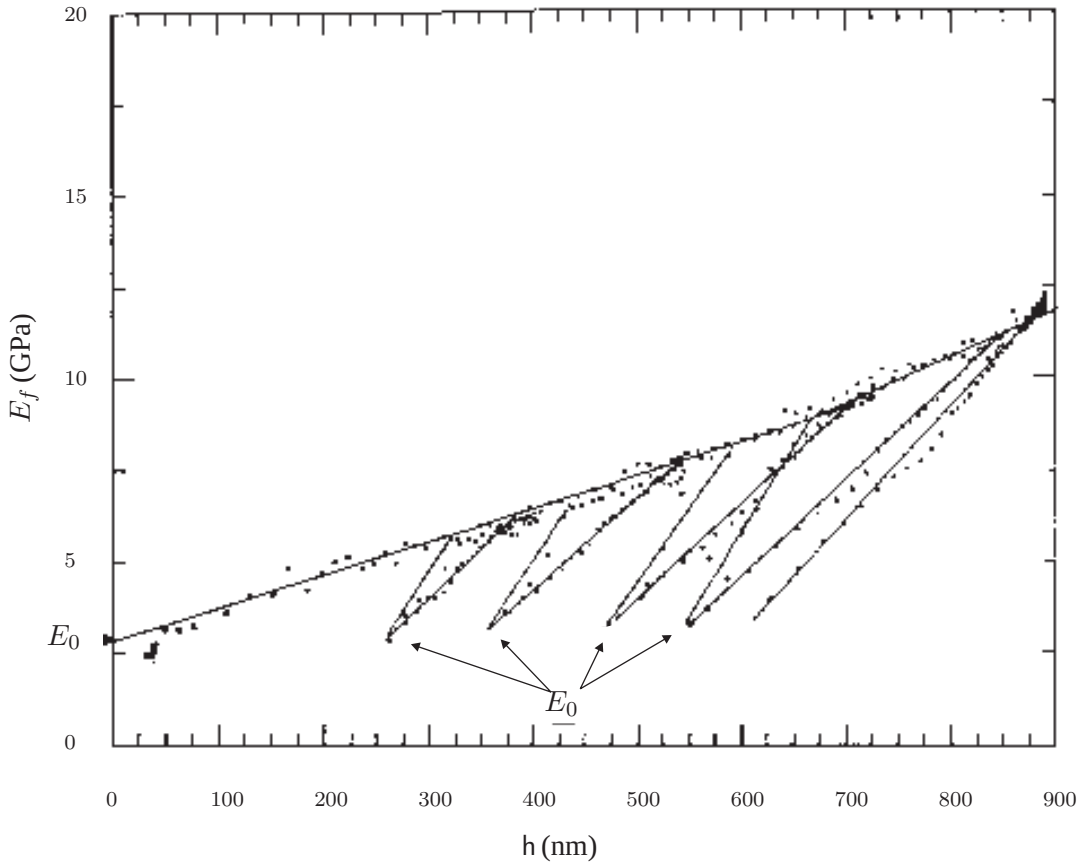



FIG. 7.12 – *Résultat expérimental de la séquence à charge imposée,* $E = f(\mathsf{h})$.

module d'Young peut aussi être mesuré durant les phases de décharge, lorsque $F$ tend vers zéro. Nous mesurons par cette voie :

$$\boxed{E_f = 2{,}7 \pm 0{,}4\,\text{GPa}}\,.$$

Cette valeur est conforme à celle obtenue lors des essais de gonflement.

En plus des séquences à charge imposée, des séquences à déplacement imposé ont été effectuées. Ces deux types d'essais permettent en général de mesurer les propriétés inélastiques d'un matériau. La figure 7.13 montre une séquence où une rampe est imposée à la vitesse de $8\,\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$. Une cinquantaine de séquences de ce type a été imposée à l'échantillon N° 2 et à l'échantillon N° 3. Les mesures du module d'Young et de la dureté du film en fonction de la profondeur d'indentation sont respectivement reportées sur la figure 7.14 et sur la figure 7.15.

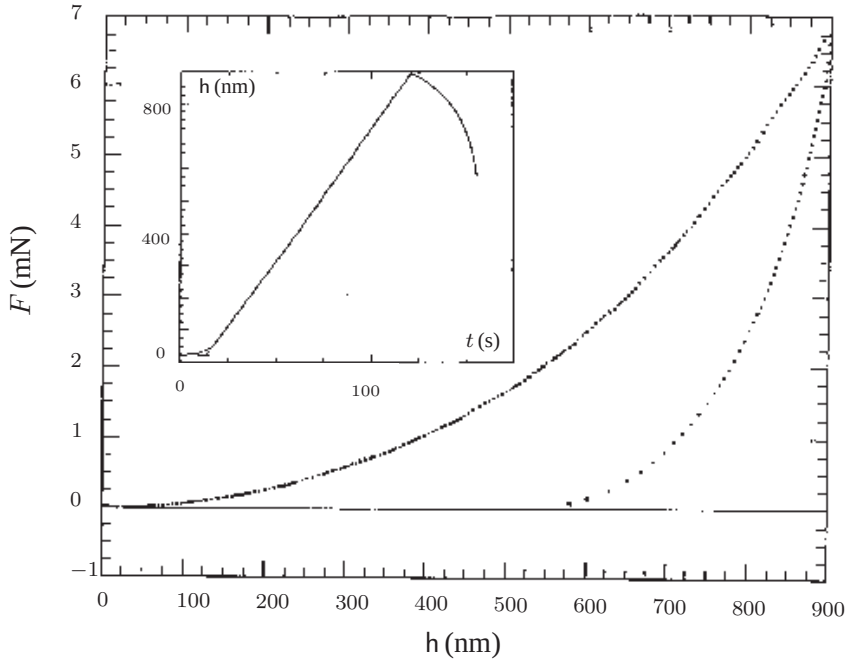



FIG. 7.13 – *Séquence de nano-indentation à déplacement imposé,* $F = f(\mathsf{h})$.

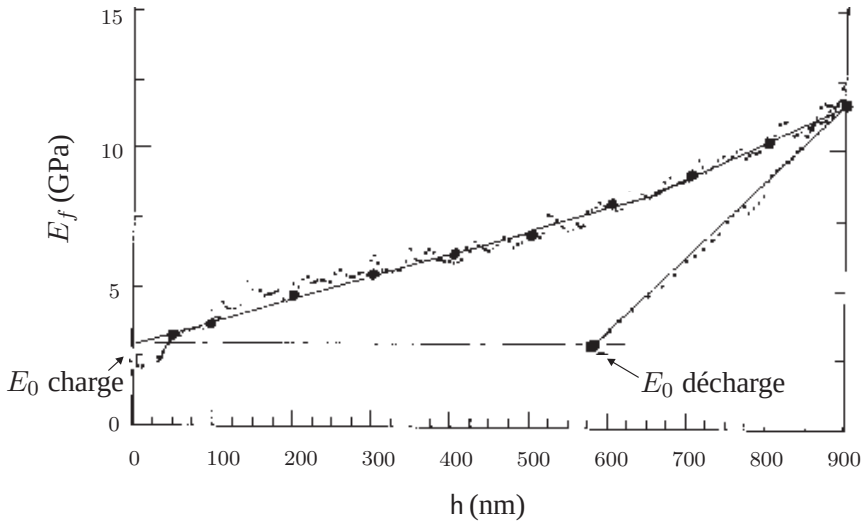



FIG. 7.14 – *Résultat expérimental de la séquence à déplacement imposé,* $E_f = f(\mathsf{h})$.

Chaque petit point correspond à une mesure selon la méthode de rigidité continue. Les gros points indiquent la moyenne calculée sur l'ensemble des mesures. Les résultats obtenus pour les

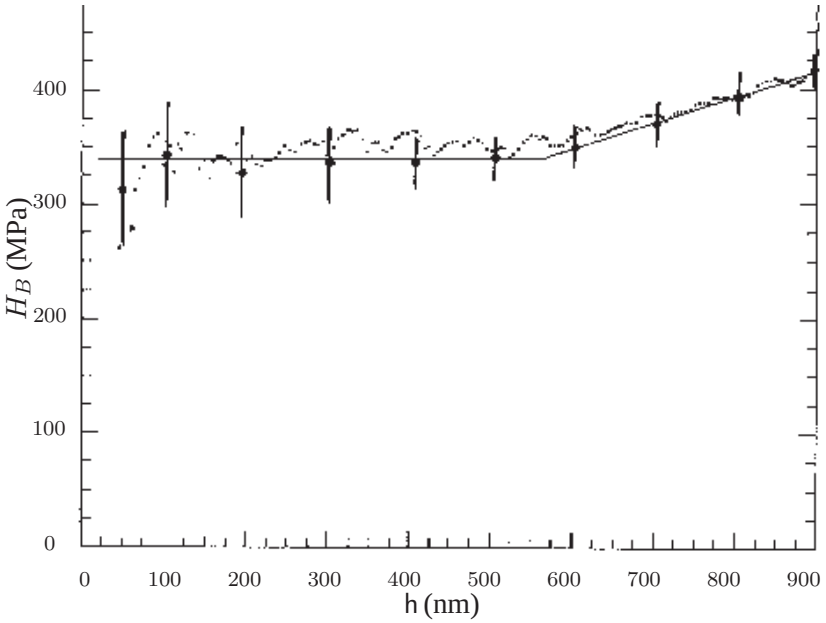



FIG. 7.15 – *Résultat expérimental de la séquence à déplacement imposé,* $H_B = f(\mathsf{h})$.

deux films testées par la méthode de rigidité continue avec déplacement imposé donnent :

$$\left.\begin{array}{l} E_f = 3{,}1 \pm 0{,}3\,\text{GPa} \\ H_B = 335 \pm 30\,\text{MPa} \end{array}\right\} \quad \text{pour} \quad e_f = 2\,\mu\text{m},$$

$$\left.\begin{array}{l} E_f = 2{,}8 \pm 0{,}3\,\text{GPa} \\ H_B = 332 \pm 15\,\text{MPa} \end{array}\right\} \quad \text{pour} \quad e_f = 5{,}5\,\mu\text{m}.$$

Les résultats sont cohérents avec ceux déjà obtenus. Comme précédemment, on observe une influence de la profondeur d'indentation sur la mesure du module d'Young.

## 7.5 Bilan de la troisième étude

Les deux moyens de mesure mis à l'épreuve sont tout à fait complémentaires. Les résultats quasi identiques de la mesure du module d'Young permettent de dire que les propriétés de ce polyimide sont correctement quantifiées, les deux méthodes utilisées faisant appel à des techniques différentes.

Nous retenons les valeurs suivantes :

$$\begin{array}{l} E_f = 2{,}8 \pm 0{,}3\,\text{GPa} \quad \text{pour} \quad \nu_f = 0{,}3 \\ Y_0 = 55 \pm 10\,\text{MPa} \\ H_B = 334 \pm 25\,\text{MPa} \\ 11 \leq \sigma_0 \leq 25\,\text{MPa} \quad \text{pour} \quad 2 \leq e_f \leq 5{,}5\,\mu\text{m} \end{array}.$$

La mesure de contrainte résiduelle de tension par gonflement de membranes semble être une technique fiable. Par ailleurs, des essais déjà réalisés avec cette méthode ont mis en évidence des contraintes résiduelles de tension inférieures à $10$ MPa au sein de membranes monocouches de silicium monocristallin [1]. Elle est donc adaptée aussi bien aux matériaux fragiles qu'aux matériaux ductiles, aux matériaux rigides qu'aux matériaux souples.

On retiendra de plus la bonne précision des résultats obtenus par l'essai de gonflement associé à la projection de franges. La mesure de la flèche à $\pm 2\,\%$ et le grand nombre de points des courbes $P/h = f(h^2)$ permettent de connaître le module biaxial, $Y_b$, avec une faible incertitude. La précision sur la valeur du module d'Young mesurée par gonflement de membrane est donc de $\pm 3\%$ pour chaque essai, en regard d'une précision de $\pm 10\%$ obtenue avec l'essai de nano-indentation. Notons toutefois que la précision du module d'Young en gonflement est fortement liée aux incertitudes sur les dimensions de la membrane.

Les deux méthodes font cependant appel à une estimation initiale du coefficient de Poisson.

Un plus grand nombre d'échantillons permettrait de mesurer, par gonflement, le coefficient de Poisson[27] et une éventuelle influence de l'épaisseur des films sur le module d'Young.

27. En testant, pour chaque épaisseur, des membranes carrées et des membranes rectangulaires très allongées [90].

# Chapitre 8

# Résumé et discussion sur la première partie

La première partie du mémoire de thèse est consacrée à l'étude de l'effet des contraintes résiduelles sur les films minces.

Trois voies complémentaires ont été explorées. Dans les trois cas, la projection de franges est utilisée pour mesurer le champ de déplacements hors-plan. On montre qu'elle permet de s'adapter rapidement aux conditions expérimentales que nous envisageons.

Le cas du bicouche *film/substrat* dont le film est soumis à une contrainte de compression est traité en premier. Les échantillons utilisés sont des *wafers* de silicium oxydés sur une face. Nous désirons par l'intermédiaire de cet échantillon de forme simple vérifier la validité des formules de type Stoney.

La méthode d'analyse de la déformée en champ complet a permis d'observer les formes, en réalité non triviales, qu'adoptent les *wafers* sous certaines conditions d'épaisseurs et de contraintes résiduelles.

Nous montrons expérimentalement que lorsque la contrainte est trop importante dans le film, la déformée en calotte sphérique ne répond plus au critère d'énergie élastique minimale. Cette hypothèse est confirmée par une étude théorique non développée ici.

Nous montrons expérimentalement, mais sans apporter d'explication, que lorsque le rapport des épaisseurs *substrat/film* est faible, les échantillons adoptent une forme de voûte. Ajoutons simplement deux remarques à ce sujet. Seuls les échantillons les plus minces présentent ce comportement et la direction ne présentant pas de courbure est du type $<100>$.

Nous proposons cependant une première estimation du taux de contrainte moyen dans le film pour les échantillons présentant de faibles déformations. Il semble que les films d'oxyde soient plus contraints sur les *wafers* $<110>$ que sur les *wafers* $<100>$. Ce résultat s'explique sans doute par la plus faible rigidité, en moyenne, de ces derniers. Par contre, malgré l'anisotropie du substrat, nous n'observons pas d'anisotropie de la contrainte thermique.

Notons que la bonne connaissance des coefficients d'élasticité du substrat, traités au troisième chapitre, permet de prendre en compte son anisotropie mécanique.

Si les déformées des bicouches aux bords libres ne sont pas toujours intuitives, celles des

membranes encastrées le sont encore moins.

En utilisant la méthode de projection de franges dans une gamme de mesure différente, parfois proche des limites de résolution, on a pu analyser ces déformées dans la seconde étude. Aucune approche théorique n'est proposée pour quantifier la contrainte dans le film. Il y a certes un lien entre la déformée et la contrainte thermique de compression dans les membranes encastrées, mais des contraintes dues au flambage des membranes s'ajoutent aux contraintes résiduelles.

Il est simplement sous-entendu qu'on ne peut plus assurer que le film soit en tension ou en compression.

Cette remarque vient du fait qu'une membrane monocouche sans contrainte résiduelle mais soumise à du flambage présente à coup sûr une contrainte de tension à proximité des zones convexes et une contrainte de compression à proximité des zones concaves, l'enveloppe intermédiaire étant neutre. En effet, dans cette configuration, les contraintes dues au flambage peuvent être comparées qualitativement aux contraintes d'une plaque soumise à une flexion sous effort normal.

À l'opposé, un film sujet à une contrainte thermique lié à un substrat à bords libres est en tension s'il est situé dans une zone concave et en compression s'il est situé dans une zone convexe.

Lorsque les deux phénomènes sont en présence, il y a équilibre de l'ensemble mais on ne peut pas négliger les contraintes dues au flambage.

S'il est par contre une forme qui ne peut subir du flambage, c'est bien le film monocouche en tension. Il fait l'objet de la dernière étude présentée dans cette partie. On accède à la valeur de la contrainte résiduelle par l'essai de gonflement et la relation *pression/flèche* qui en découle. Les résultats obtenus sont confrontés avec succès à des essais de nano-indentation. Cette application constitue une bonne transition vers la seconde partie du mémoire de thèse : la traction sur film mince.

En effet, si les deux premières études sont un peu éloignées des méthodes d'analyses traditionnelles utilisées en rhéologie, le dernier chapitre présente deux méthodes classiques de caractérisation des propriétés mécaniques. Elles sont simplement adaptées à des dimensions micrométriques.

Nous avons abordé succinctement la presque nécessité de connaître *a priori* le coefficient de Poisson du matériau dans ces deux méthodes. Cela n'est pas le cas dans l'essai de traction. On verra qu'il est par ailleurs à la base de nombreux moyens d'investigation.

# Seconde partie

# Traction sur films minces

# Chapitre 1

# Pourquoi l'essai de traction ?

La rhéologie est la science de l'écoulement des matériaux. Elle consiste principalement à étudier les relations entre les contraintes et les déformations qui naissent au sein d'un matériau, lorsque celui-ci est soumis à diverses sollicitations. Dans le cas le plus général de l'élasticité linéaire isotrope[1], ces deux grandeurs sont reliées par un tenseur du quatrième ordre[2] :

$$\bar{\bar{\sigma}} = \bar{\bar{\bar{\bar{C}}}} \cdot \bar{\bar{D}} \tag{1.1}$$

avec $\bar{\bar{\sigma}}$ (Pa) : tenseur des contraintes ,
$\bar{\bar{\bar{\bar{C}}}}$ (Pa) : tenseur des coefficients élastiques ou tenseur de rigidité,
$\bar{\bar{D}}$ : tenseur des taux de déformations.

On peut aussi exprimer ces relations de manière inverse $\bar{\bar{D}} = \bar{\bar{\bar{\bar{S}}}} \cdot \bar{\bar{\sigma}}$ où $\bar{\bar{\bar{\bar{S}}}}$ est le tenseur de souplesse.

Cependant, on se trouve fréquemment dans le cas d'un matériau homogène et isotrope, et seuls restent deux coefficients indépendants : le module d'Young $E$ et le coefficient de Poisson $\nu$. On exprime alors les déformations en fonction des contraintes par la loi de comportement de l'élasticité linéaire :

$$\boxed{\bar{\bar{D}} = \frac{1+\nu}{E}\bar{\bar{\sigma}} - \frac{\nu}{E}\Theta_1 \bar{\bar{I}}} \tag{1.2}$$

avec $\bar{\bar{D}}$ : tenseur des taux de déformations,
$\nu$ : coefficient de Poisson,
$E$ (Pa) : module d'Young,
$\bar{\bar{\sigma}}$ (Pa) : tenseur des contraintes ,
$\Theta_1$ (Pa) : premier invariant du tenseur des contraintes ($\Theta_1 = \sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}$),
$\bar{\bar{I}}$ : tenseur identité du second ordre.

1. Théorie linéaire de l'élasticité au voisinage de l'état naturel qui sous entend une linéarisation géométrique par l'hypothèse des petites déformations et une linéarisation physique par un développement en série de Taylor au premier ordre des variations de déplacement.

2. Tenseur comportant $81$ coefficients dont $36$ coefficients indépendants qui se réduisent à $21$ coefficients indépendants lorsque le matériau subit des transformations isothermes.

L'essai le plus intuitif et le plus simple permettant d'obtenir ces deux coefficients est l'essai de *traction-compression* uniaxial. En effet, $E$ caractérise dans ce cas l'allongement dans l'axe de traction et $\nu$ la contraction transversale. L'essai de traction est, de ce fait, le plus répandu et constitue la base de nombreux moyens d'investigation rhéologique :

- l'essai d'écrouissage ;
- l'essai de fluage ;
- l'essai de relaxation ;
- les essais de fatigue ;
- l'étude de l'endommagement ;
- l'étude de la plasticité et des phénomènes de viscosité...

Concernant le cas d'un film mince, on est confronté à un problème de taille (dans les deux sens du terme). En effet, l'épaisseur du film supprime à l'échantillon toute rigidité. Sa manipulation est rendue délicate. Tout contact avec celui-ci doit être évité ; l'emploi classique de jauges de déformations[3] est donc impossible. La cinématique impose un positionnement parfait de l'éprouvette, sans quoi les conditions de traction pure ne sont pas vérifiées. Ce point rend délicat, voire impossible, la traction de matériaux fragiles extrêmement minces.

C'est pourquoi on trouve relativement peu d'exemples d'essais de traction sur films minces dans la littérature. Les méthodes couramment utilisées pour mesurer les coefficient élastiques des films minces sont les mesures de mode de vibration [98], les mesures par propagation d'ultrasons [99], puis conformément au chapitre 7 de la première partie, les essais de nano-indentation et les essais de gonflement de membrane. Dans le cas de ces deux derniers essais et dans l'essai de flexion de micropoutre [100], on note cependant une influence importante des caractéristiques géométriques des éprouvettes puis la presque nécessité de connaître *a priori* le coefficient de Poisson du matériau [7].

Les difficultés à mettre au point un tel banc d'essai font qu'au L.M.A.R.C nous ne nous intéressons à la traction sur film mince qu'après avoir développé les essais de gonflement et de flexion, fort des expériences acquises ailleurs et conscient des possibilités offertes par cet essai.

La fixation de l'échantillon doit donc faire l'objet de précautions particulières. Un banc d'essai a été spécialement conçu pour la traction sur films minces. Ces différents éléments techniques ainsi que les spécificités de la traction sur film mince font l'objet du premier chapitre de cette seconde partie.

La mesure des déformations sera obtenue via le calcul du champ de déplacements dans le plan, en surface de l'échantillon. Le second chapitre sera donc consacré à la technique employée : la « photographie numérique de *speckle* ».

Enfin, les premiers résultats obtenus seront présentés dans le troisième et dernier chapitre.

3. Les jauges de déformations sont des éléments résistifs que l'on colle à la surface des échantillons.

# Chapitre 2

# L'aspect mécanique de la traction des films minces

Après un bref rappel des conditions idéales de traction uniaxiale, ce chapitre présente le mécanisme de traction sur film mince développé dans le cadre de ce travail de thèse. La principale difficulté de cet essai réside dans l'amarrage de l'échantillon. Une première expérience dans le domaine permet de proposer deux solutions : la première est adaptée aux matériaux ductiles, la seconde est adaptée aux matériaux fragiles. Les matériaux tests sont le cuivre électrodéposé et le silicium monocristallin. Les choix technologiques adoptés, s'ils ne sont pas parfaits, conduisent néanmoins à des résultats reproductibles.

## 2.1 Les relations *contraintes/déformations*

L'essai de traction consiste en un chargement mécanique axial tel qu'il est représenté sur la figure 2.1. En règle générale, compte tenu de sa minceur, l'éprouvette se situe dans des conditions de contraintes planes :

$$\sigma_{zz} = \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0. \tag{2.1}$$

On peut de plus considérer que le champ de déplacements est indépendant de $z$.

Dans ces conditions idéales de traction pure suivant l'axe $x$, le tenseur des contraintes s'écrit :

$$[\bar{\bar{\sigma}}] = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \text{ où } \quad \sigma_{xx} = \frac{F_t}{s} \tag{2.2}$$

avec $F_t$ (N) : effort normal,
$s$ (m$^2$) : section droite.

Compte tenu de la la relation 1.2, pour un matériau homogène isotrope le champ de défor-

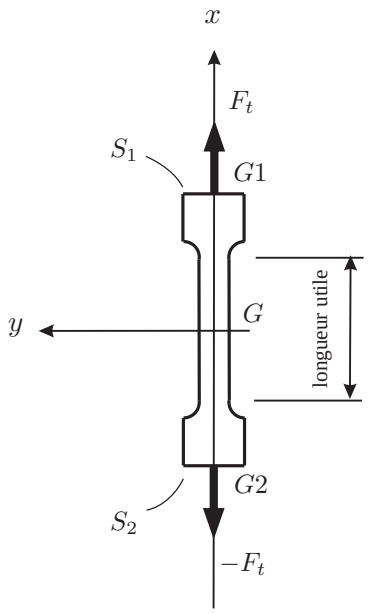



FIG. 2.1 – *Chargement de l'éprouvette de traction.*

mations s'écrit :

$$[\bar{\bar{D}}] = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & -\nu\varepsilon_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & -\nu\varepsilon_{xx} \end{bmatrix} \text{ où } \quad \varepsilon_{xx} = \frac{\sigma_{xx}}{E}\,, \tag{2.3}$$

avec $\varepsilon_{kk}$ : déformation suivant $k$.

Une attention particulière est tout de même à prendre si la largeur de l'échantillon est grande devant sa longueur – elle même grande devant son épaisseur – on risque de se situer dans le cas des déformations planes : $\varepsilon_{yy} = 0$. Cette condition modifie les relations de traction pure *contraintes/déformations* et doit être évitée.

## 2.2 Le dispositif expérimental

### 2.2.1 Cahier des charges

1. dimensions « maximales » de l'échantillon :
   - largeur $10$ mm,
   - longueur utile $30$ mm,
   - épaisseur $100\,\mu$m ;
2. module d'Young admissible pour ces dimensions $E = 200$ GPa ;

3. contrainte de traction maximale[1] $\sigma_M = 2000\,\text{MPa}$ ;
4. vitesse de déformation[2] $\dot{\varepsilon}$ entre $10^{-4}\,\text{s}^{-1}$ et $10^{-7}\,\text{s}^{-1}$.

### 2.2.2 Le mécanisme de traction

Partant de ce cahier des charges, nous avons conçu le mécanisme de traction représenté sur la figure 2.2[3].

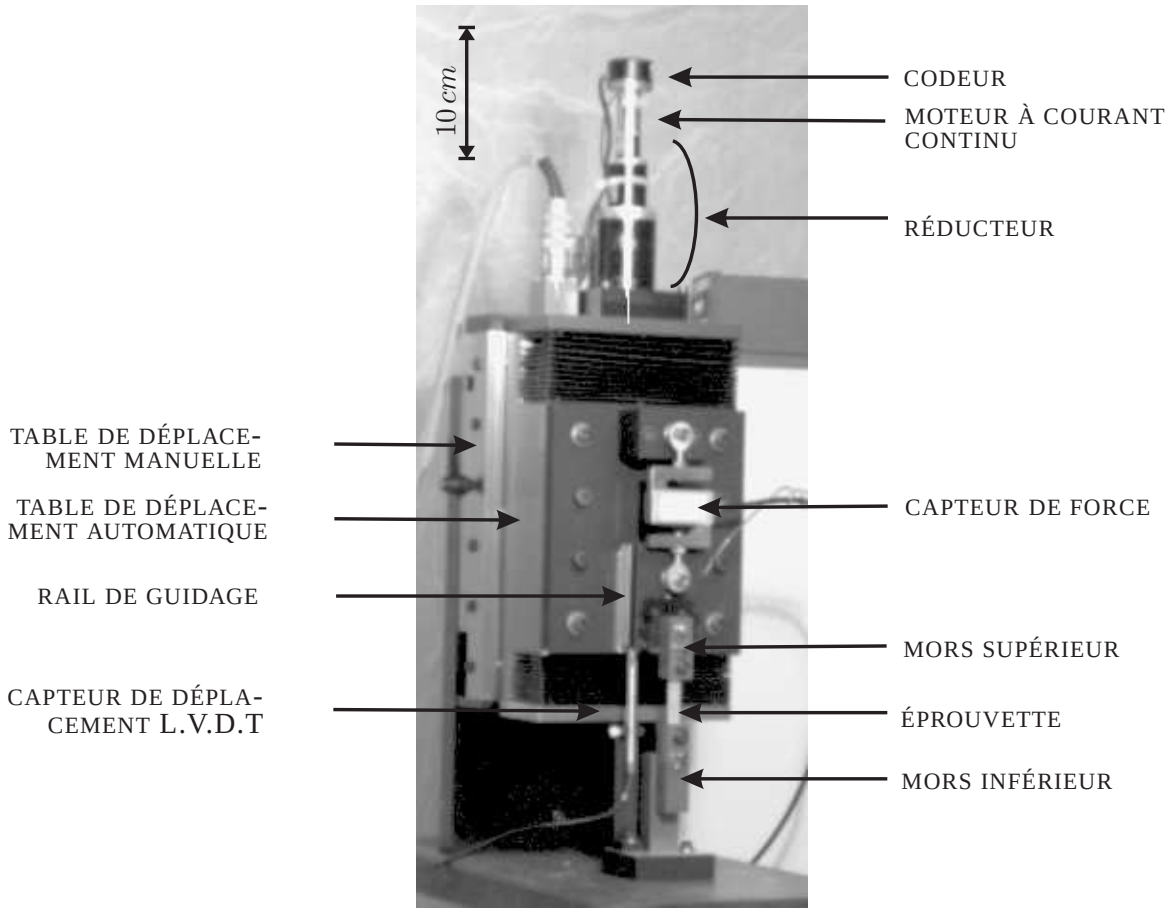



FIG. 2.2 – *Mécanisme de traction.*

Une table de déplacement manuelle permet une mise en position rapide de l'éprouvette. Le déplacement vertical est obtenu par un ensemble *motoréducteur-vis à billes-table de déplacement automatique*. Le motoréducteur est composé d'un moteur à courant continu, d'un réducteur

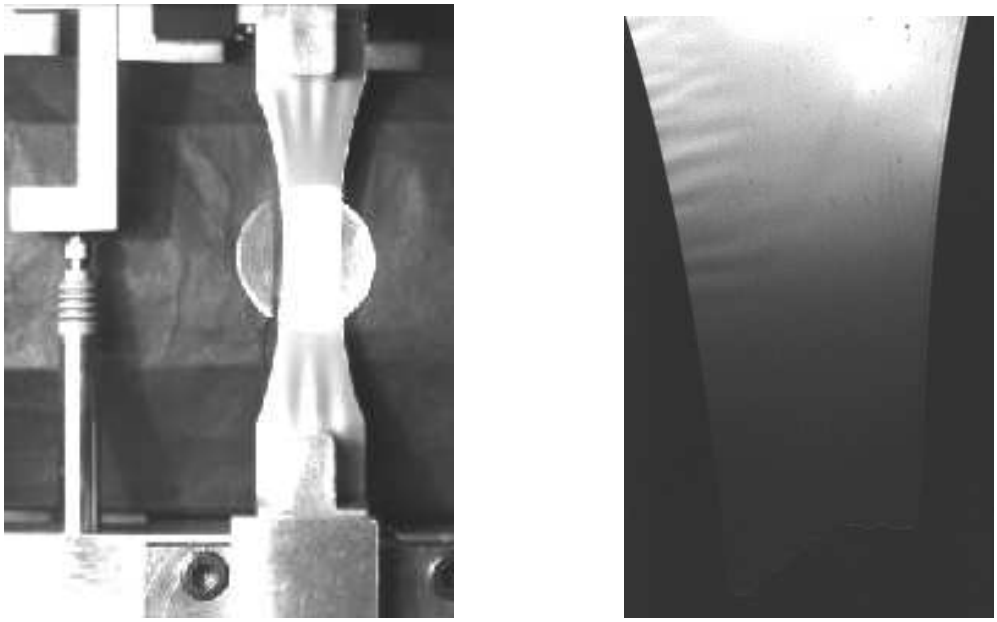
1. Ce qui correspond à un effort maximum de traction $F_t = 2000\,\text{N}$ pour les valeurs ci-dessus.
2. Ce qui correspond à une vitesse de traction $V_t$ allant de $30 \cdot 10^{-7}\,\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ à $30 \cdot 10^{-10}\,\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$.
3. Merci à Gilbert Laithier, L.M.A.R.C, pour son aide dans la mise au point et la réalisation du mécanisme de traction.

au $1/200.000^e$ de type *Harmonic Drive*™, et d'un codeur. Il permet d'obtenir de très faibles vitesses de déplacement[4]. Le pilotage du motoréducteur est asservi par une carte électronique équipée de son propre microprocesseur et intégrée à un micro-ordinateur PC. L'asservissement est contrôlé par une boucle « PID+*feedforward* » qui permet d'effectuer tout type de séquence[5].

Un capteur de déplacement linéaire est placé entre les mors pour tracer éventuellement la relation *force/déplacement* de manière analogique. L'effort de traction est mesuré par un capteur de force classique[6] en S. Un rail de guidage à billes est situé entre le mors supérieur et le capteur de force pour minimiser l'influence de celui-ci.

### 2.2.3 Usinage et accrochage de l'échantillon

Les premiers tests que nous avons réalisés mettent en évidence les précautions à prendre lors de la réalisation et de la fixation d'éprouvettes minces [101]. Les images de la figures 2.3 offrent deux exemples de problèmes typiques que l'on peut rencontrer dans ce domaine. Sur



(a) plis sur un film de traction

(b) ondulations sur un bord après rupture

FIG. 2.3 – *Exemple de problèmes rencontrés en traction sur film mince.*

l'image 2.3(a) on remarque, grâce à un jeu d'ombres approprié, des plis au niveau de l'accrochage d'une éprouvette d'épaisseur $18\,\mu$m. Ces plis caractérisent une mauvaise répartition du

4. Vitesse maximale : $135\,\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ soit $2{,}25\cdot10^{-6}\,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.

5. Les accélérations sont paramétrées ; on peut imposer un échelon de vitesse, un asservissement sur le déplacement, un asservissement sur la force, etc...

6. Nous disposons de trois modèles de charge admissible maximale : 200 N, 500 N et 2500 N.

serrage[7]. L'image 2.3(b) montre, quant à elle, des ondulations irréversibles après décharge sur le bord libre gauche de l'éprouvette. Ces ondulations prouvent que ce bord a subi, lors de la traction, un chargement plus important[8] que son homologue droit. Ces problèmes d'accrochage et d'alignement sont classiques en traction de film mince [102].

Il faut en réalité distinguer chaque cas en fonction des caractéristiques du matériau à étudier. Les techniques ne peuvent pas être les mêmes pour un échantillon rigide et un échantillon souple, pour un matériau fragile et un matériau ductile... On notera tout de même une procédure commune à l'ensemble des échantillons minces : il est souhaitable d'utiliser une structure « non déformable » pour monter l'éprouvette sur le mécanisme de traction.

Jankowski et Tsakalakos utilisent, pour un matériau ductile, deux bandes latérales qui sont coupées après montage [103]. Noyan et Sheikh effectuent la traction directement sur le bicouche [104]. Mazza et al. testent des éprouvettes peu élancées en matériau rigide (silicium). Read et Dally testent quatre éprouvettes en parallèles [105]. Ogawa et al. ont opté pour des bandes latérales cassables après montage [106].

Nous présentons pour notre part deux exemples de traction sur des matériaux très différents :

– le film de cuivre, matériau très ductile ;

– le film de silicium, matériau extrêmement fragile[9].

**Un exemple de matériau ductile : le cuivre**

Le matériau ductile que nous choisissons est un cuivre électrodéposé utilisé pour réaliser des circuits imprimés. Il se présente sous forme de feuillets[10]. Pour limiter les dispersions sur les dimensions latérales des éprouvettes, plusieurs feuilles sont placées entre deux plaques d'acier. Nous usinons l'ensemble par électro-érosion selon le modèle de la figure 2.4.

Le pincement d'un matériau ductile entre deux mors ne pose pas de difficulté. Les surfaces doivent être planes et le serrage uniforme. Le problème réside dans sa manipulation.

La solution que nous proposons consiste à utiliser un gabarit de montage des mors sur le banc d'essai. L'éprouvette étant préalablement fixée dans ses mors[11], l'ensemble *mors-gabarit* est mis en place sur le banc d'essai. Puis le gabarit est retiré. Nous montrons le montage intermédiaire sur la figure 2.5. Le mors supérieur est suspendu verticalement et le mors inférieur est en liaison pivot autour de son centre de gravité. Ceci devrait éviter un moment de flexion dans le plan dû à la masse des mors[12]. On verra lors de la présentation des résultats obtenus avec ce type d'éprouvette que la qualité de l'amarrage est un facteur important en début de traction.

7. On obtient le même type de plis en étirant un tissu entre les mains.
8. Donc une déformation inélastique plus importante.
9. Tout au moins lorsqu'il est sous forme de film mince.
10. On dispose de trois épaisseurs différentes : $18\ \mu$m, $35\ \mu$m et $70\ \mu$m.
11. Cette étape étant la plus délicate puisqu'il est nécessaire de toucher l'éprouvette.
12. La masse de l'échantillon, quelques grammes, est négligeable devant celle des mors, environ $250$ g.

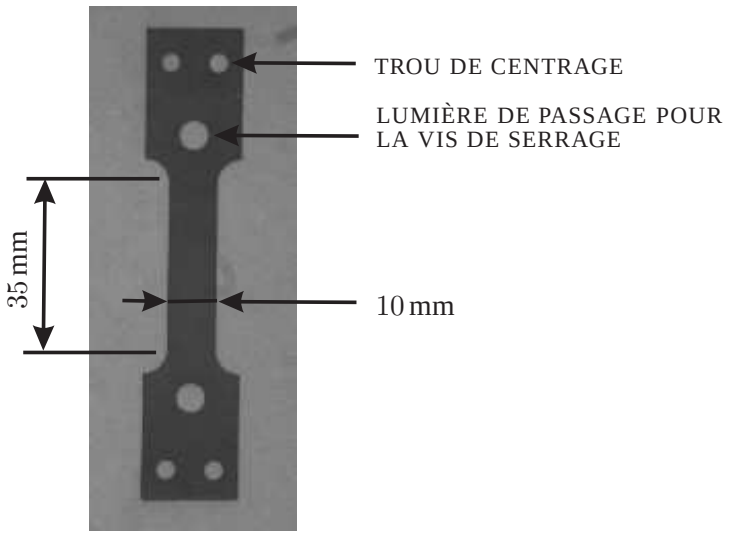



FIG. 2.4 – *Forme de l'éprouvette de cuivre.*

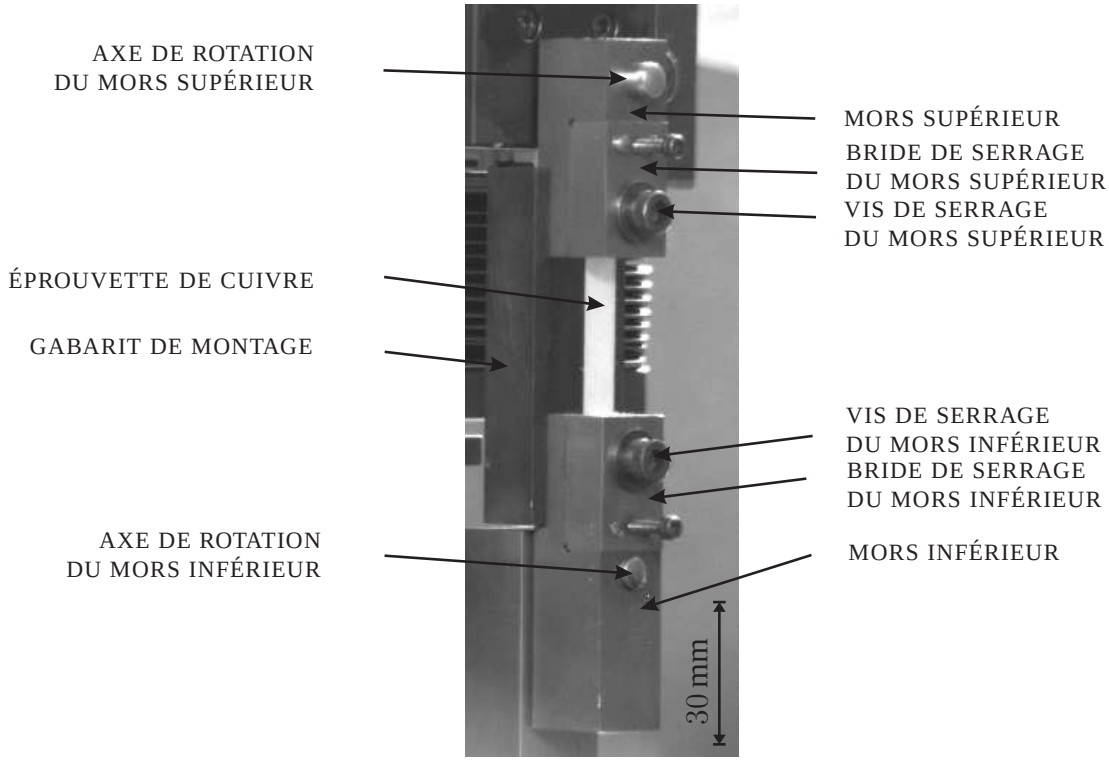



FIG. 2.5 – *Montage de l'éprouvette de cuivre.*

**Un exemple de matériau fragile : le silicium**

Comme exemple de matériau fragile, nous choisissons un échantillon de silicium monocristallin d'orientation $< 100 >$. Le procédé d'usinage est identique à celui présenté au paragraphe 2.2.2 en page 21, utilisé pour réaliser les membranes bicouches $SiO_2/Si$.

Il y a tout de même deux différences :

– l'attaque chimique est effectuée sur les deux faces de manière à perforer le *wafer* de silicium aux endroits désirés ; ceci nécessite la réalisation de deux masques complémentaires ;

– l'oxyde de silicium est intégralement supprimé par une attaque chimique au BHF.

Les éprouvettes de silicium monocristallin ont la forme représentée sur la figure 2.6. Cinq

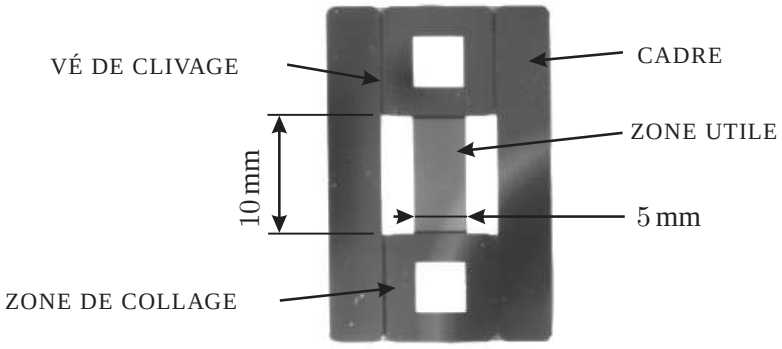



FIG. 2.6 – *Éprouvette de silicium solidaire de son cadre.*

éprouvettes de ce type sont usinées sur un même *wafer* (Fig. 2.7). Dans les *wafers* $< 100 >$, les directions cristallographiques $[\bar{1}\bar{1}0]$ et $[\bar{1}10]$ présentent les mêmes caractéristiques mécaniques. Toutes les éprouvettes d'un *wafer* sont donc considérées identiques.

L'éprouvette est solidaire d'un cadre que l'on cassera après la fixation de l'ensemble sur le banc d'essai. Il est donc possible de la manipuler sans la rompre.

Pour cette application, il n'est plus possible de pincer l'éprouvette. Nous optons pour une fixation par collage[13].

Un matériau fragile ne supporte par ailleurs pas le moindre défaut d'alignement[14]. Les mors utilisés pour le cuivre sont liés à leur support par une liaison pivot glissant. Cette liaison supprime le degré de liberté en rotation autour de l'axe de traction $x$ et de l'axe transversal $y$. Elle ne convient donc pas à l'éprouvette de silicium. Il semble impératif d'utiliser des liaisons rotules tout en gardant une certaine rigidité.

Notre choix s'oriente vers des roulements rigides à une rangée de billes. Leur rigidité leur permet de servir de support à l'éprouvette et ils offrent un jeu angulaire suffisant pour ne pas contrarier son positionnement. Le montage réalisé est présenté sur la figure 2.8[15]. L'éprouvette

13. Colle epoxy.

14. Il introduirait une flexion qui serait fatale à l'échantillon.

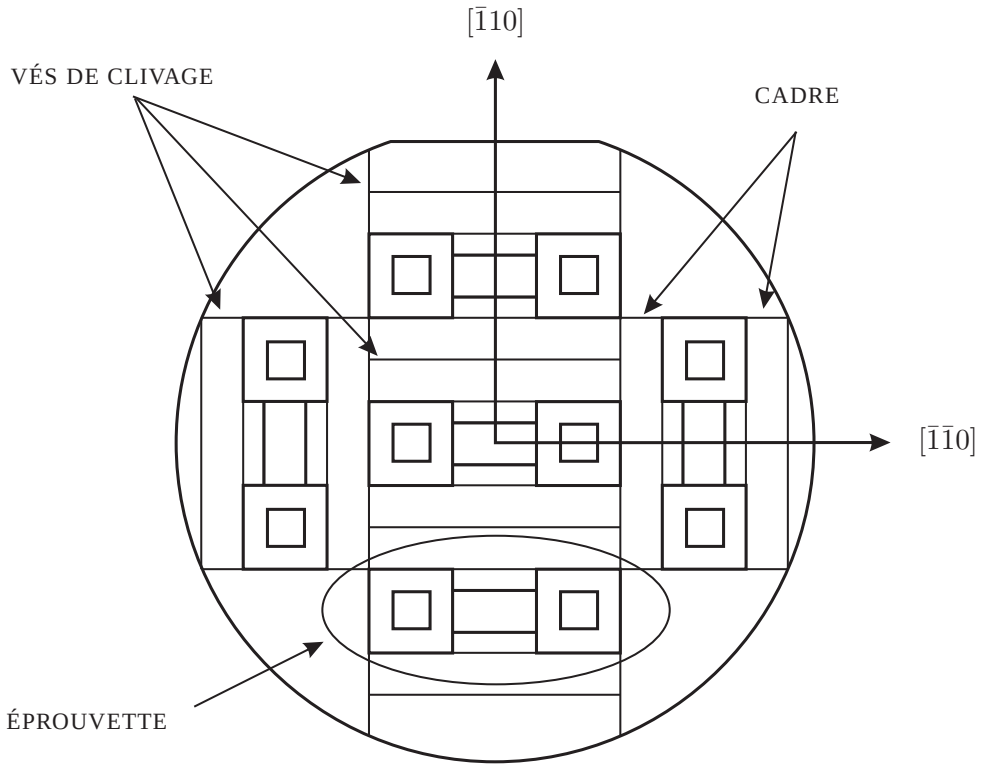



FIG. 2.7 – *Position des éprouvettes de traction sur un* wafer $<100>$.

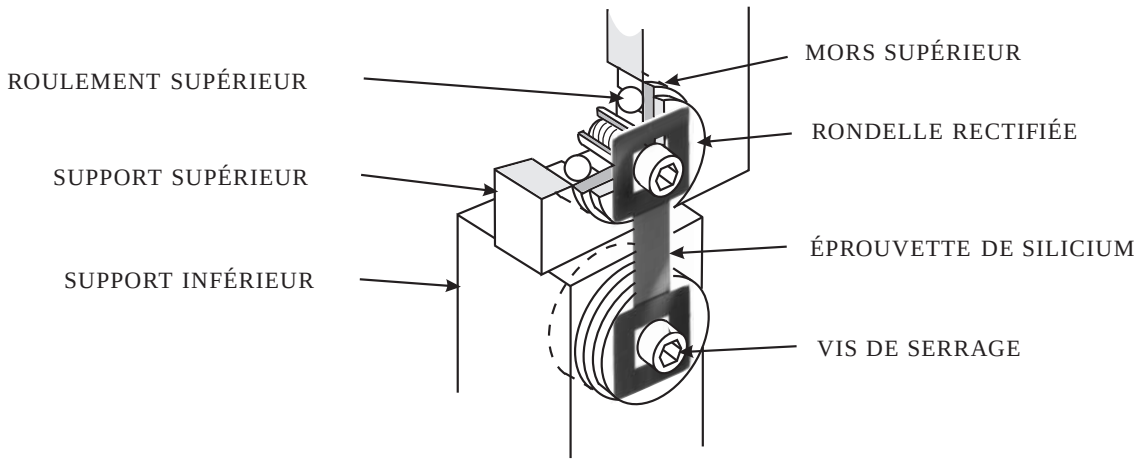



FIG. 2.8 – *Montage de l'éprouvette de silicium.*

est collée sur deux rondelles rectifiées et fixées dans les mors par des vis de serrage. Ces mors

15. Merci à Denis Bitschène, L.O.P.M.D, pour son aide dans la réalisation des différents éléments.

sont encastrés dans la bague intérieure des roulements, ceux-ci étant montés serrés dans leur support respectif. Tous les éléments « massifs » sont dans l'axe des roulements et ne devraient donc pas influer sur la mise en place de l'éprouvette.

## 2.3 Bilan du chapitre 2

Un mécanisme spécialement adapté à la traction sur film mince a été présenté dans ce chapitre. Deux montages sont proposés pour amarrer les échantillons. Nous pensons traiter en premier lieu le cas des matériaux ductiles par des essais sur du cuivre électrodéposé. Puis, dans un second temps, le cas très sensible du silicium monocristallin est envisagé. D'un point de vue mécanique, les performances du banc d'essai sont prometteuses. Une méthode de mesure sans contact est en outre nécessaire pour mesurer le champ de déplacements en surface de l'échantillon.

# Chapitre 3

# La mesure du champ de déplacements dans le plan

Nous avons indiqué notre désir de mesurer les déplacements dans le plan, en surface de l'échantillon de traction. Les méthodes optiques permettant de mesurer des déplacements dans le plan sont nombreuses. On peut citer les méthodes interférométriques, offrant une grande sensibilité : interférométrie de *speckle* pour mesurer le déplacement suivant une direction [107] ou deux directions [11], interférométrie holographique [108] ; les techniques de photographie de *speckle* [109][110] ; le suivi en temps réel du déplacement d'image *speckle* [111][112][113] ; les méthodes utilisant un marquage : mesure du déplacement de matrice de points [114] ou de grilles [115] [116]...

Parmi celles-ci, les techniques de photographie de *speckle* offrent le meilleur rapport *simplicité de mise en œuvre/richesse des résultats*. Les récents progrès dans la technologie des diodes lasers et des fibres optiques permettent en effet de limiter l'appareillage optique à ces seuls composants.

Toujours dans le souci de simplifier le banc d'essai – rappelons que le montage de traction est destiné à des mécaniciens – nous utilisons une caméra CCD en vue d'effectuer un traitement entièrement numérique. Ainsi, la méthode choisie est « la photographie numérique de speckle ». Ce choix étant fait, il reste à développer un traitement numérique satisfaisant. Le but est bien entendu de mesurer le champ de déplacements en surface de l'échantillon, si possible en « temps réel[1] ».

Après une brève présentation du phénomène de *speckle*, nous expliquons l'effet d'un déplacement local en surface de l'objet sur l'image *speckle*. Nous présentons ensuite les trois méthodes de calcul que nous avons testées : le calcul par Double TFD, l'Intercorrélation d'Images et le calcul par Régression sur la Phase. Une bonne connaissance des avantages et inconvénients de chacune d'elles nous permet de proposer un algorithme hybride composé de deux étapes :

– l'Intercorrélation d'Images pour estimer le décalage[2] au pixel près ;

1. On entend ici par temps réel le fait de ne pas faire de pose lors des acquisitions et d'effectuer le calcul du champ de déplacements ayant lieu entre deux acquisitions successives avant l'acquisition suivante.

2. On parlera de « décalage » des images et de « déplacement » de l'objet.

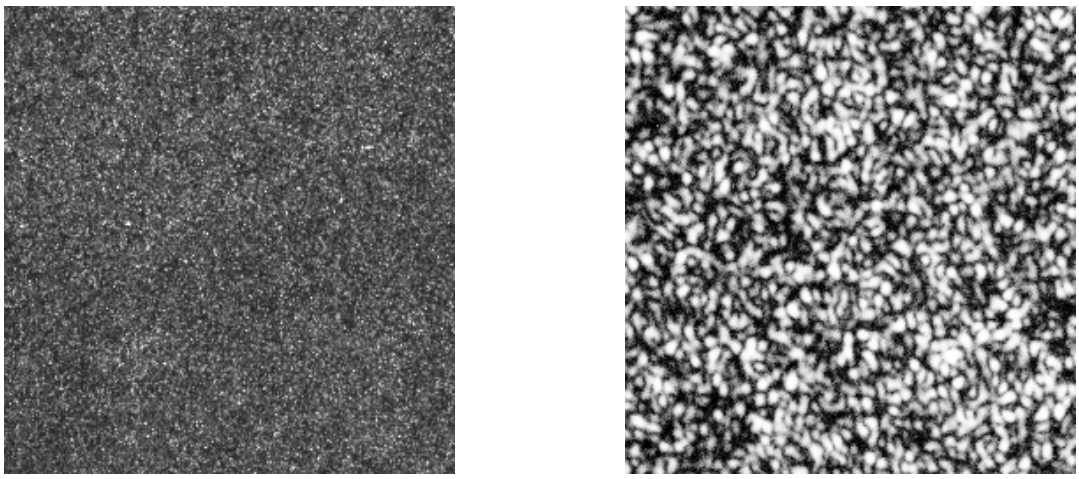
– la Régression sur la Phase pour calculer le décalage avec une précision subpixel.

Cet algorithme fait l'objet de nombreux tests comparatifs. Nous montrons finalement que les aberrations du système optique sont à prendre en compte.

## 3.1 Notions essentielles sur le phénomène de *speckle*

La granularité optique – appelée plus communément par le terme anglais *speckle*[3] – est l'une des premières caractéristiques que l'on remarque à la mise en route d'un laser[4]. C'est donc depuis les années $1960$, avec l'apparition des premiers lasers, que l'on s'intéresse à l'étude et à l'utilisation du *speckle* en métrologie optique.

Lorsqu'une surface optiquement rugueuse[5] est éclairée par une lumière cohérente, tout l'espace où la lumière est diffusée semble éclairé par de petites tâches lumineuses tridimensionnelles. Lorsque l'on regarde l'objet à travers un objectif photographique[6], la dimension moyenne des tâches dépend de l'ouverture numérique de l'objectif (Fig. 3.1).



(a) grande ouverture (b) faible ouverture

FIG. 3.1 – *Exemple de* speckle *image.*

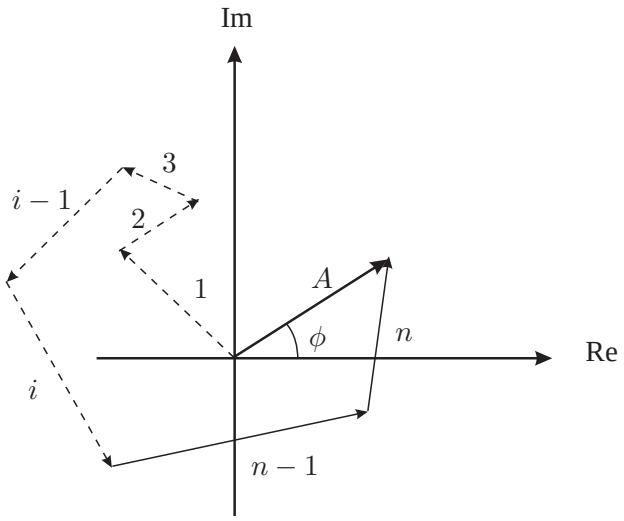
Ces tâches sont générées par interférences constructives des rayons diffusés par la surface diffusante. En chaque point de l'espace de diffusion, ces ondes s'additionnent, sur la base de l'amplitude complexe du champ, de manière cohérente et aléatoire, et donnent lieu au phénomène de *speckle*. La figure 3.2(a) représente le résultat d'une telle somme dans le plan complexe.

3. On dit aussi « tavelure » en français.

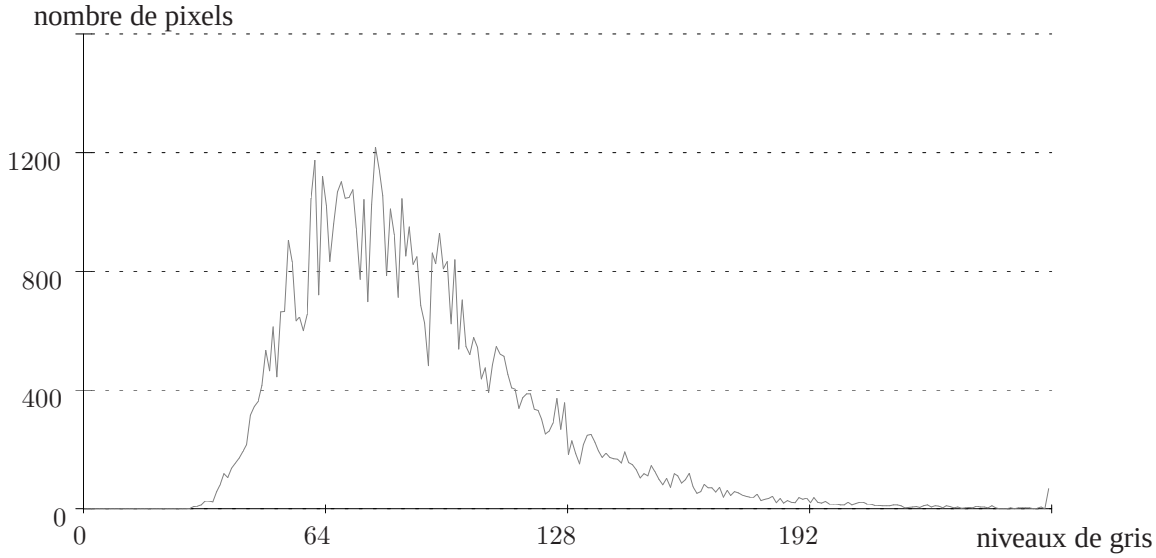
4. Avec la monochromaticité.

5. Dont l'écart-type de la rugosité est strictement supérieur : à la longueur d'onde de la lumière, en transmission ($\sigma_z > \lambda$) ; à la demi-longueur d'onde de la lumière, en réflexion ($\sigma_z > \lambda/2$). Avec $\sigma_z = 1{,}11Ra$ pour une rugosité gaussienne et $\lambda \simeq 830$ nm pour nos expériences.

6. De même avec l'oeil ou avec une lentille quelconque.




(a) somme de $n$ ondes




(b) histogramme d'une image *speckle* numérique

FIG. 3.2 – *Effet statistique du* speckle.

Les propriétés statistiques du *speckle* ont été étudiées en détail [117]. On retiendra que sa distribution statistique est gaussienne sur la base de l'amplitude complexe du champ électrique, que l'intensité obéit à une loi exponentielle négative et que le contraste[7] est de 1. La figure 3.2(b) représente l'histogramme des pixels de l'image *speckle* expérimentale de la figure 3.1(b). On peut remarquer la dissymétrie de la courbe en faveur des faibles niveaux de gris ce qui

7. On parle de contraste d'une image *speckle* $C = \sigma_I / \overline{I}$ où $\sigma_I$ est l'écart-type de l'intensité , ou bien de visibilité du *speckle*.

était attendu compte tenu de la distribution statistique de l'intensité du *speckle*. Dans certaines conditions expérimentales[8], il est possible de déposer de la poudre blanche[9] lorsque le contraste du *speckle* ou l'intensité de la lumière diffusée ne sont pas suffisants.

Soit le repère, $\mathcal{R}_o(x_o,y_o,z)$, lié à l'objet. Les dimensions moyennes du grain de *speckle*, dans une direction normale au diffuseur sont, en propagation libre, en adoptant les notations de la figure 3.3 [118][119] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \overline{S_{x_q}} = \overline{S_{y_q}} = \frac{1{,}22 \cdot \lambda \cdot d_o}{\phi_o} \\ \overline{S_z} = \frac{8 \cdot \lambda \cdot {d_o}^2}{{\phi_o}^2} \end{array} \right. \quad \text{pour une surface diffusante circulaire} \tag{3.1}$$

avec $\overline{S_k}$ (m) : dimension moyenne du grain suivant $k$,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde,
$d_o$ (m) : distance objet,
$\phi_o$ (m) : diamètre de la surface diffusante ;

et

$$\left\{ \begin{array}{l} \overline{S_{x_q}} = \overline{S_{y_q}} = \frac{\lambda \cdot d_o}{L_o} \\ \overline{S_z} = \frac{8 \cdot \lambda \cdot {d_o}^2}{{L_o}^2} \end{array} \right. \quad \text{pour une surface diffusante carrée} \tag{3.2}$$

où $L_o$ (m) est le coté de la surface diffusante.

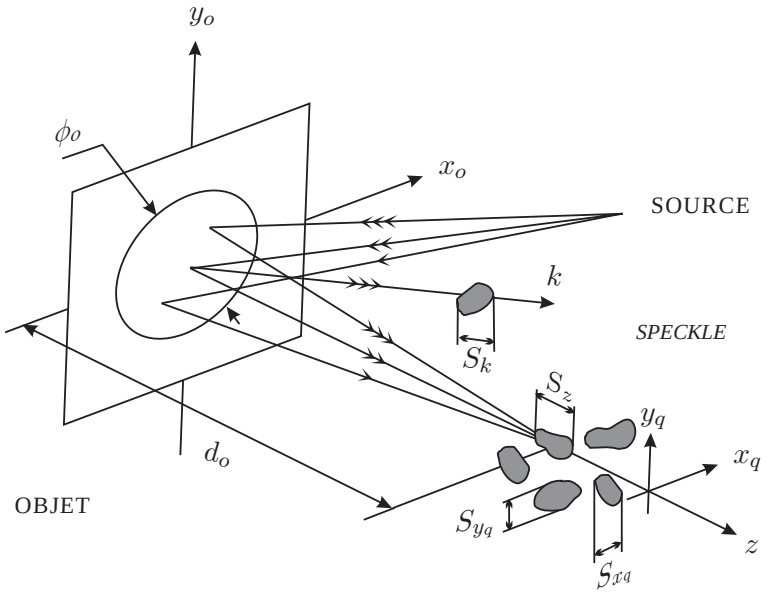



FIG. 3.3 – *Formation du* speckle *en propagation libre.*

8. Pour un matériau poli-miroir par exemple.

9. Comme en projection de franges, nous pulvérisons l'échantillon avec une poudre granulaire fine jouant le rôle de diffuseur.

Comme cela a été précédemment précisé, le fait d'intercaler une lentille modifie le *speckle*[10]. On parle alors de *speckle* dans l'image[11]. Soit le repère, $\mathcal{R}_i(x_i,y_i,z)$, lié à l'image. Les dimensions moyennes du grain de *speckle* deviennent conformément aux notations de la figure 3.4 :

$$\boxed{\begin{cases} \overline{S_{x_i}} = \overline{S_{y_i}} = \frac{1{,}22\cdot\lambda\cdot d_i}{\phi_L} = 1{,}22\cdot\lambda\cdot(1+G_T)\cdot F_\# \\ \overline{S_z} = \frac{8\cdot\lambda\cdot {d_i}^2}{{\phi_L}^2} = 8\cdot\lambda\cdot(1+G_T)^2\cdot {F_\#}^2 \end{cases}} \tag{3.3}$$

avec $\overline{S_k}$ (m) : dimension moyenne du grain suivant $k$,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde,
$d_i$ (m) : distance image,
$\phi_L$ (m) : diamètre de la lentille,
$G_T$ : grandissement transversal,
$F_\#$ : Nombre d'Ouverture.

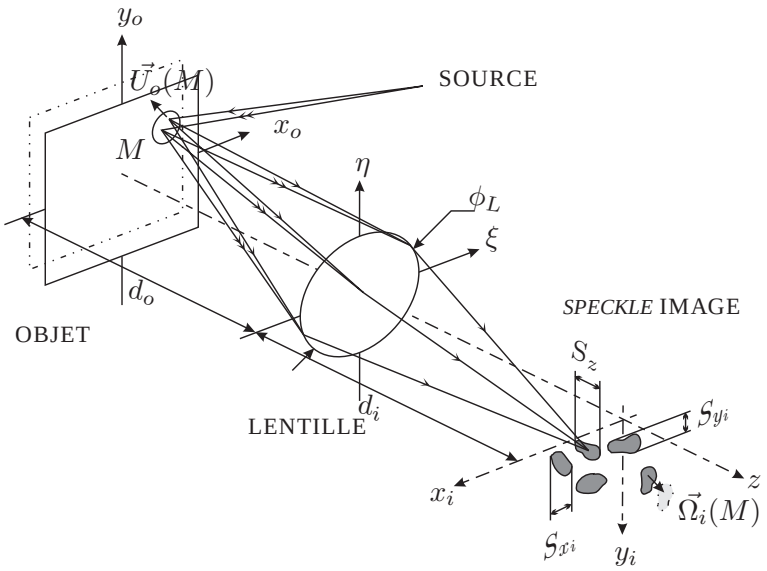



FIG. 3.4 – *Formation du* speckle *à travers une lentille.*

Puisque nous nous intéressons aux déplacements dans le plan, la dimension moyenne suivant $z$ nous importe peu. Par contre, l'utilisation d'une caméra CCD pour enregistrer le *speckle* impose de respecter le théorème d'échantillonnage de Shannon suivant $x_i$ et $y_i$. La dimension moyenne dans le plan image a ainsi été définie en fonction de la taille d'un pixel [120][121] :

$$\boxed{\overline{S_{x_i}} \geq 2{,}4\cdot T_{x_i} \quad \text{et} \quad \overline{S_{y_i}} \geq 2{,}4\cdot T_{y_i}} \tag{3.4}$$

où $T_{k_i}$ (m) est la taille du pixel du capteur CCD suivant $k$.

10. La diffraction introduite par la lentille intervient.
11. On dit aussi « *speckle* subjectif » par opposition au « *speckle* objectif ».

Les relations 3.3 gouvernant les dimensions moyennes du grain sont donc très importantes du point de vue expérimental. Elles permettent d'ajuster la dimension du grain en fonction du capteur CCD. Nous donnons un exemple de *speckle* image numérisé sur la figure 3.5.

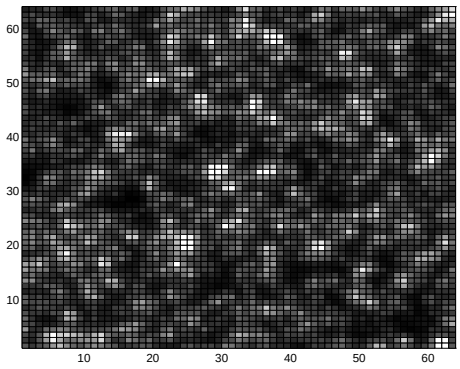



FIG. 3.5 – Speckle *image échantillonné et numérisé.*

## 3.2 Influence d'un déplacement de corps rigide sur le *speckle* image

L'évolution du *speckle* en fonction de la modification de l'un (ou de plusieurs) des paramètres[12] intervenant dans son obtention a fait l'objet de nombreuses études [122][123][124]. Localement, une telle modification provoque un déplacement des grains de *speckle*. Concrètement, un léger choc sur le support de l'échantillon provoque, via des vibrations mécaniques, un « bougé » de l'image *speckle* sans changement appréciable de forme. De même un saut de mode[13] de la diode laser provoque une modification globale de l'intensité du *speckle* mais sa forme reste identique (on dit corrélée). Plusieurs techniques de métrologie *speckle* utilisent cette propriété pour mesurer les variations de l'un des paramètres [124].

Concernant l'essai de traction, seule l'influence d'une déformation dans le plan nous intéresse directement. Le calcul des déformations dans le plan de l'objet passe par la mesure de son champ de déplacements en surface. L'image visualisée est divisée en $n_x \times n_y$ sous-images pour lesquelles nous cherchons à estimer le décalage du centre. Le calcul du déplacement de chaque zone de l'objet est identique au calcul d'un déplacement de corps rigide[14]. Nous présentons donc uniquement la relation entre le déplacement dans le plan en surface de l'objet et le décalage du *speckle* image. L'objet se situe dans le plan de mise au point du système optique utilisé.

12. Changement de longueur d'onde, déplacement de la surface diffusante, déformation de la surface diffusante, changement de position de la source lumineuse...

13. Variation de longueur d'onde de l'ordre du nanomètre.

14. Nous émettons l'hypothèse que la déformation d'ensemble de la surface de l'échantillon de traction engendre dans chaque sous-image un décalage du *speckle*.

Soit un point $M$ lié à la surface de l'objet (Fig. 3.4). Le vecteur décalage dans le plan objet du *speckle*, $\vec{\Omega_o}(M)$, est lié au vecteur déplacement de l'objet, $\vec{U_o}(M)$, par la relation suivante :

$$\vec{\Omega_o}(M) = \left| \begin{array}{l} \omega_{x_o} = u_{x_o} - \frac{x_o}{d_o} \cdot u_z \\ \omega_{y_o} = u_{y_o} - \frac{y_o}{d_o} \cdot u_z \end{array} \right. \tag{3.5}$$

avec $\vec{\Omega_o}(M)$ (m) : vecteur décalage du *speckle* en $M$ dans $\mathcal{R}_o$,
$\omega_{k_o}$ (m) : décalage du *speckle* suivant $k$ dans $\mathcal{R}_o$,
$u_{k_o}$ (m) : déplacement de l'objet suivant $k$ dans $\mathcal{R}_o$,
$x_o$ (m),$y_o$ (m) : position de $M$ dans $\mathcal{R}_o$,
$d_o$ (m) : distance objet-lentille suivant $z$.

Dans le cas de l'essai de traction, la composante $u_z$ est nulle[15]. On aboutit simplement à l'égalité, en chaque point, du déplacement de l'objet et du déplacement du *speckle*[16] :

$$\boxed{\vec{\Omega_i}(x_i,y_i) = \left| \begin{array}{l} \omega_{x_i} = G_T.u_{x_o} \\ \omega_{y_i} = G_T.u_{y_o} \end{array} \right.} \tag{3.6}$$

avec $\vec{\Omega_i}(x_i,y_i)$ (m) : vecteur décalage du *speckle* dans $\mathcal{R}_i$,
$\omega_{k_i}$ (m) : décalage du *speckle* suivant $k$ dans $\mathcal{R}_i$,
$G_T$ : grandissement transversal du système optique.

Nous noterons implicitement par la suite le repère image, $\mathcal{R}(x,y,z)$, afin d'alléger les notations. Le décalage du *speckle* image sera ainsi noté $\Omega$ ou $(\omega_x,\omega_y)$. Conformément aux habitudes en traitement d'image, l'axe $x$ est l'axe « horizontal », et l'axe $y$ est l'axe « vertical ».

## 3.3 Mesure du décalage entre deux images *speckle*

Ce chapitre présente l'un des points les plus importants du travail. On vient de voir que le calcul des déformations nécessite l'évaluation du champ de déplacements en surface de l'échantillon. Les deux points faibles d'une mesure « entièrement numérique » du champ de déplacements sont :

– le stockage des images au cours de l'essai[17] ;
– la résolution spatiale limitée par la taille des pixels des capteurs CCD actuels[18].

15. On verra toutefois, au chapitre 4, un champ de déplacements dans le plan calculé lors du début de la traction d'une éprouvette. À ce stade, celle-ci n'est pas encore tendue. Le mouvement du *speckle* est principalement dû à la composante $u_z$. Les vecteurs déplacement calculés sur la base de la relation 3.6 sont alors erronés.

16. Au Grandissement Transversal et aux aberrations du système optique près.

17. La taille des images est de 1 Megaoctets (pratiquement incompressible puisqu'il s'agit d'images aléatoires) ; il faudrait donc pour réaliser un essai de durée importante une capacité de stockage considérable.

18. La limite atteinte actuellement est de $6{,}8\times6{,}8\ \mu\text{m}^2$ ; la résolution allant jusqu'à $1\ \mu$m pour les films photographiques et jusqu'à 20 nm pour les plaques holographiques.

Bien que ces limites technologiques seront prochainement franchies, il est souhaitable de développer une méthode de calcul offrant d'une part une précision importante pour une taille de pixel donnée et d'autre part un temps de calcul suffisamment faible pour réaliser un calcul du champ de déplacements en temps réel.

### 3.3.1 Méthode de Double Transformée de Fourier Discrète

Les premières techniques de métrologie *speckle* par photographie de *speckle* consistaient à enregistrer sur un specklegramme[19] deux états (ou plus) de l'objet dont on cherchait à mesurer la différence de position [109]. La technique de filtrage point par point consiste à éclairer le specklegramme après développement par un faisceau laser étroit. À une distance $d_r$ grande devant le diamètre du faisceau, on obtient des franges de Young caractérisant le déplacement local à savoir que :

– l'orientation des franges est perpendiculaire à la direction du déplacement ;

– l'interfrange est inversement proportionnelle à l'amplitude du déplacement [110].

On peut caractériser le déplacement objet soit à partir de ces franges [125][126], soit en étudiant leur spectre [127]. C'est cette dernière démarche que l'on réalise numériquement dans la méthode dite de Double Transformée de Fourier Discrète[20] [128].

Soit $f(x,y)$ la somme des intensités $i_r$ et $i_t$ des images référence et témoin[21] :

$$f(x,y) = i_r(x,y) + i_t(x,y) \tag{3.7}$$

où $i_t(x,y) \simeq i_r(x - \omega_x, y - \omega_y)$.

Dès cette étape, il peut être intéressant de centrer[22] $f(x,y)$ pour éliminer le fond continu qui se traduit par la présence d'un spot central dans les franges de Young.

Le spectre de cette somme est :

$$\begin{aligned} F(\nu_x,\nu_y) &= TFD\{f(x,y)\} \\ &\simeq TFD\{i_r(x,y)\} + TFD\{i_r(x-\omega_x, y-\omega_y)\} \end{aligned} \tag{3.8}$$

où $\nu_k$ ($\mathrm{m}^{-1}$) est la fréquence spatiale suivant $k$.

Compte tenu de la propriété de translation de la Transformée de Fourier (§3.3.4) :

$$\begin{aligned} F(\nu_x,\nu_y) &\simeq TFD\{i_r(x,y)\} \cdot (1 + \exp^{-j2\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y})}) \\ &\simeq 2 \cdot TFD\{i_r(x,y)\} \cdot \exp^{-j\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y})} \cdot \cos\left(\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right)\right) \end{aligned} \tag{3.9}$$

19. Plaque holographique ou film photographique sur lequel on enregistre les figures de *speckle*.

20. On note la Transformée de Fourier Discrète TFD mais on utilisera plutôt les algorithmes de Transformée de Fourier Rapide (TFR ou FFT pour *Fast Fourier Transform* en anglais) Bidimensionnelle en ne travaillant qu'avec des images de taille $N_x \times N_y$ pixels$^2$ où $N_x = 2^{n_x}$ et $N_y = 2^{n_y}$.

21. Lors du calcul par imagerie de l'évolution qu'a subi un objet entre deux états, nous appellerons l'image correspondant au premier état, « l'image référence » et l'image correspondant au second état, « l'image témoin ».

22. Une fonction centrée est une fonction à valeur moyenne nulle.

où $N_k$ est le nombre de pixels d'une image suivant $k$.

On en déduit le module de $F(\nu_x,\nu_y)$ :

$$|F(\nu_x,\nu_y)| = 2|I_r(\nu_x,\nu_y)| \cdot \left|\cos\left(\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right)\right)\right|, \tag{3.10}$$

puis en décomposant le second terme en séries de Fourier et en négligeant les harmoniques de hautes fréquences, on aboutit à l'équation du halo de franges :

$$\boxed{|F(\nu_x,\nu_y)| \simeq \frac{4}{\pi}|I_r(\nu_x,\nu_y)| \cdot \left(1+V\cdot\cos\left(2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right)\right)\right)} \tag{3.11}$$

avec $|F(\nu_x,\nu_y)|$ (u.a) : module du halo de franges,
$I_r(\nu_x,\nu_y)$ (u.a) : spectre de l'intensité de l'image référence,
$V$ (s.u) : facteur de visibilité des franges [23],
$\omega_k$ (m) : décalage entre l'image référence et l'image témoin suivant $k$,
$\nu_k$ ($m^{-1}$) : fréquence spatiale suivant $k$,
$N_k$ (pixel) : nombre de pixels dans l'image suivant $k$.

Les franges modulant le halo sont la famille de droites d'équation $\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y} = \mathcal{N}\cdot \mathsf{f}$ où $\mathcal{N}$ est le numéro de la frange et $\mathsf{f}$ l'interfrange. L'orientation des franges est perpendiculaire à la direction du déplacement. L'interfrange est $\mathsf{f} = 1/\Omega$. La faible résolution des capteurs CCD rend la mesure de l'orientation et de l'interfrange délicate à partir d'une étude entièrement numérique. Un exemple de franges obtenues à partir de données expérimentales est représenté sur la figure 3.6 (le spot central est filtré de la manière indiquée suite à l'équation 3.7).

La mesure du vecteur décalage d'image *speckle* par traitement directe des franges se fait ordinairement par balayage suivant $x$ et $y$ à partir d'un specklegramme [129][130][131]. Bien que sa résolution soit optimale, cette technique rend impossible le calcul en temps réel. Dans le cadre d'une méthode numérique, on préfère étudier le spectre du halo de franges [24] :

$$\begin{aligned}\mathcal{F}(\eta_x,\eta_y) &= TFD\{|F(\nu_x,\nu_y)|\}\\ &= \frac{4}{\pi}\sum_{\nu_x=0}^{N_x-1}\sum_{\nu_y=0}^{N_y-1}|I_r(\nu_x,\nu_y)|\left(1+V\cos\left(2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right)\right)\right)\exp^{-j2\pi(\frac{\nu_x\eta_x}{N_x}+\frac{\nu_y\eta_y}{N_y})}d\nu_x d\nu_y\end{aligned}$$

$$\boxed{\mathcal{F}(\eta_x,\eta_y) = \frac{2}{\pi}\left(\mathcal{I}_r(\eta_x,\eta_y)+V.\mathcal{I}_r(\eta_x-\omega_x,\eta_y-\omega_y)+V.\mathcal{I}_r(\eta_x+\omega_x,\eta_y+\omega_y)\right)} \tag{3.12}$$

avec $\mathcal{F}(\eta_x,\eta_y)$ (u.a) : spectre du halo de franges,

23. Le facteur de visibilité des franges est défini par $V = (I_{max}-I_{min})/(I_{max}+I_{min})$.

24. En effectuant une comparaison entre plusieurs algorithmes de calcul, Huntley conclut par ailleurs que la méthode la plus précise est celle de Transformée de Fourier Bidimensionnelle [132].

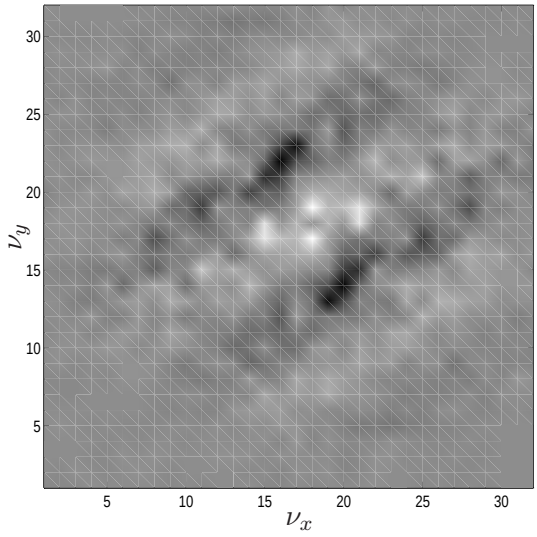



FIG. 3.6 – *Franges de Young obtenues numériquement.*

| | |
|---|---|
| $\eta_k$ (m) | : fréquence spatiale suivant $k$ dans le second domaine spectral, |
| $\mathcal{I}_r(\eta_x,\eta_y)$ (u.a) | : Transformée de Fourier de $I_r(\nu_x,\nu_y)$, |
| $V$ (m) | : facteur de visibilité des franges, |
| $\omega_k$ (m) | : décalage entre l'image référence et l'image témoin suivant $k$. |

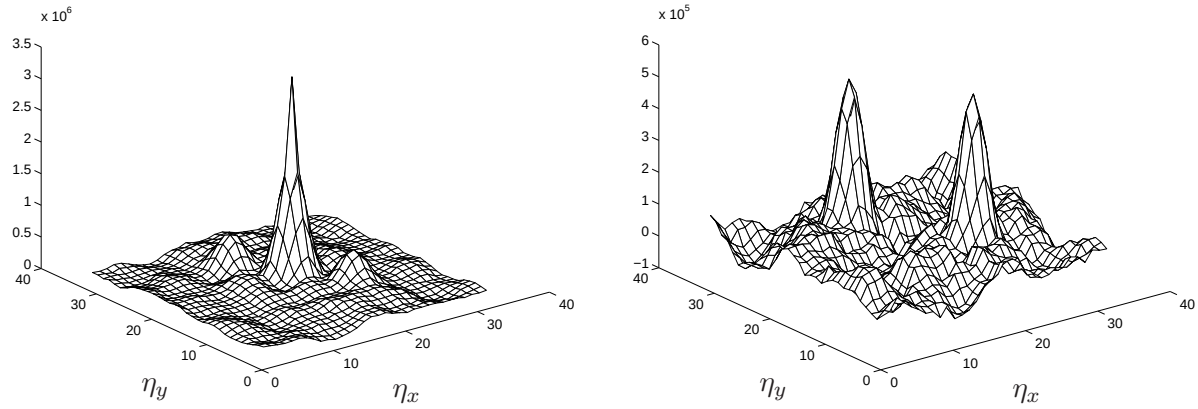
Le spectre du halo de franges est constitué d'un pic de Dirac à la fréquence nulle $\eta_x = 0,\eta_y = 0$ et de deux pics de Dirac secondaires symétriques[25] aux fréquences $\eta_x = \omega_x,\eta_y = \omega_y$ et $\eta_x = -\omega_x,\eta_y = -\omega_y$ (Fig. 3.7(a)). Ces pics sont convolués par $\mathcal{I}_r(\eta_x,\eta_y)$. Cet élément constitue un bruit[26] d'enveloppe gaussienne qui tend à biaiser légèrement les deux pics symétriques vers le centre [127]. À cette erreur près sur laquelle nous reviendrons, l'écart entre la fréquence nulle et la position de l'un des pics symétriques correspond au décalage recherché (en direction et en norme). On remarque d'ores et déjà l'indétermination quant au sens du déplacement.

La présence du pic central empêche la mesure d'un faible décalage. Optiquement, la limite inférieure correspond à la taille moyenne du grain de *speckle*[27]. Ceci est équivalent à la largeur $L_1$ à mi-hauteur du pic ; les pics secondaires ayant une largeur variant de $2L_1$ pour une mauvaise visibilité à $L_1$ lorsque la visibilité des franges est de 1. Numériquement, et à partir de mesures expérimentales, nous avons estimé la limite à $5$ pixels en deçà de laquelle le résultat après interpolation (voir §3.3.3) est fortement biaisé par le chevauchement des pics.

25. Le pic central correspond à la fonction d'autocorrélation de l'image référence et les pics symétriques à la fonction d'intercorrélation entre l'image référence et l'image témoin (voir le §3.3.2).

26. La Transformée de Fourier d'une figure *speckle* est une figure *speckle*.

27. Optiquement toujours, on observe aussi une limite dans la mesure des grands déplacement due à la décorrélation du speckle. Des techniques ont cependant été élaborées pour outrepasser ces limites, en utilisant par exemple deux specklegrammes [133][134].




(a) sans filtrage (b) avec filtrage

FIG. 3.7 – *Spectre des franges de la figure 3.6.*

Il est cependant possible de supprimer le pic central et l'enveloppe gaussienne [135], par exemple en retranchant $\frac{4}{\pi} \cdot I_r(\nu_x,\nu_y)$ à l'équation 3.11 du halo de franges [120]. Il suffit, pour estimer ce terme, d'effectuer une moyenne de plusieurs halos de diffraction des images *speckle*. La figure 3.7(b) représente après ce traitement le même décalage que la figure 3.7(a). La limite de mesure du déplacement est dans ce cas réduite à la taille moyenne du grain de *speckle* soit environ $2{,}5$ pixels.

Il faut noter trois points importants qui altèrent la visibilité des franges et qui diminuent donc le rapport signal sur bruit des pics et, du même coup, la précision de la mesure [127] :

- la décorrélation naturelle des images *speckle* proportionnelle au déplacement ;
- « l'effet de fuite[28] » de l'image témoin sur l'image référence ;
- la déformation de l'objet donc des images *speckle* (dans le cas d'une éprouvette de traction par exemple).

À ce stade, on obtient une valeur au pixel près[29]. Il est donc nécessaire d'effectuer une interpolation numérique au voisinage d'un pic secondaire pour améliorer la résolution de la mesure. Cette interpolation fera l'objet du paragraphe 3.3.3.

Suite à une étude théorique, Kim a déterminé une erreur systématique, $\delta\Omega$, sur la position des pics secondaires [127]. Cette erreur est proportionnelle au nombre de grains et à leur dimension moyenne :

$$\delta\Omega = r \cdot S \left( \frac{1}{\mathsf{N}} \left( 7 + 4 \left( \frac{1-\gamma^2}{\gamma^2} \right) \right) \right)^{1/4} \tag{3.13}$$

avec $\delta\Omega$ (m) : erreur commise sur la position des pics,
$r$ : rapport entre le rayon du pic et sa largeur à mi-hauteur,

28. *Walk-off effect* en anglais : influence des grains de *speckle* qui, durant le déplacement, pénètrent dans l'image témoin et de ceux qui, simultanément, sortent de l'image référence.

29. Environ $10 \times 10\ \mu\text{m}^2$ sur l'objet pour le grandissement expérimental utilisé.

$S$ (m) : largeur à mi-hauteur du pic central,
$\mathsf{N}$ : nombre de grains dans l'image[30],
$\gamma$ : degré de similarité entre les deux images, $\gamma \in [0,1]$.

Le premier terme de cette relation prend en compte l'effet *speckelé* du halo de diffraction. Le second terme représente la similarité entre les deux images (effet de fuite, déformation, décorrélation...). Le pic est détectable tant que $\gamma \geq 2/\sqrt{\mathsf{N}-3}$. La non similarité est prépondérante dans l'erreur commise lorsque $\gamma < 0{,}6$ ; au delà, c'est l'effet *speckelé* du halo de diffraction qui constitue la plus grande source d'erreur. La relation 3.13 est basée sur un signal analogique et n'a de sens en numérique que si la résolution est inférieure à $\delta\Omega$. Il faut toutefois en retenir deux enseignements pour la suite :

– l'erreur est inversement proportionnelle au nombre de grains dans l'image ;
– l'erreur est inversement proportionnelle au degré de similarité entre les deux images.

Le premier alinéa permet de tirer deux conclusions pratiques. Pour que le nombre de grains dans l'image soit maximal, il faut minimiser la dimension moyenne du grain d'une part et travailler avec des images de taille importante d'autre part. Le second alinéa conduit aussi à deux conclusions. Le degré de similarité, bien que difficile à estimer, doit se rapprocher de l'unité. Il faut donc limiter l'effet de fuite et la décorrélation. Il faut alors travailler sur de petits déplacements d'une part, et utiliser des images de petite taille pour limiter les déformations des images d'autre part.

Pour l'essai de traction, la taille des images à utiliser fera donc l'objet d'un compromis entre la résolution et le temps de calcul.

La gamme de mesure de cette première méthode découle de la numérisation. Nous avons vu que le plus faible décalage mesurable sans biais est d'environ $2{,}5$ pixels[31]. Selon Kim, la limite absolue se situe à la dimension moyenne du grain [127]. Ce résultat est confirmé par Chen et Chiang qui effectuent un déplacement de corps rigide systématique équivalent à $8$ pixels dans l'image pour mesurer des petits déplacements [128]. Expérimentalement, on peut aussi contourner ce problème en saisissant les sous-images référence et témoin en des lieux différents sur le capteur CCD. Mais ces techniques augmentent l'effet de fuite et affectent en conséquence la précision.

Les plus grands décalages mesurables sont théoriquement de $(N/2-3)$ pixels où $N$ a été défini comme la taille d'une image. Mais l'effet de fuite ne permet pas d'envisager une résolution intéressante pour des décalages grands devant la taille des images.

On verra dans le paragraphe 3.4 que les résultats médiocres obtenus dans la mesure des faibles déplacements nous feront écarter la méthode de Double Transformée de Fourier. Elle est cependant utilisée pour faire des calculs de vitesse de déplacement unidirectionnelle en temps réel puisque intégralement réalisable par voie optique[32] [136].

30. Au sens statistique du terme.
31. Un écart entre les deux pics est nécessaire à l'interpolation.
32. Le *speckle* est enregistré avec des SLM (*Spatial Light Modulator*), les Transformées de Fourier sont réalisées optiquement et le pic est détecté au pixel près sur un capteur linéaire ; la mesure de petits déplacements est évitée en asservissant la fréquence d'acquisition des images à la vitesse de déplacement mesurée.

### 3.3.2 Calcul par Intercorrélation

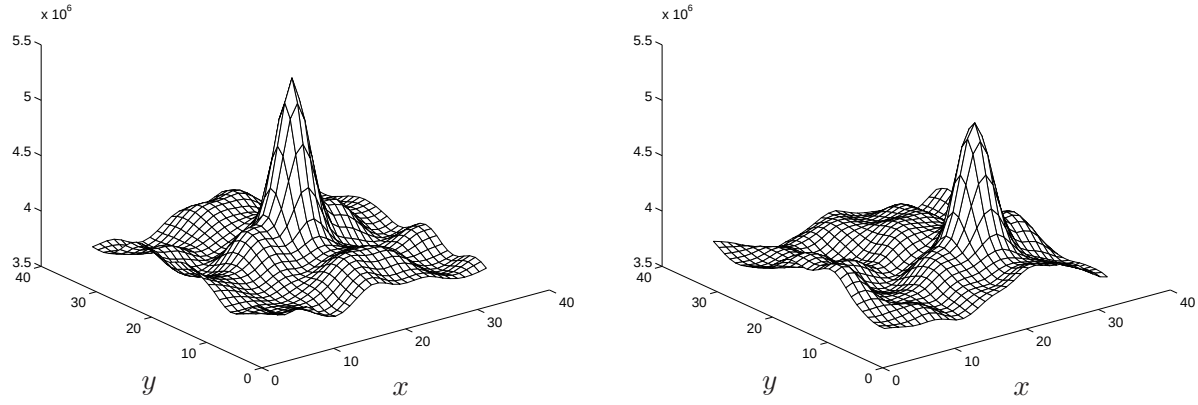
La corrélation a été très utilisée en photographie numérique de *speckle* et fait sans cesse l'objet d'améliorations [137] [138]. On a entrevu que les pics symétriques dans la méthode de Double Transformée de Fourier sont des pics d'intercorrélation. L'intérêt de la technique d'Intercorrélation est de travailler sur un seul pic pour résoudre le problème des faibles décalages.

La fonction de corrélation $C_{ff}(\tau)$ d'une fonction $f(t)$ centrée est définie par :

$$C_{ff}(\tau) = \lim_{T\to 0} \frac{1}{T} \int_0^T f(t) f^*(t-\tau) dt \tag{3.14}$$

où $f^*$ est la fonction conjuguée de $f$.

Cette fonction est paire et présente un pic d'autocorrélation en $\tau = 0$. Ceci est tout a fait applicable, spatialement, en deux dimensions avec des images *speckle*. La largeur à mi-hauteur du pic d'autocorrélation d'une image *speckle* – tel que le pic de la figure 3.8(a) – correspond à la taille moyenne $\overline{S_x}$ et $\overline{S_y}$ du grain dans le plan image définie par les relations 3.3.




(a) pic d'autocorrélation (b) pic d'intercorrélation

FIG. 3.8 – *Pics de corrélation.*

Le processus de corrélation temporelle consiste à faire glisser, l'une sur l'autre deux fonctions finies $f(t)$ et $g(t)$ et à faire la somme des produits à chaque incrément. La fonction d'intercorrélation $C_{fg}(\tau)$ d'une fonction $f(t)$ et d'une fonction $g(t)$ centrées est définie par :

$$C_{fg}(\tau) = \lim_{T\to 0} \frac{1}{T} \int_0^T f(t) g^*(t-\tau) dt. \tag{3.15}$$

Si les deux fonctions sont identiques mais décalées, leur somme présente un pic là où le glissement compense le décalage initial (Fig. 3.8(b)). On peut ainsi mesurer ce décalage en cherchant la position du pic par rapport au centre.

Numériquement, le calcul de corrélation décrit demande beaucoup d'opérations (voir Tab. 3.1 p. 153). La somme est représentée dans une matrice de taille $(2N_x+1)\times(2N_y+1)$. On peut

cependant obtenir un temps de calcul comparable à celui de la première méthode en estimant cette corrélation par TFD. En effet, la convolution de deux signaux[33], en temps ou en fréquence, se transforme en un produit simple dans le domaine inverse :

$$C_{fg}(\tau) = TFD^{-1}\{TFD(f(t)) \times TFD^{*}(g(t))\} \tag{3.16}$$

où le symbole $\times$ signifie le produit terme à terme.

Le développement du calcul ressemble à celui de la méthode précédente. Soit $C_{i_r i_t}(x,y)$ la fonction d'intercorrélation entre les intensités des images référence et témoin :

$$\begin{aligned} C_{i_r i_t}(x,y) &= TFD^{-1}\{TFD\{i_r(x,y)\} \times TFD^{*}\{i_r(x-\omega_x, y-\omega_y)\}\} \\ &= TFD^{-1}\{TFD\{i_r(x,y)\} \times TFD^{*}\{i_r(x,y)\} \cdot \exp^{j2\pi(\frac{\omega_x \nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y \nu_y}{N_y})}\} \\ &= \sum_{\nu_x=0}^{N_x-1} \sum_{\nu_y=0}^{N_y-1} (I_r(\nu_x,\nu_y) \times I_r^{*}(\nu_x,\nu_y)) \cdot \exp^{j2\pi(\frac{\omega_x \nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y \nu_y}{N_y})} \cdot \exp^{j2\pi(\frac{\nu_x x}{N_x} + \frac{\nu_y y}{N_y})}\, d\nu_x d\nu_y \end{aligned}$$

$$\boxed{C_{i_r i_t}(x,y) = \sum_{\nu_x=0}^{N_x-1} \sum_{\nu_y=0}^{N_y-1} \mathcal{G}(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{j2\pi(\frac{\nu_x(x+\omega_x)}{N_x} + \frac{\nu_y(y+\omega_y)}{N_y})}\, d\nu_x d\nu_y = \mathcal{H}(x+\omega_x, y+\omega_y)} \tag{3.17}$$

avec $\mathcal{G}(\nu_x,\nu_y)$ (u.a) : fonction réelle et paire,
$\nu_k$ ($\mathrm{m}^{-1}$) : fréquence spatiale suivant $k$,
$\omega_k$ (m) : décalage entre l'image référence et l'image témoin suivant $k$,
$N_k$ (pixel) : nombre de pixels dans l'image suivant $k$.

Le pic est représenté dans une matrice $N_x \times N_y$ pixels$^2$ en $x = -\omega_x$ et en $y = -\omega_y$. Son écart par rapport au centre correspond en direction et en norme au décalage image recherché. La figure 3.8(b) représente le pic d'intercorrélation obtenu pour le décalage précédemment utilisé.

De façon identique à la méthode de Double TFD, on trouve dans la bibliographie des résultats très intéressants concernant les performances de l'Intercorrélation. Sjodahl et Benckert ont estimé, à partir de simulations numériques, l'erreur $e$ commise sur le décalage, par la relation suivante [139] :

$$e = \frac{0{,}66 \cdot S}{\mathsf{N} \cdot \gamma^2} \tag{3.18}$$

avec $e$ (m) : erreur commise sur le décalage,
$S$ (m) : largeur à mi-hauteur du pic central,
$\mathsf{N}$ : nombre de grains dans l'image[34],
$\gamma$ : degré de similarité entre les deux images, $\gamma \in [0,1]$.

On en tire des conclusions identiques à celles de la méthode précédente. La dimension moyenne du grain est fixée par la relation 3.4 et la taille des images est soumise à un compromis. Sjödhal a

33. Une convolution ne diffère d'une corrélation que par retournement de l'un des signaux.
34. Au sens statistique du terme.

confirmé ces résultats par une étude plus récente en adaptant l'étude théorique de Kim présentée à la page 141 au calcul par intercorrélation numérique. Il conclut que l'utilisation d'un *speckle* en lumière blanche offre des résultats plus précis que le *speckle* laser[35] [140].

Chen et Chiang ont aussi calculé la précision théorique, $\delta_0$, dans le cas d'un déplacement de corps rigide [121] :

$$\delta_0 = \mathsf{R}\left(\frac{2T}{\lambda \cdot F_{\#}} - 1\right)^{-1} \tag{3.19}$$

avec $\delta_0$ (m) : précision théorique en déplacement de corps rigide,
$\mathsf{R}$ (m) : résolution de l'interpolation,
$T$ (m) : taille du pixel suivant la direction considérée,
$\lambda$ (m) : longueur d'onde,
$F_{\#}$ : Nombre d'Ouverture.

En combinant cette relation et la relation 3.3 qui définit la dimension moyenne du grain, on s'aperçoit que le seul moyen d'améliorer la précision en respectant la relation 3.4 consiste à ouvrir le diaphragme et à augmenter le grandissement du système optique. On conclut sans surprise que la précision sur le décalage est liée au grandissement choisi.

Le calcul par Intercorrélation est très robuste, puisqu'il suffit d'un motif présent dans les deux images pour obtenir un pic. La visibilité du pic est soumise aux mêmes conditions que pour la première méthode.

Le décalage maximal est – comme pour le calcul par Double Transformée de Fourier – de $(N/2 - 3)$ pixels. Le déplacement minimal n'est pas limité puisqu'il n'y a qu'un pic. Il est lié à l'étape que l'on aborde maintenant : l'interpolation.

### 3.3.3 Le calcul subpixel par interpolation sur un pic

Les deux méthodes que nous venons de présenter aboutissent à une valeur du décalage au pixel près. Le fait d'avoir respecté le théorème de Shannon autorise l'interpolation sur le pic pour se rapprocher du signal analogique. La résolution et la précision dépendent donc directement de cette interpolation. Divers types d'interpolation sont présentés dans la littérature. Certaines sont de simples lissages en une dimension pour un calcul de corrélation en temps réel [141]. D'autres sont plus élaborées, comme le lissage « biparabolique » [142]. Nous avons, pour notre part, testé sans grand succès une interpolation $2D$ par fonction polynômiale [101].

Une information *a priori* est cependant utilisable pour choisir une interpolation convenable. D'une part, le module de la Transformée de Fourier d'une fonction sinusoïdale – ou cosinusoïdale – infinie est un pic de Dirac, d'autre part, la représentation spectrale d'une fonction porte est un sinus cardinal[36]. Ainsi, du fait de l'échantillonnage sur une dimension finie, les pics dont on cherche le sommet par interpolation sont, dans la réalité, modulés par des sinus cardinaux[37].

35. Lorsque la pulvérisation de la granularité est de bonne qualité.
36. Le sinus cardinal est défini ainsi : $sinc(t) = sin(\pi t)/(\pi t)$.
37. Aussi bien en Intercorrélation qu'en Double TFD.

C'est pourquoi on trouve régulièrement dans la bibliographie l'interpolation suivante[38] :

$$C_{i_r i_t}(x,y) = \sum_{m_x=-K}^{K} \sum_{m_y=-K}^{K} C_{i_r i_t}(m_x T, m_y T) \times \frac{sin[\frac{\pi}{T}(x - m_x T)]}{\frac{\pi}{T}(x - m_x T)} \frac{sin[\frac{\pi}{T}(y - m_y T)]}{\frac{\pi}{T}(y - m_y T)} \quad (3.20)$$

avec $C_{i_r i_t}$ : pic d'intercorrélation dans le cas du calcul par Intercorrélation,
pic secondaire dans le cas du calcul par Double TFD ;
$T$ (m) : période d'échantillonnage du pic.

Cette interpolation peut être réalisée plus simplement par la technique de *zéro padding*[39]. L'interpolation est effectuée autour du pic, généralement en plusieurs étapes de manière à affiner la position du pic. Le sommet du pic devient rapidement plat et limite la résolution. Il est courant de trouver dans la littérature une résolution atteignant $T/64$.

L'inconvénient de l'étape d'interpolation réside dans le temps de calcul (voir Tab. 3.1 p. 153). Celui-ci dépend de la technique et du degré d'interpolation utilisé. Ainsi pour obtenir une résolution de $T/64$ par zéro padding, l'interpolation prend 50% du temps de calcul du décalage. C'est cette étape que nous cherchons à éviter en nous orientant vers une méthode de Régression sur la Phase.

### 3.3.4 Calcul par Régression sur la Phase

La Régression sur la Phase est par essence même une méthode de mesure subpixel, elle consiste en effet à calculer une pente donc un nombre fractionnel. La figure 3.9 extraite d'un livre de traitement du signal [143] exprime le principe du calcul de façon simple[40]. Lorsqu'un signal subit un changement d'origine, le module de sa Transformée de Fourier est inchangé tandis que sa phase subit une rotation. Cette propriété, introduite par la relation :

$$\boxed{f(t) \overset{TF}{\longleftrightarrow} F(\nu) \quad \text{entraîne} \quad f(t-a) \overset{TF}{\longleftrightarrow} F(\nu) \cdot \exp^{-j2\pi\nu a}}, \quad (3.21)$$

est valable pour des signaux finis quelconques. Nous avons d'ailleurs largement utilisé cette relation pour expliquer l'origine des pics dans les deux méthodes décrites précédemment.

Un algorithme de Régression sur la Phase ayant pour base cette relation a été développé par Lantz pour calculer le centre de symétrie, suivant une direction, d'un signal quasi-symétrique [144]. Il en prévoit l'extension au calcul d'un décalage temporel. Cet algorithme a été adapté au traitement d'images pour suivre la position d'un rotor, dans le plan perpendiculaire à son axe, durant une phase de démarrage ou de *crash* [145]. Les bons résultats obtenus comparativement au calcul par Intercorrélation – particulièrement pour de petits décalages du centre du rotor – nous ont poussés à explorer cette voie pour mesurer le décalage d'images *speckle*[41]. L'idée de calculer le déplacement dans le plan par la rotation du plan de phase a par ailleurs été adoptée

38. Ou une interpolation équivalente.
39. Suréchantillonnage du pic par ajout de zéros dans les fréquences hautes de son spectre.
40. $\rho(\nu)$ et $\phi(\nu)$ sont respectivement le module et la phase de $F(\nu)$.
41. Merci à Éric Lantz pour cette idée simple et éclairée, et à Luc Oriat pour son aide.

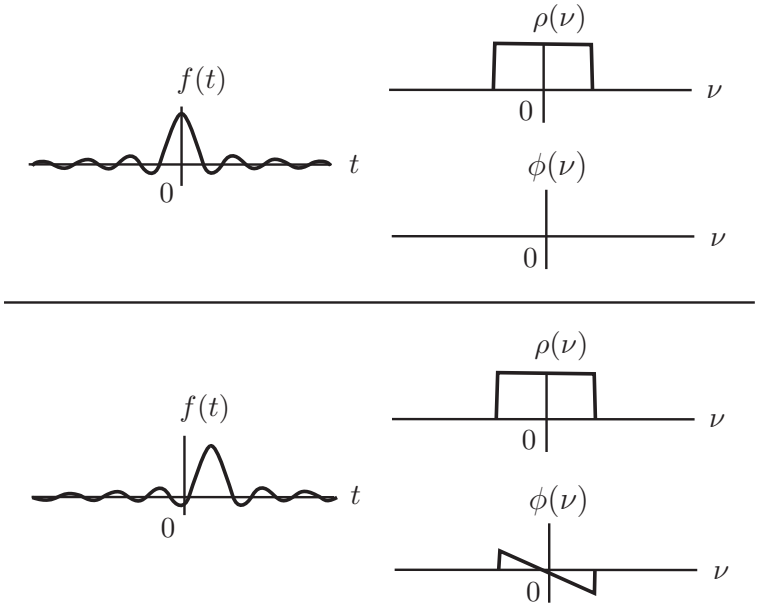



FIG. 3.9 – *Effet du changement d'origine d'un signal.*

par Gu et Chen [146]. Leur algorithme est cependant appliqué sur un pic de corrélation, issu de la TFD d'une image de franges de Young échantillonnée, ce qui constitue en soi une perte d'information et limite l'étendue de mesure du déplacement.

Soient $i_r(x,y)$ l'intensité de l'image référence et $i_t(x,y)$ l'intensité de l'image témoin décalée spatialement. On peut relier celles-ci par la relation suivante :

$$\boxed{i_r(x,y) = \mathcal{A} \cdot i_t(x - \omega_x, y - \omega_y) + b(x,y)} \tag{3.22}$$

avec $i_r(x,y)$ $(\mathrm{W} \cdot \mathrm{m}^{-2})$ : intensité de l'image référence,
$i_t(x,y)$ $(\mathrm{W} \cdot \mathrm{m}^{-2})$ : intensité de l'image témoin,
$\mathcal{A}$ : facteur d'atténuation,
$b(x,y)$ $(\mathrm{W} \cdot \mathrm{m}^{-2})$ : bruit additif[42].

On peut calculer $\mathcal{A}$, $\omega_x$ et $\omega_y$ en minimisant l'énergie du bruit, $\mathcal{E}_b = \sum_{x=0}^{N_x-1} \sum_{y=0}^{N_y-1} |b(x,y)|^2$. Grâce à la relation de Parseval, minimiser $\mathcal{E}_b$ revient à minimiser $\sum_{\nu_x=0}^{N_x-1} \sum_{\nu_y=0}^{N_y-1} |B(\nu_x,\nu_y)|^2$ où $B(\nu_x,\nu_y)$ est la TFD de $b(x,y)$. On cherche alors à exprimer $B(\nu_x,\nu_y)$.

Soient les Transformées de Fourier de $i_r(x,y)$ et $i_t(x,y)$ :

$$\begin{cases} I_r(\nu_x,\nu_y) = \rho_r(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{j\phi_r(\nu_x,\nu_y)} \\ I_t(\nu_x,\nu_y) = \rho_t(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{j\phi_t(\nu_x,\nu_y)} \end{cases} . \tag{3.23}$$

42. Comprenant la décorrélation entre les images, l'effet de fuite et la déformation.

Selon 3.21 et 3.22 :

$$I_r(\nu_x,\nu_y) = \mathcal{A} \cdot I_t(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{-j(2\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y})-\mathsf{k}2\pi)} + B(\nu_x,\nu_y) \tag{3.24}$$

où le terme $\mathsf{k}2\pi$ permet de prendre en compte le fait que la différence des phases de $I_r$ et $I_t$ forme un plan replié dans l'intervalle $[-\pi,\pi]$.

Les relations 3.23 et 3.24 amènent :

$$B(\nu_x,\nu_y) = \rho_r(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{j\phi_r(\nu_x,\nu_y)} - \mathcal{A} \cdot \rho_t(\nu_x,\nu_y) \cdot \exp^{j\phi_t(\nu_x,\nu_y)} \cdot \exp^{-j(2\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y})-\mathsf{k}2\pi)} \tag{3.25}$$

Les propriétés de symétrie du spectre d'une image réelle réduisent le temps de calcul d'un facteur 2. On peut en effet substituer à la double sommation des $|B(\nu_x,\nu_y)|^2$ une sommation simple sur la moitié des éléments spectraux. On verra plus tard que ce procédé est bénéfique pour calculer les composantes du décalage $\omega_x$ et $\omega_y$ de manière itérative.

Le terme à minimiser devient donc $\sum_{p=0}^{P} |B_p|^2$ où $P = N(N-1)/2$. Les $p$ sont ordonnés de manière à ce que, dans le domaine spectral, la fréquence augmente avec $p$ :

$$\sqrt{{\nu_{x_{p+1}}}^2 + {\nu_{y_{p+1}}}^2} \geq \sqrt{{\nu_{x_p}}^2 + {\nu_{y_p}}^2}\,. \tag{3.26}$$

La figure 3.10 donne une représentation de l'ordre des $p$, la partie grisée est inutile du fait de la symétrie centrale. Par la suite, nous noterons naturellement les éléments qui sont fonction du spectre avec l'indice $p$.

De l'équation 3.25, on peut exprimer, $\mathcal{E}_{B_p}$, l'énergie de $B_p$ :

$$\mathcal{E}_{B_p} = \sum_{p=0}^{P} \left| (\rho_{t_p} - \mathcal{A} \cdot \rho_{r_p}) \cdot \exp^{j\phi_{t_p}} + \mathcal{A} \cdot \rho_{r_p} \cdot \exp^{j\phi_{t_p}} \cdot \left[1 - \exp^{j(\Delta\phi_p - 2\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y})+\mathsf{k}2\pi)}\right] \right|^2$$

où $\Delta\phi_p = \phi_{t_p} - \phi_{r_p}$.

Or, en considérant le bruit, dans 3.22, faible face au signal, on a :

$$\Delta\phi_p - 2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right) + \mathsf{k}2\pi \ll 1 \tag{3.27}$$

$$\Longrightarrow \exp^{j(\Delta\phi_p - 2\pi(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x}+\frac{\omega_y\nu_y}{N_y})+\mathsf{k}2\pi)} \simeq 1 + j\left(\Delta\phi_p - 2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right) + \mathsf{k}2\pi\right) \tag{3.28}$$

d'où l'on tire finalement :

$$\begin{aligned}
\mathcal{E}_{B_p} &\simeq \sum_{p=0}^{P} \left\{ \left|\exp^{j\phi_{r_p}}\right|^2 \times \left| \rho_{r_p} - \mathcal{A} \cdot \rho_{t_p} - j \cdot \mathcal{A} \cdot \rho_{t_p} \cdot \left(\Delta\phi_p - 2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right) + \mathsf{k}2\pi\right)\right|^2 \right\} \\
&\simeq \sum_{p=0}^{P} \left\{ (\rho_{r_p} - \mathcal{A} \cdot \rho_{t_p})^2 + \left(\mathcal{A} \cdot \rho_{t_p} \cdot \left(\Delta\phi_p - 2\pi\left(\frac{\omega_x\nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y\nu_y}{N_y}\right) + \mathsf{k}2\pi\right)\right)^2 \right\} \\
&= \mathcal{E}_1 + \mathcal{E}_2\,.
\end{aligned} \tag{3.29}$$

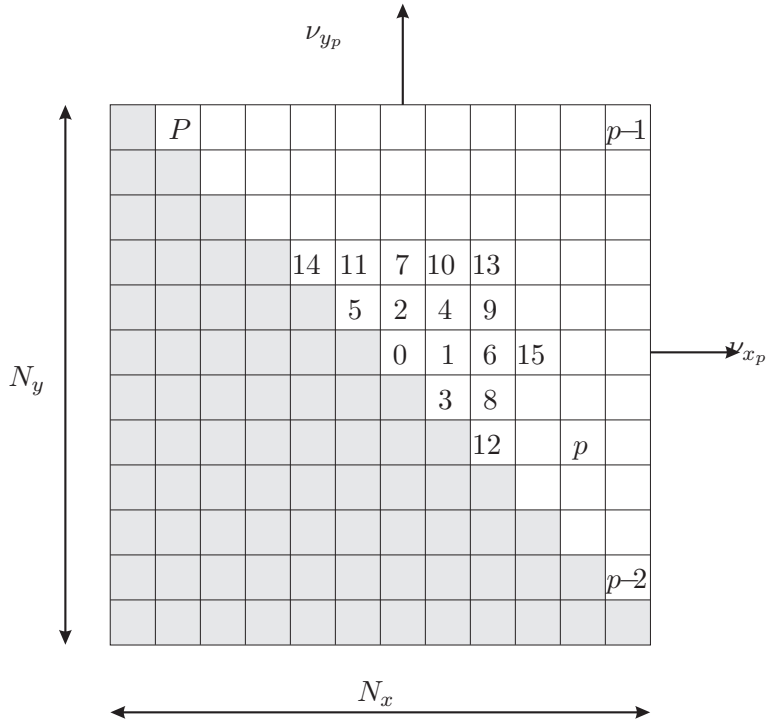



FIG. 3.10 – *Matrice de classement de l'ordre spectral $p$.*

Cette somme de deux termes positifs peut être minimisée en minimisant chacun des termes, il suffit pour cela d'annuler les dérivées partielles selon $\mathcal{A}$, $\omega_x$ et $\omega_y$.

Le premier terme permet d'exprimer le facteur d'atténuation $\mathcal{A}$ :

$$\frac{\partial \mathcal{E}_1}{\partial \mathcal{A}} = -2 \sum_{p=0}^{P} \left( \rho_{r_p} \cdot \rho_{t_p} - \mathcal{A} \cdot {\rho_{t_p}}^2 \right) = 0 \quad \Longrightarrow \quad \boxed{\mathcal{A} = \frac{\sum_{p=0}^{P} \rho_{r_p} \cdot \rho_{t_p}}{\sum_{p=0}^{P} {\rho_{t_p}}^2}} . \tag{3.30}$$

Le second terme peut être dérivé suivant $\omega_x$ et $\omega_y$ :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial \mathcal{E}_2}{\partial \omega_x} = -4\pi \displaystyle\sum_{p=0}^{P} \frac{\mathcal{A}^2 \nu_x \rho_{t_p}^2}{N_x} \left( \Delta\phi_p - 2\pi \left( \frac{\omega_x \nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y \nu_y}{N_y} \right) + \mathsf{k}2\pi \right) = 0 \\ \dfrac{\partial \mathcal{E}_2}{\partial \omega_y} = -4\pi \displaystyle\sum_{p=0}^{P} \frac{\mathcal{A}^2 \nu_y \rho_{t_p}^2}{N_y} \left( \Delta\phi_p - 2\pi \left( \frac{\omega_x \nu_x}{N_x} + \frac{\omega_y \nu_y}{N_y} \right) + \mathsf{k}2\pi \right) = 0 \end{cases} . \tag{3.31}$$

On aboutit au système d'équations suivant :

$$\omega_x = \frac{\sum_{p=0}^{P} \nu_x \rho_{t_p}^2 \Delta\phi_p + \sum_{p=0}^{P} \mathsf{k} 2\pi \nu_x \rho_{t_p}^2 + \sum_{p=0}^{P} \frac{2\pi}{N_y} \nu_x \nu_y \rho_{t_p}^2 \omega_y}{\sum_{p=0}^{P} \frac{2\pi}{N_x} \rho_{t_p}^2 {\nu_x}^2}$$
$$\omega_y = \frac{\sum_{p=0}^{P} \nu_y \rho_{t_p}^2 \Delta\phi_p + \sum_{p=0}^{P} \mathsf{k} 2\pi \nu_y \rho_{t_p}^2 + \sum_{p=0}^{P} \frac{2\pi}{N_x} \nu_x \nu_y \rho_{t_p}^2 \omega_x}{\sum_{p=0}^{P} \frac{2\pi}{N_y} \rho_{t_p}^2 {\nu_y}^2} \tag{3.32}$$

avec $\omega_k$ (m) : décalage entre l'image référence et l'image témoin suivant $k$,
$\nu_k$ ($\mathrm{m}^{-1}$) : fréquence spatiale suivant $k$,
$\rho_{t_p}$ (u.a) : module du spectre de l'image témoin,
$\Delta\phi_p$ (rad) : différence des phases entre les images référence et témoin,
$\mathsf{k}$ : entier permettant le déroulement la phase,
$N_k$ (pixel) : nombre de pixels dans l'image suivant $k$.

Ce système peut être résolu pour peu que l'on connaisse l'ensemble des entiers $\mathsf{k}$. Ces entiers représentent le nombre de repliements de la phase et permettent d'éviter un saut de phase supérieur à $2\pi$ entre deux points voisins.

On peut calculer $\omega_x$ et $\omega_y$ par récurrence de la fréquence la plus basse vers la fréquence la plus haute. Les $\mathsf{k}$ sont obtenus en assurant l'inégalité 3.27. Le calcul converge rapidement vers un résultat stable et il n'est jamais nécessaire d'effectuer l'itération sur tout le spectre. On retrouve ces résultats expérimentalement sur la figure 3.11 où, après convergence, la valeur oscille suivant le niveau de bruit. Le traitement revient exactement à calculer les pentes d'un plan des différences de phases par moindres carrés en tenant compte des sauts de phase. L'évolution des $\mathsf{k}$, relative au résultat de la figure 3.11, est représentée sur la figure 3.12.

Un problème apparaît lorsque le décalage est trop important (voir §3.4.3). La figure 3.13 représente l'évolution de $\mathsf{k}$ en cas d'échec. En comparant cette évolution à celle de la figure 3.12, on se rend compte que le coefficient de correction de phase est divergent. Il s'adapte à une mauvaise pente calculée initialement. Le résultat converge dans ce cas vers une pente fausse.

Un artefact, habituel en traitement numérique du signal, est dû à la définition de la TFD. Les images sont considérées dans l'espace direct comme périodiques. Il existe ainsi plusieurs valeurs vers lesquelles l'algorithme peut converger, une erreur de $N/2$ peut donc avoir lieu sur les décalages calculés. À l'instar des deux premières techniques, on limitera donc le décalage calculable à $N/2$ pour lever l'ambiguïté.

Nous ne détaillerons pas plus l'algorithme mais on peut se référer à Oriat et Lantz pour de plus amples informations [145]. Concernant la précision, on peut a priori supposer que des déplacements faibles offriront de meilleurs résultats que des déplacements importants. En effet, la

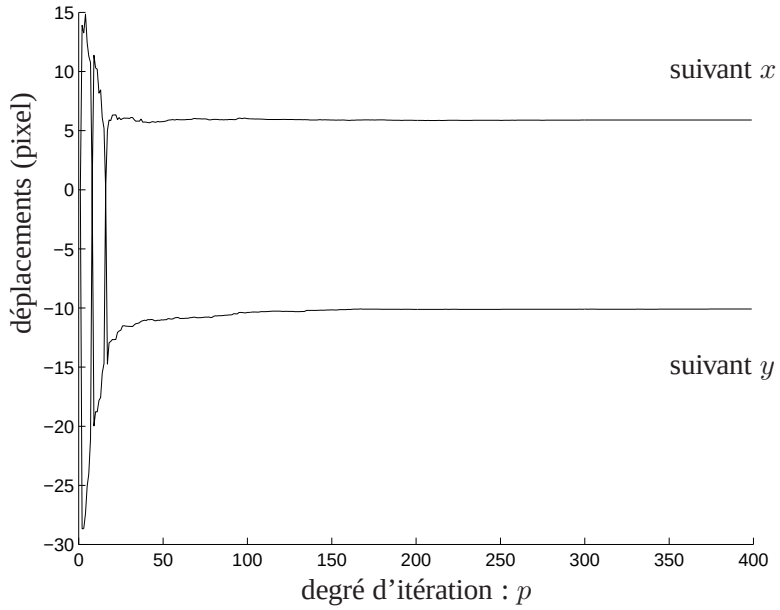



FIG. 3.11 – *Convergence du décalage.*

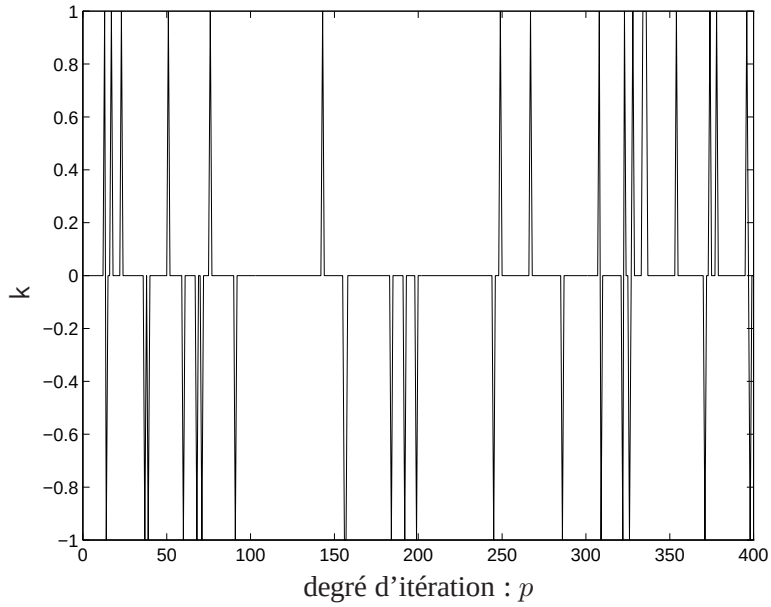



FIG. 3.12 – *Évolution normale des* k.

corrélation entre les deux images, qui conditionne la ressemblance entre la phase de leur TFD respective, est maximale lorsque le déplacement est nul. Nous obtenons en effet une précision

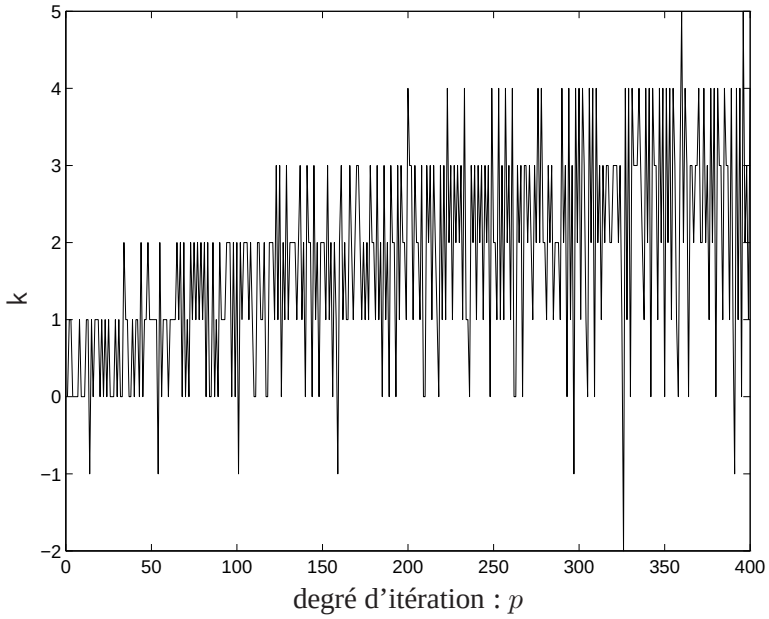



FIG. 3.13 – *Évolution des* k *en cas d'échec.*

infinie pour des images classiques[43] non bruitées ayant subit une translation sans déformation. Dans le cas d'images *speckle* issues d'un essai de traction, elle doit être déterminée expérimentalement. La résolution n'est *a priori* pas limitée.

## 3.4 Comparaison des différentes méthodes

Afin de choisir un algorithme adapté à nos besoins, il est nécessaire de comparer expérimentalement les performances de chaque méthode – pour différentes tailles d'image – en terme de temps de calcul et de précision.

### 3.4.1 Temps de calcul

Le temps de calcul est arbitraire et dépend du matériel informatique utilisé. Pour une configuration donnée, il est malgré tout représentatif du nombre d'opérations effectuées par chaque méthode. Il sera toujours fonction de la taille des images que l'on traite.

Nous avons brièvement indiqué au paragraphe 3.3.2 qu'un calcul de corrélation dans le domaine spatial est très coûteux[44]. Nous présentons donc, tout d'abord, les différences de temps de calcul d'une corrélation d'images dans le domaine spatial[45] (Fig. 3.14) et dans le domaine

43. Ne posant pas de problème d'échantillonnage.
44. En traitement du signal, le terme « coûteux » signifie : « gourmand en temps de calcul ».
45. Par fonction de corrélation.

spectral[46]. Cette comparaison est sans ambiguïté.

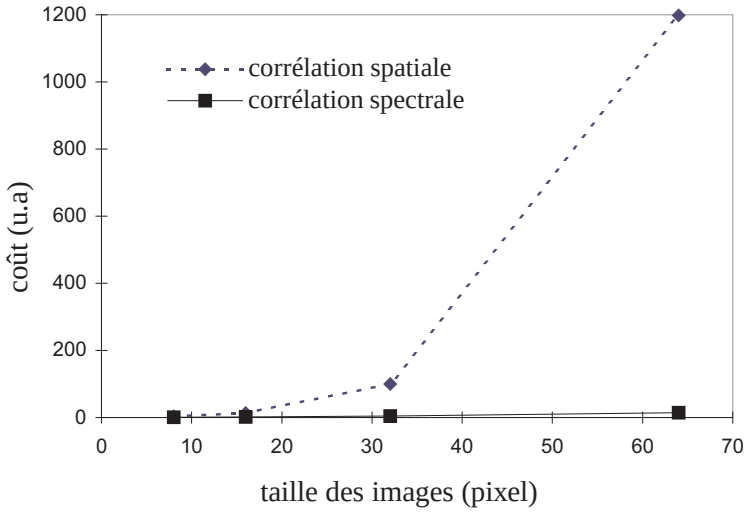



FIG. 3.14 – *Coût d'un calcul de corrélation.*

L'Intercorrélation par TFR demande le même nombre d'opérations que la méthode de Double TFD et l'interpolation sur le pic devient l'élément primordial pour ces méthodes. Nous proposons, sur la figure 3.15, une comparaison entre la méthode de Régression et les deux autres méthodes associées soit à une interpolation *zéro padding* d'ordre $32$ ou $64$, soit à une interpolation pas par pas (§3.3.3). Une interpolation pas par pas autour du pic est extrêmement rapide. On verra, dans les paragraphes suivant, que ceci se fait aux dépens de la précision. L'interpolation *zéro padding* est par contre relativement lente et, à précision égale, n'est pas compétitive avec la méthode de Régression.

Nous reportons les temps de calculs, en unité arbitraire, obtenus par chaque méthode dans le tableau 3.1[47].

TAB. 3.1 – *Coût de chaque méthode (u.a).*

| Taille d'image (pixel) | Régression sur la Phase | Corrélation sans interpolation | | Intercorrélation spectrale et Double TFD avec interpolation : | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | spatiale | spectrale | pas par pas | d'ordre $32$ | d'ordre $64$ |
| $8$ | $2$ | $3$ | $1$ | $6$ | $135$ | $571$ |
| $16$ | $10$ | $13$ | $2$ | $9$ | $136$ | $573$ |
| $32$ | $12$ | $100$ | $4$ | $11$ | $138$ | $576$ |
| $64$ | $45$ | $1198$ | $14$ | $20$ | $146$ | $584$ |
| $128$ | $105$ | $17160$ | $55$ | $64$ | $171$ | $622$ |

46. Par Transformée de Fourier Rapide.

47. Ces mesures ont été effectuées avec les fonctions du logiciel Matlab™.

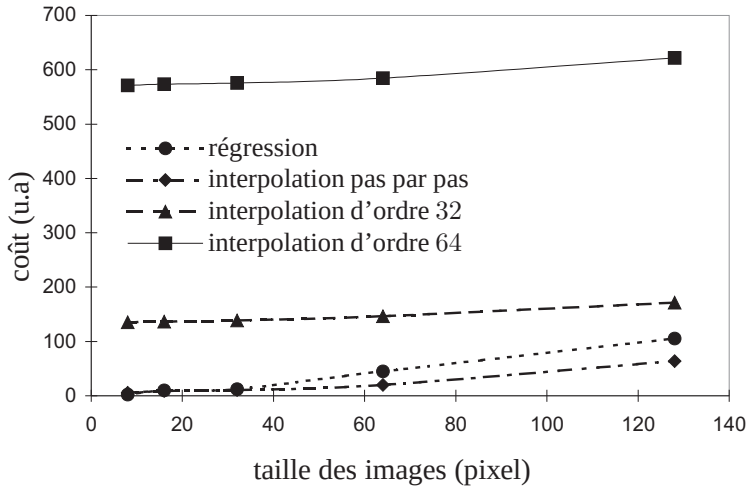



FIG. 3.15 – *Coût des différentes méthodes de calcul.*

### 3.4.2 Énergie du bruit résiduel

Pour un décalage connu, l'erreur commise est le premier critère pour évaluer la précision. Mais pour un décalage inconnu, l'énergie du bruit résiduel entre l'image référence et l'image témoin recalée spatialement est à notre sens le meilleur critère.

De manière analogue à la relation 3.22, nous définissons le bruit résiduel par l'équation suivante :

$$b_r(x,y) = i_r(x,y) - i_t(x - \omega_x, y - \omega_y). \tag{3.33}$$

La propriété de translation de la Transformée de Fourier permet de recaler numériquement $i_t$ de $\Omega$. Une précaution est tout de même à prendre. La translation par TFD est une translation circulaire[48]. Les éléments que l'on tronque d'un coté de l'image se retrouvent de l'autre côté après translation. Sur le schéma de la figure 3.16 par exemple, la partie grisée n'est pas commune aux deux images. Pour éviter d'intégrer ce phénomène à l'énergie du bruit, nous définissons celle-ci par la relation suivante :

$$\boxed{\mathcal{E}_{b_r} = \sum_{\nu_x=0}^{N_x-1} \sum_{\nu_y=0}^{N_y-1} \left( (i_r(x,y) - i_t(x - \omega_x, y - \omega_y)) \cdot \sqcap(x,y) \right)^2} \tag{3.34}$$

$$avec \begin{cases} \sqcap(x,y) = 1 \text{ si } (x,y) \in ([\boldsymbol{\omega}_x, N_x - 1 - \boldsymbol{\omega}_x], [\boldsymbol{\omega}_y, N_y - 1 - \boldsymbol{\omega}_y]) \\ \sqcap(x,y) = 0 \text{ ailleurs} \end{cases}$$

où $\boldsymbol{\omega}_k$ est un nombre entier directement supérieur à $|\omega_k|$.

48. Au sens du traitement du signal.

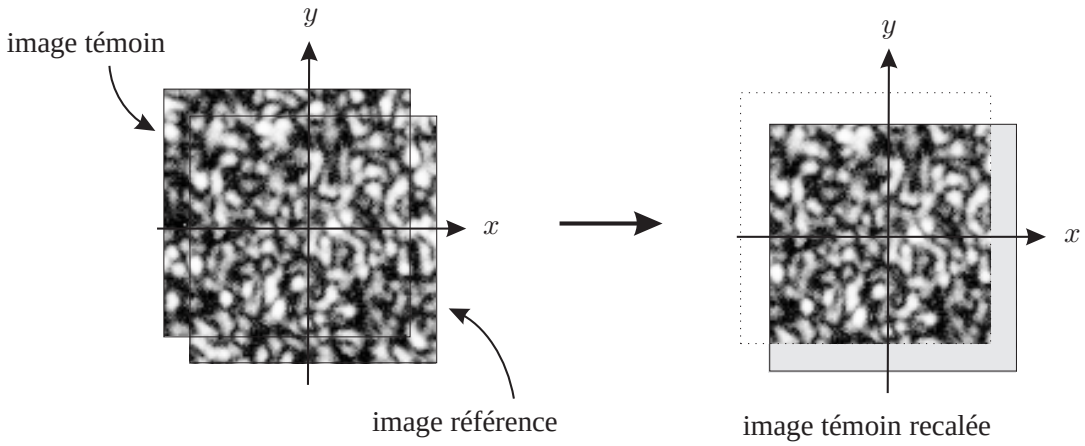
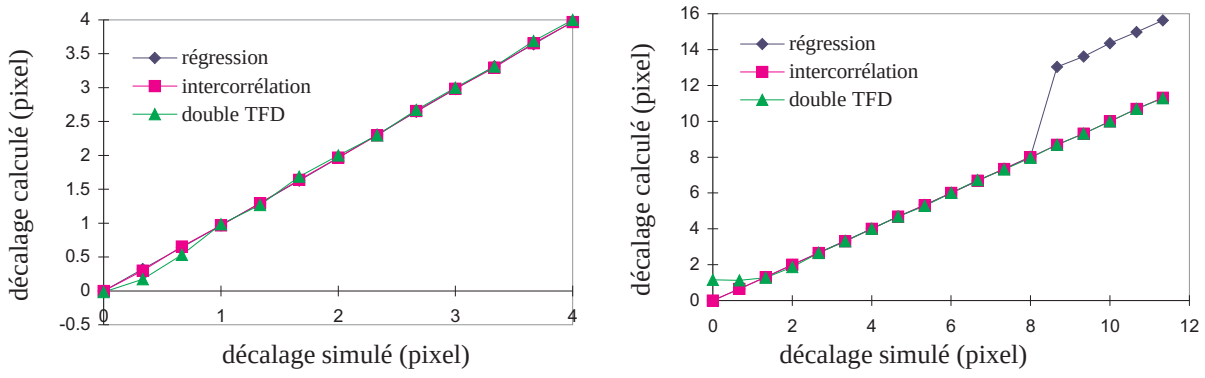



FIG. 3.16 – *Effet de circularisation de la TFD.*

### 3.4.3 Comparaison par simulation de décalages

Plusieurs simulations de décalage à partir d'images *speckle* expérimentales[49] ont été effectuées. Les résultats sont reproductibles et les courbes qui suivent en donnent une bonne représentation. La figure 3.17 représente le décalage calculé en fonction du décalage simulé pour des




(a) suivant $x$ (b) suivant $y$

FIG. 3.17 – *Décalages calculés à partir de simulations de décalages quelconques.*

images de taille $64 \times 64$ pixels$^2$. Les courbes d'erreur et d'énergie du bruit résiduel sont respectivement proposées sur les figures 3.18 et 3.19 pour des images de taille $32 \times 32$ pixels$^2$ et $64 \times 64$ pixels$^2$.

Ces résultats confirment les aspects théoriques :

– la méthode de Double TFD est sans intérêt pour de faibles décalages, ceci est valable pour toutes les tailles d'images (Fig. 3.18 & 3.19) ;

49. La simulation du décalage est réalisée par TFD. Pour les résultats présentés, $\omega_x = \omega_y/2$.

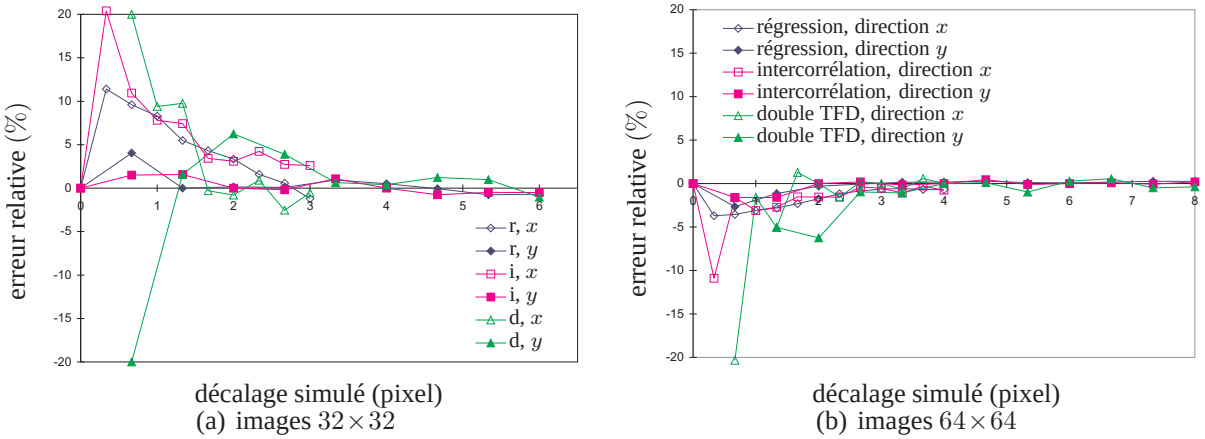



FIG. 3.18 – *Courbes d'erreur calculées à partir de simulations de décalages quelconques.*

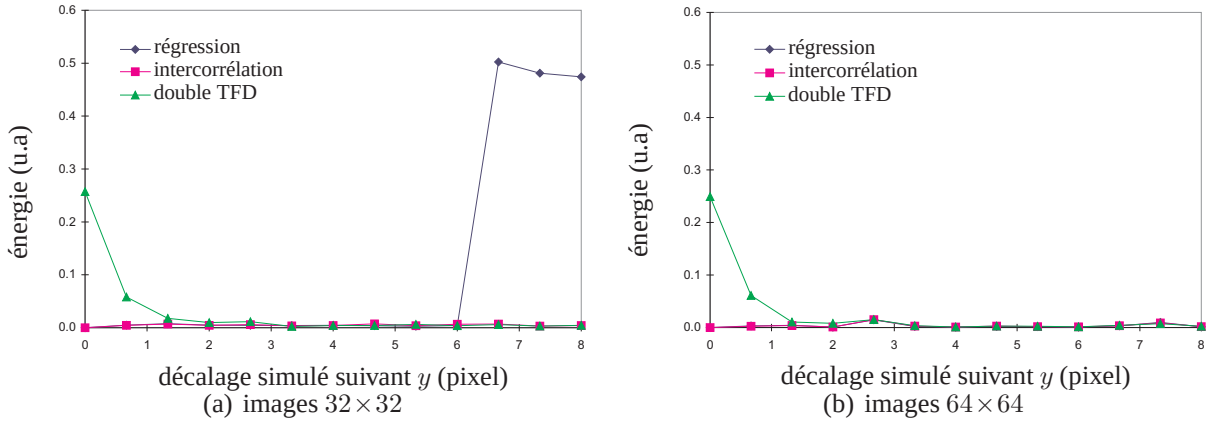



FIG. 3.19 – *Énergie du bruit résiduel calculée à partir de simulations de décalages quelconques.*

– la méthode de Régression échoue pour de grands décalages ($\omega_y > 8$ pixels pour des images de taille $64\times64$ pixels[2] pour l'exemple de la figure 3.17(b)) ;

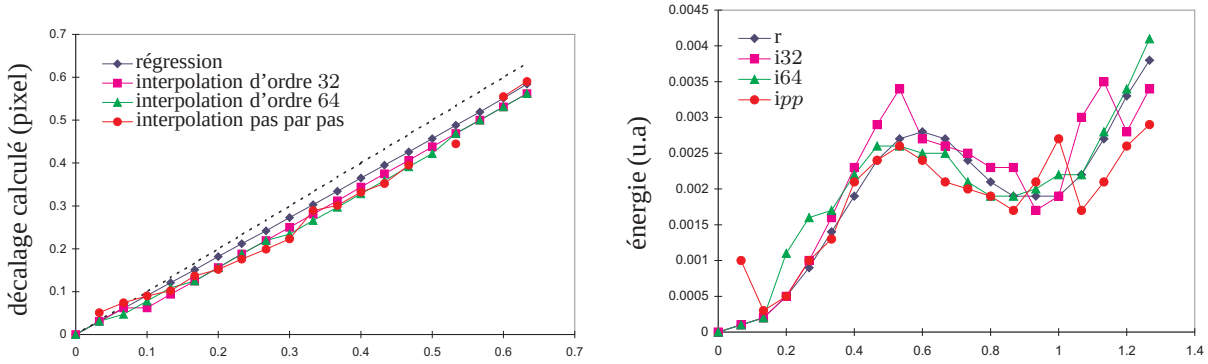
– la méthode d'Intercorrélation est robuste pour tous les décalages.

On peut, dès ces premiers résultats, abandonner la méthode de Double TFD puisqu'elle n'offre aucun avantage sur la méthode d'Intercorrélation. La précision des deux méthodes restantes est comparable (Fig. 3.18). Notons que le processus d'interpolation rend « déterministe » le résultat obtenu par Intercorrélation[50] et l'on remarque sur les figures 3.18(a) et 3.18(b)[51] l'aspect en dents de scie des courbes d'erreur. Les composantes $\omega_x$ et $\omega_y$ ne peuvent prendre que certaines valeurs autorisées par le degré d'interpolation.

50. C'est aussi le cas pour la méthode de Double TFD.
51. On s'en rendra mieux compte dans le cas des faibles décalages figure 3.21.

### 3.4.4 Comparaison par simulation de faibles décalages

Nous avons réalisé dès lors une comparaison entre la méthode d'Intercorrélation[52] et la méthode de Régression pour de très faibles décalages d'images *speckle*. Les principaux résultats sont présentés par les figures 3.20 pour ce qui concerne l'énergie et le décalage calculé en fonction du décalage imposé, et par les figures 3.21 pour ce qui concerne les courbes d'erreur par




(a) décalage calculé, image $32 \times 32$, direction $x$

(b) énergie du bruit résiduel, image $64 \times 64$

FIG. 3.20 – *Énergie et décalage calculés à partir de simulations de faibles décalages.*

taille d'images. Nous nous intéressons particulièrement, ici, à la pertinence de l'interpolation. Quelques remarques ressortent de ces tests :

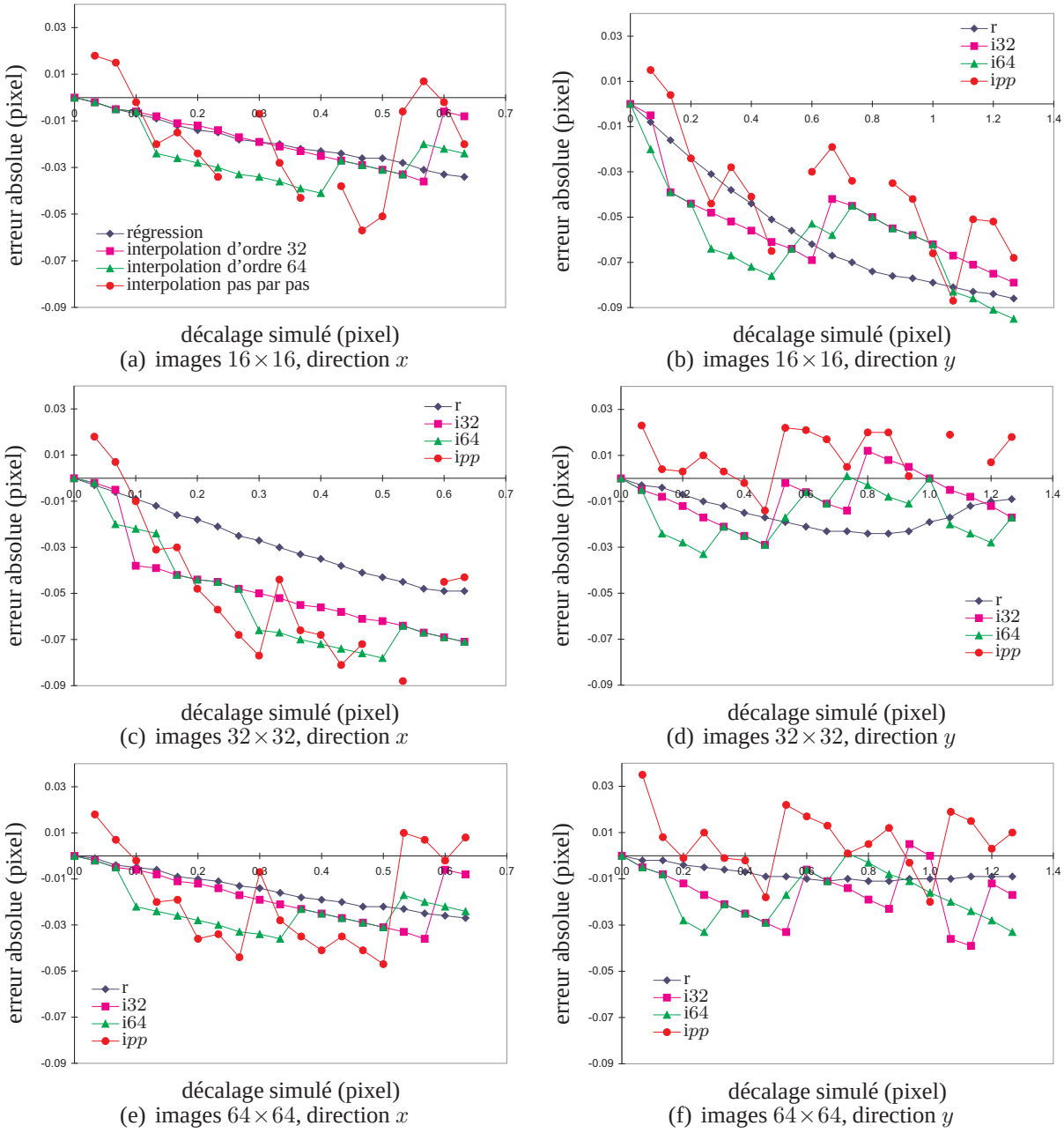
- l'erreur est proportionnelle au décalage (Fig. 3.20(a) où le pointillé représente la pente idéale) ;
- l'erreur est inversement proportionnelle à la taille des images (Fig. 3.21) ;
- l'interpolation pas par pas offre une précision moins bonne et moins reproductible que ses concurrentes, allant parfois jusqu'à l'échec (Fig. 3.21) ;
- la méthode de Régression offre des résultats moins aléatoires que la méthode d'Intercorrélation (ceci est visible aussi bien sur les courbes d'énergie figure 3.20(b) que sur les courbes d'erreur figure 3.21).

La conclusion la plus intéressante que l'on puisse tirer de ces simulations est la ressemblance entre les résultats de la Régression et ceux de l'Intercorrélation du point de vue de la forme des courbes. Les courbes de Régression semblent lisser celles d'Intercorrélation, ceci est dû à la haute résolution du calcul par Régression.

### 3.4.5 Comparaison à partir d'images issues d'un essai de traction

Nous avons déjà décrit les spécificités d'un essai de traction en ce qui concerne les images *speckle*. Cette comparaison ne serait pas complète sans une confrontation des deux méthodes

52. Sur les figures proposées jusqu'à la fin du chapitre, la méthode d'Intercorrélation est désormais repérée par l'ordre de l'interpolation effectuée sur le pic d'intercorrélation.




(a) images $16 \times 16$, direction $x$
(b) images $16 \times 16$, direction $y$
(c) images $32 \times 32$, direction $x$
(d) images $32 \times 32$, direction $y$
(e) images $64 \times 64$, direction $x$
(f) images $64 \times 64$, direction $y$

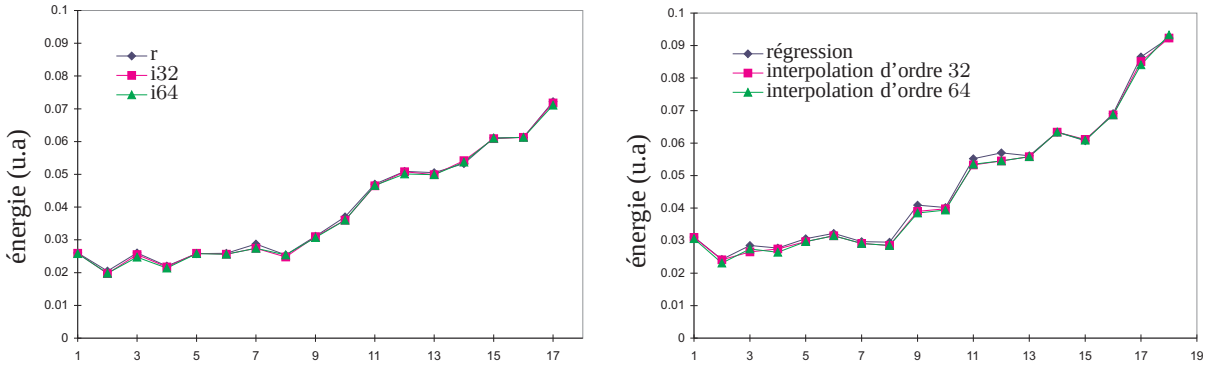
FIG. 3.21 – *Courbes d'erreurs absolues obtenues à partir de simulations de faibles décalages.*

à partir d'images expérimentales obtenues en conditions de traction. Cette fois, le seul critère valable est l'énergie du bruit résiduel. Nous n'avons en effet aucune connaissance a priori sur le décalage entre deux images.

Le test est effectué sur $20$ sous-images saisies successivement au centre de l'échantillon durant l'essai de traction. Le vecteur décalage est calculé entre deux images successives. L'image

témoin à une étape donnée devient donc l'image référence à l'étape suivante.

On s'aperçoit sur la figure 3.22 que les courbes d'énergie ne départagent pas les méthodes. Les courbes d'évolution du décalage calculé aboutissent à la même remarque (Fig. 3.23). On ob-




(a) sous-images de taille $32 \times 32$ pixels$^2$ (b) sous-images de taille $64 \times 64$ pixels$^2$

FIG. 3.22 – *Énergie du bruit résiduel obtenue à partir d'images issues d'un essai de traction.*

serve une bonne corrélation entre les résultats obtenus par les deux méthodes. La valeur obtenue suivant $x$ est intéressante. Les sous-images se situent sur la ligne neutre, là où le déplacement local est vertical. Les dispersions autour de zéro rendent donc compte en quelque sorte de la précision du calcul ; on peut l' estimer à environ $\pm 0{,}03$ pixel.

### 3.4.6 Algorithme final

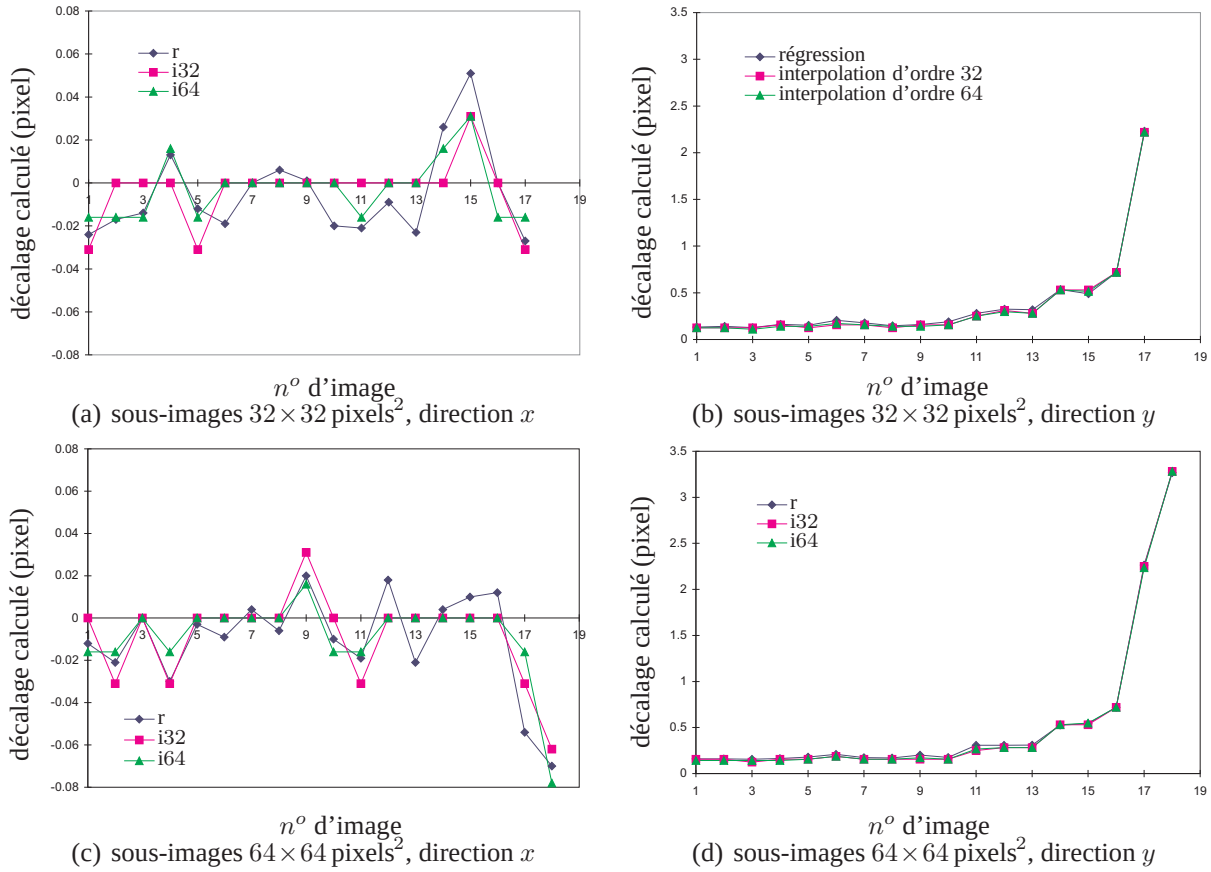
Les deux conclusions principales que l'on peut tirer de ces comparaisons sont la robustesse du calcul par Intercorrélation et la rapidité liée à la haute résolution du calcul par Régression. Elles aboutissent au choix d'un algorithme hybride en deux étapes :

- une estimation rapide du décalage au pixel près sera réalisée par Intercorrélation à partir de sous-images $16{\times}16$ pixels$^2$ ou $8{\times}8$ pixels$^2$ centrées sur les points dont on désire mesurer le vecteur déplacement ;
- une mesure subpixel sera réalisée par Régression sur la Phase entre des images $32 \times 32$ pixels$^2$ ou $64 \times 64$ pixels$^2$ [53].

Le diagramme de la figure 3.24 permet de comprendre le déroulement de ces deux étapes lors du calcul d'un champ de déplacements. Par convention, les axes sont de nouveau conformes à une traction de l'échantillon suivant la direction $x$. Compte tenu de la géométrie du montage de traction, l'axe $y$ redevient donc l'axe « horizontal ». L'estimation du décalage permet de saisir l'image témoin là où elle s'est réellement décalée pour limiter l'effet de fuite.

À titre d'information, le temps de calcul d'un champ de déplacements de $8{\times}8$ vecteurs est de $3$ minutes avec Matlab™ version $16$ bits sur un ordinateur PC 80486 DX 50. Il est de $11$ secondes

53. Le choix expérimental sera fonction du degré de similitude entre les images référence et témoin.




(a) sous-images $32 \times 32$ pixels$^2$, direction $x$

(b) sous-images $32 \times 32$ pixels$^2$, direction $y$

(c) sous-images $64 \times 64$ pixels$^2$, direction $x$

(d) sous-images $64 \times 64$ pixels$^2$, direction $y$

FIG. 3.23 – *Décalages calculés à partir d'images issues d'un essai de traction.*

avec Matlab™ version 32 bits sur un ordinateur Pentium™ 233. Une partie des essais dont nous présentons les résultats au chapitre 4 a été effectuée à la vitesse de déplacement maximale du dispositif de traction. Pour ces essais, la période d'acquisition des images est de 10 secondes. L'un des buts que nous nous sommes fixé est donc en passe d'être atteint : le calcul du champ de déplacements en temps réel est réalisable. Précisons qu'il reste, pour atteindre totalement cet objectif, une étape de développement[54] qui sort du cadre de ce travail.

## 3.5 Optimisation des paramètres

L'algorithme de calcul d'un vecteur déplacement étant défini, il reste à optimiser les paramètres entrant en jeu dans l'obtention des images *speckle*. Les résultats présentés dans la littérature montrent que le matériau diffusant n'influe pas sur les résultats[55]. Les paramètres que nous

54. Renouvellement du matériel et développement des algorithmes en langage compilé pour Windows™ 32 bits.

55. Tant que la rugosité de l'objet crée un *speckle* de contraste voisin de 1.

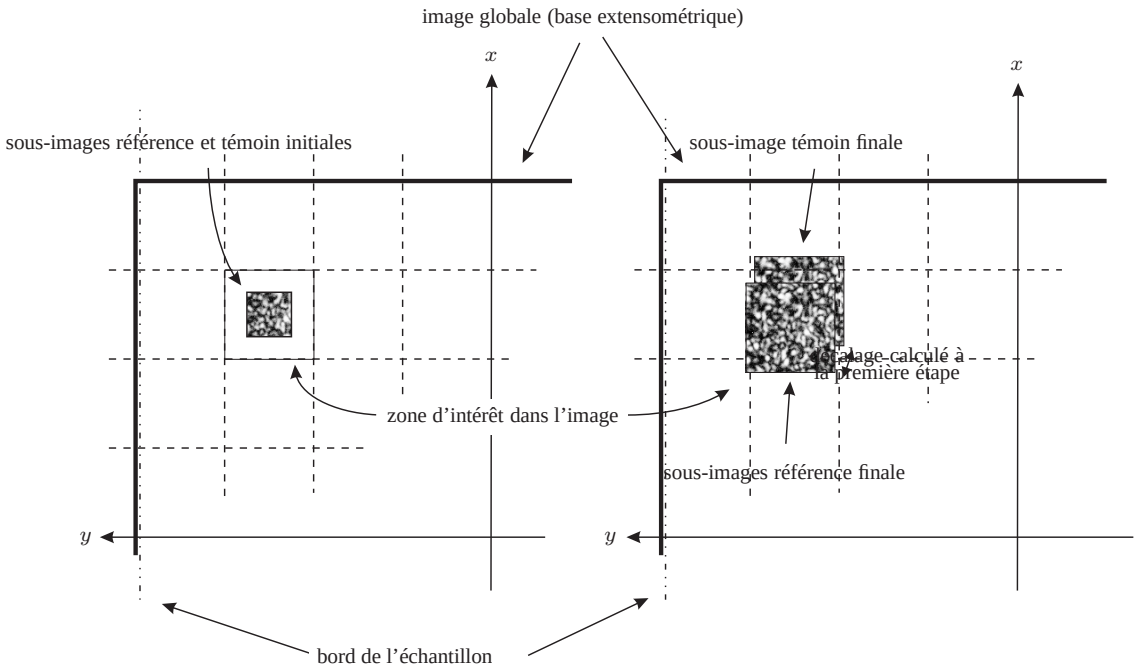



FIG. 3.24 – *Étapes de calcul d'un vecteur décalage.*

testons sont :

– l'ouverture de l'objectif utilisé (en relation directe avec la dimension moyenne du grain ) ;

– l'éclairement moyen du capteur CCD ;

– le temps de pose de la caméra.

Pour effectuer cette optimisation, nous avons réalisé des mesures de champs de déplacements issus d'un déplacement de corps rigide à la vitesse de déplacement maximale du mécanisme de traction. Nous retenons cette fois-ci comme critères l'écart-type des champs de déplacements mesurés et les erreurs commises par rapport au déplacement imposé. Ceci présente l'avantage d'optimiser les paramètres à partir d'un faible nombre d'essais d'une part et en conditions expérimentales d'autre part. Ces tests sont réalisés pour deux configurations de sous-images :

– $8 \times 8$ sous-images de taille $128 \times 128$ pixels$^2$ ;

– et $16 \times 16$ sous-images de taille $64 \times 64$ pixels$^2$.

Il est souhaitable, lors de ces mesures, d'isoler chaque paramètre pour déterminer son influence indépendamment des autres. Lors d'une première série de mesures, nous modifiions le gain de la caméra. Il s'est avéré rapidement que ce facteur constitue un quatrième paramètre. La courbe d'erreur de la figure 3.25 exprime clairement ce fait. Il est nécessaire de travailler sans modifier le gain de la caméra. Dans une seconde série de mesures, l'éclairement est contrôlé en

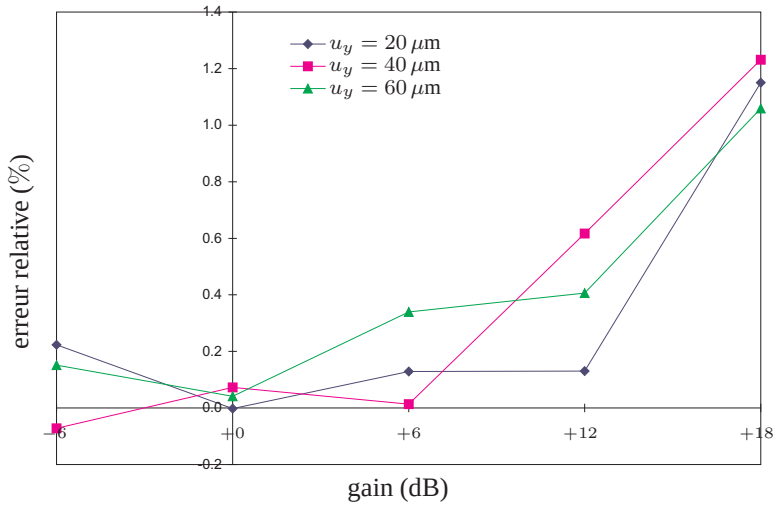



FIG. 3.25 – *Influence de la modification du gain.*

intercalant un polariseur entre la diode laser et l'échantillon.

### 3.5.1 Nombre d'Ouverture de l'objectif

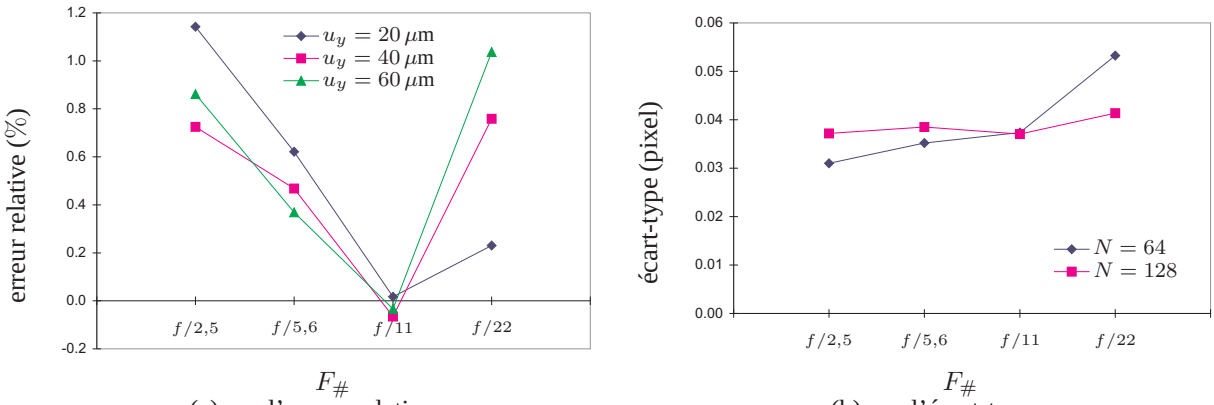
La dimension moyenne du grain de *speckle* est soumise aux conditions 3.4 et directement liée au Nombre d'Ouverture de l'objectif par la relation 3.3. C'est pourquoi il s'agit d'un paramètre fondamental.

Les courbes de la figure 3.26(a) ont été obtenues lors de la première série de mesures – donc en agissant sur la correction de gain – pour $9$ sous-images de taille $32 \times 32$ pixels$^2$ saisies autour de l'axe optique. Elles représentent l'influence du Nombre d'Ouverture sur l'erreur relative, pour trois amplitudes de déplacement différentes. Nous avons précisé le rôle néfaste de la correction du gain de la caméra. Concernant cet essai, le gain de $+0$ dB correspond à l'ouverture $f/5{,}6$. L'ouverture $f/11$ associée à un gain de $+6$ dB est la première combinaison qui vérifie la condition 3.4[56] page 135. C'est aussi celle qui offre les meilleurs résultats mais les erreurs sont trop faibles pour pouvoir trancher vraiment.

Nous représentons sur la figure 3.26(b) des courbes d'écarts-type en fonction du Nombre d'Ouverture. Elles rendent compte de la dispersion sur l'ensemble des vecteurs déplacements issus d'un déplacement de corps rigide lors de la seconde série de mesures[57]. Pour une sous-image de dimension grande devant la dimension du grain, les résultats sont peu dispersés. Pour une sous-image plus petite, $F_\#$ doit être augmenté afin de diminuer la taille du grain.

Paradoxalement, l'écart-type ne semble pas être affecté pour une dimension moyenne du grain ne vérifiant pas le critère de Shannon[58]. Précisons tout de même que les aberrations de

56. $G_T = 0{,}66$ et $\lambda = 830$ nm donc $\overline{S} \simeq 18{,}5\,\mu$m soit $2{,}7 \cdot T$ pour $T = 6{,}8\,\mu$m donc $\overline{S} > 2{,}4 \cdot T$.
57. En contrôlant l'éclairement à l'aide d'un polariseur.
58. Voir la condition 3.4 page 135.




(a) sur l'erreur relative (b) sur l'écart-type

FIG. 3.26 – *Influence du Nombre d'Ouverture* $F_\#$.

l'objectif ne sont pas corrigées pour ces résultats[59]. On utilisera tout de même de préférence l'ouverture $f/11$ durant les essais. Nous n'étudions pas ce point plus en détail mais on pourra se référer aux travaux de Ogiwara et Ohtsubo où, de manière aussi étonnante, une précision meilleure est obtenue pour des images *speckle* après leur binarisation [147]. Pour mieux comprendre ces résultats, il serait nécessaire d'étudier de manière pointue le principe d'enregistrement du signal au niveau du capteur CCD et de modéliser l'échantillonnage.

### 3.5.2 Éclairement moyen du capteur CCD

Les essais montrent que l'éclairement ne constitue pas un paramètre critique. Il n'intervient que si le capteur est saturé et c'est surtout ce point qui doit faire l'objet d'une attention particulière.

### 3.5.3 Temps de pose de la caméra CCD

Le temps de pose est un paramètre important. En effet, lors d'un essai de traction, les images sont saisies durant la déformation de l'éprouvette. Un temps de pose trop bref diminue l'intensité dans l'image donc le rapport signal sur bruit ; un temps de pose trop long ne permet pas de « figer » l'image *speckle*. Les temps de pose accessibles pour la caméra que nous utilisons[60] sont : $10$, $20$, $50$, $100$, $200$ et $500$ ms. Dans le cas le plus défavorable[61], le bougé de l'objet est de $0{,}1\,\mu$m. Ceci est inférieur à la précision du calcul pour le grandissement que nous avons utilisé expérimentalement. On remarque sur les courbes de la figure 3.27 que, dans ces conditions, il faut éviter absolument les deux temps de pose les plus courts. On choisira de préférence $100$ ms (voire $200$ ms si l'on effectue les essais à vitesse de traction faible).

59. Voir le paragraphe 3.6.
60. Caméra monochrome Kodak™ MÉGAPLUS $1320 \times 1035$ pixels$^2$.
61. Vitesse de traction maximale et temps de pose le plus long.

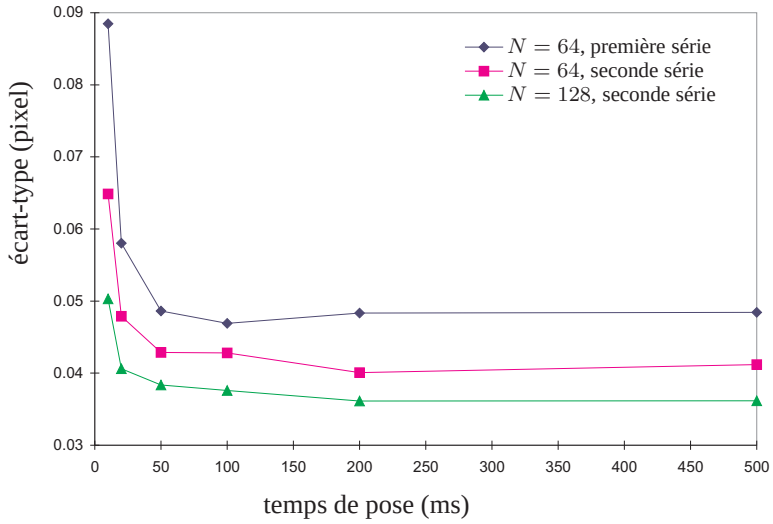



FIG. 3.27 – *Influence du temps de pose de la caméra.*

### 3.5.4 Bilan de l'optimisation des paramètres

Les études théoriques et les résultats de l'optimisation expérimentale laissent peu de liberté dans les paramètres à adopter lors d'une campagne d'essais :

- gain de la caméra : $+0$ dB ;
- éclairement moyen : utiliser toute la dynamique du capteur CCD et éviter la saturation ;
- Nombre d'Ouverture : $f/11$ pour notre expérience (éventuellement $f/16$) ;
- temps de pose : $100$ ms ou $200$ ms.

On remarque que la plus faible dispersion obtenue pour un champ de vecteurs[62], lorsque tous les paramètres sont optimisés correctement, se situe vers $0{,}03$ pixel. Ceci correspond à une précision d'environ $\pm 0{,}06$ pixel dans l'image[63] pour un vecteur décalage[64], donc moins bonne que la précision attendue.

Cette remarque nous amène à un résultat supplémentaire intéressant. Nous avons effectué la précédente optimisation sur des champs de décalages de $8\times8$ et $16\times16$ sous-images. En étudiant les résultats localement, on remarque une orientation des vecteurs en fonction de leur position dans l'image. On peut l'observer sur la figure 3.28 qui représente un champ de déplacements[65] issu d'un déplacement vertical de corps rigide.

L'orientation moyenne des vecteurs décalages dans l'image est représentée par la figure 3.29(a). Les vecteurs situés dans les coins sont inclinés de $\pm 1{,}3^o$ selon le coin considéré alors

62. Voir le paragraphe 3.5.1.

63. En considérant la précision comme étant égale à $\pm$ deux fois l'écart-type.

64. Soit $\pm 0{,}6\ \mu$m sur le vecteur déplacement en surface de l'échantillon pour le grandissement expérimental que nous avons adopté lors des essais.

65. Chaque vecteur est représenté par un trait et par ses composantes $\omega_x$ (nombre supérieur) et $\omega_y$ (nombre inférieur) en pixel.

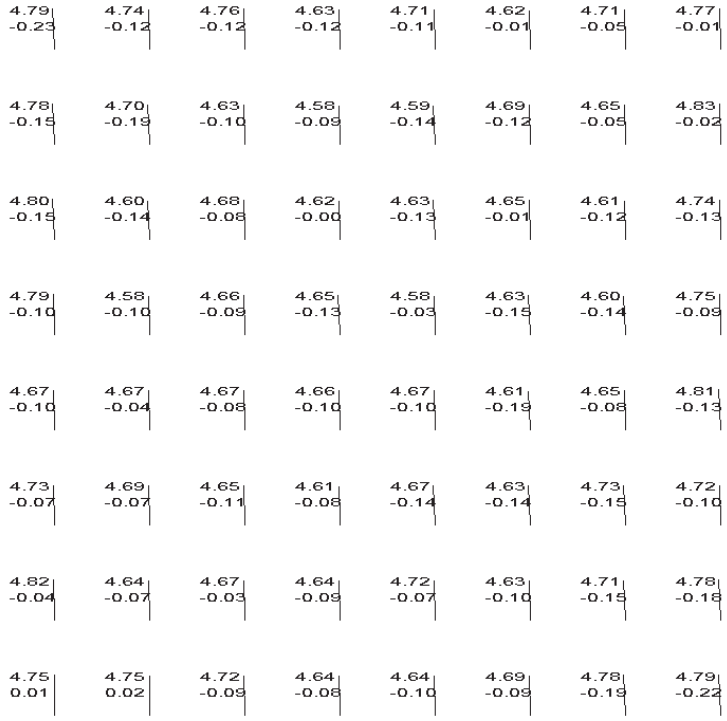
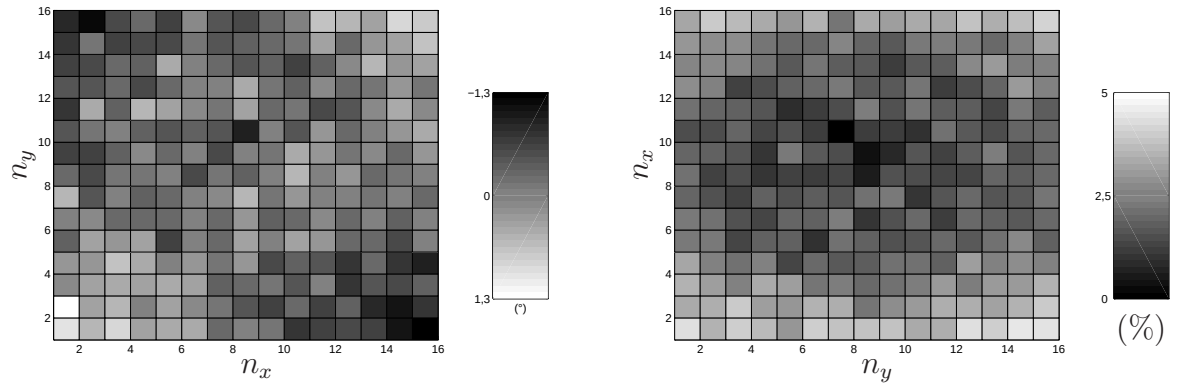



FIG. 3.28 – *Champ de déplacements de corps rigide.*

que les vecteurs situés sur les axes n'y sont pas. La figure 3.29(b) représente quant à elle l'écart à la norme des vecteurs décalages en fonction de leur position dans l'image. On note une erreur de $+5\%$ dans les coins. Ces deux éléments traduisent l'influence des aberrations du système optique. Cet élément doit être pris en compte et fait en conséquence l'objet du paragraphe suivant.




(a) erreur sur l'orientation (b) erreur sur la norme

FIG. 3.29 – *Effet de la distorsion sur le décalage mesuré.*

## 3.6 Prise en compte des aberrations du système optique

Les aberrations géométriques que nous avons mises en évidence se comportent comme un biais systématique sur le décalage calculé en fonction de sa position dans l'image. Il est donc intéressant de pouvoir les modéliser pour les corriger lors du calcul du vecteur déplacement équivalent. L'observation d'un réseau de traits verticaux, puis d'un réseau de traits horizontaux, confirme les erreurs mesurées sur un déplacement de corps rigide : il s'agit d'une distorsion en coussinet[66].

### 3.6.1 La distorsion en coussinet

On peut évaluer l'aberration géométrique d'un objectif par l'écart à l'approximation linéaire suivante [148] :

$$\boxed{\Delta_{\underline{x}_i} = \underline{x}_i - G_T \cdot \underline{x}_o} \tag{3.35}$$

| | |
|---|---|
| $\Delta_{\underline{x}_i}$ (m) | : écart à l'approximation linéaire, |
| $\underline{x}_o = x_o + jy_o$ (m) | : coordonnées complexes d'un point dans l'objet, |
| $G_T$ | : grandissement transversal, |
| $\underline{x}_i = x_i + jy_i$ (m) | : coordonnées complexes d'un point dans l'image. |

Dans le cas d'une distorsion, en utilisant les coordonnées polaires, cet écart s'écrit :

$$\Delta_{\underline{x}_i} = C_{2100} \cdot {r_o}^3 \cdot \exp(j\theta_o) \tag{3.36}$$

où $C_{2100}$ est le coefficient de distorsion à déterminer.

En combinant les relations 3.35 et 3.36 on aboutit au système suivant :

$$\begin{cases} x_o = x_i \left( \frac{1}{G_T} - \frac{C_{2100} \cdot {r_i}^2}{{G_T}^4} \right) \\ y_o = y_i \left( \frac{1}{G_T} - \frac{C_{2100} \cdot {r_i}^2}{{G_T}^4} \right) \end{cases} . \tag{3.37}$$

Si on considère la manière de calculer le décalage image, on peut exprimer le déplacement objet :

$$\left[ \begin{array}{l} \omega_{x_o} = x_{t_o} - x_{r_o} \\ \omega_{y_o} = y_{t_o} - y_{r_o} \end{array} \right. \tag{3.38}$$

où l'indice $t$ fait référence à l'image témoin et l'indice $r$ à l'image référence.

D'où l'on tire l'expression du déplacement :

$$\boxed{\left[ \begin{array}{l} \omega_{x_o} = \frac{\omega_{x_i}}{G_T} + \frac{C_{2100}(x_{r_i} \cdot {r_{r_i}}^2 - x_{t_i} \cdot {r_{t_i}}^2)}{{G_T}^4} \\ \omega_{y_o} = \frac{\omega_{y_i}}{G_T} + \frac{C_{2100}(y_{r_i} \cdot {r_{r_i}}^2 - y_{t_i} \cdot {r_{t_i}}^2)}{{G_T}^4} \end{array} \right.} . \tag{3.39}$$

On peut ainsi calculer le vecteur déplacement dans chaque sous-image en estimant les coefficients $G_T$ et $C_{2100}$.

66. Lorsqu'un objet carré est filmé, son image apparaît courbée et prend la forme d'un coussinet. Cette distorsion est opposée à la distorsion en barillet.

### 3.6.2 Le grandissement transversal $G_T$

Le grandissement transversal doit être mesuré, de façon simple, au début de chaque essai. Nous utilisons pour ce faire une mire comportant trois disques transparents[67] situés sur les sommets d'un triangle (Fig. 3.30). La distance physique entre le centre de symétrie de chaque disque

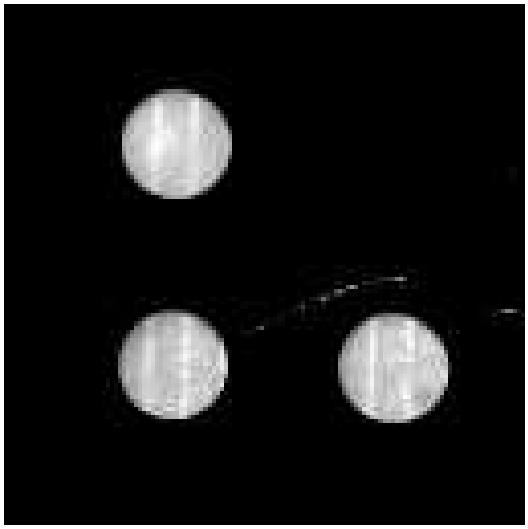


FIG. 3.30 – *Mire d'étalonnage de la caméra CCD.*

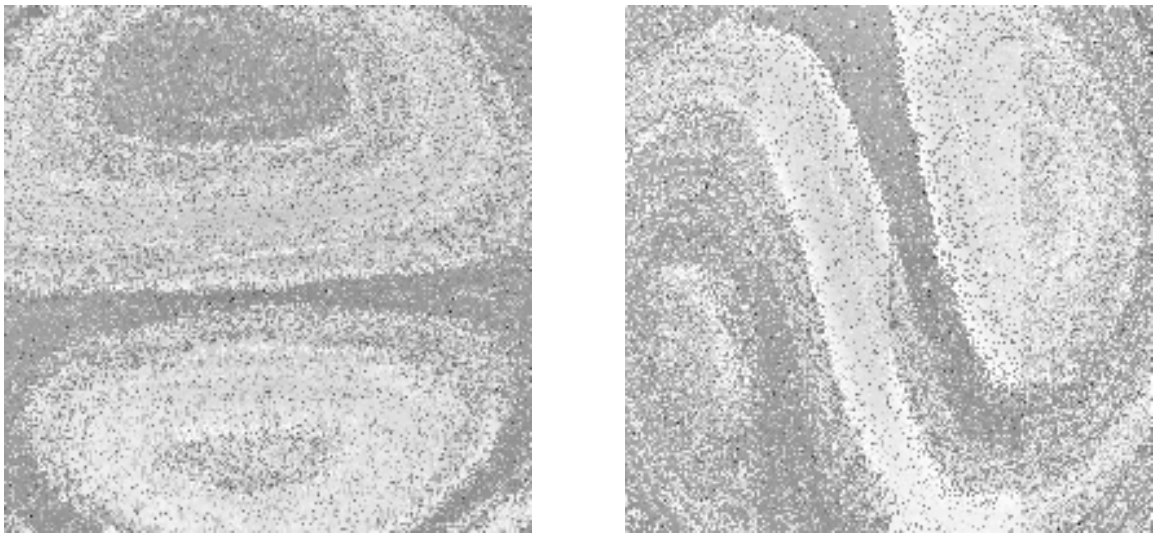
est connu. Nous mesurons son image, au dixième de pixel près, à l'aide d'un logiciel de traitement d'image[68]. Cette technique présente deux avantages par rapport à la visualisation d'un seul disque ou d'un réseau de trait :

- la mire n'a pas besoin d'être alignée précisément sur l'axe de traction ;
- une mauvaise mise au point de l'image ne modifie pas les entraxes mesurés.

### 3.6.3 Le coefficient de distorsion $C_{2100}$

Connaissant le grandissement transversal, on peut estimer le coefficient de distorsion en modélisant la courbure de champ. Les franges de moiré de la figure 3.31 sont obtenues par moiré multiplicatif entre un réseau de traits enregistré, et un réseau de même pas généré numériquement. Elles nous donnent une indication sur l'écart entre l'image et l'axe optique[69]. Le centre des noeuds correspond en outre à une distorsion suivant les axes $x$ et $y$ du pas du réseau ($5$ pixels). Cette information ajoutée à la courbure des réseaux enregistrés nous permet de calculer $C_{2100}$.

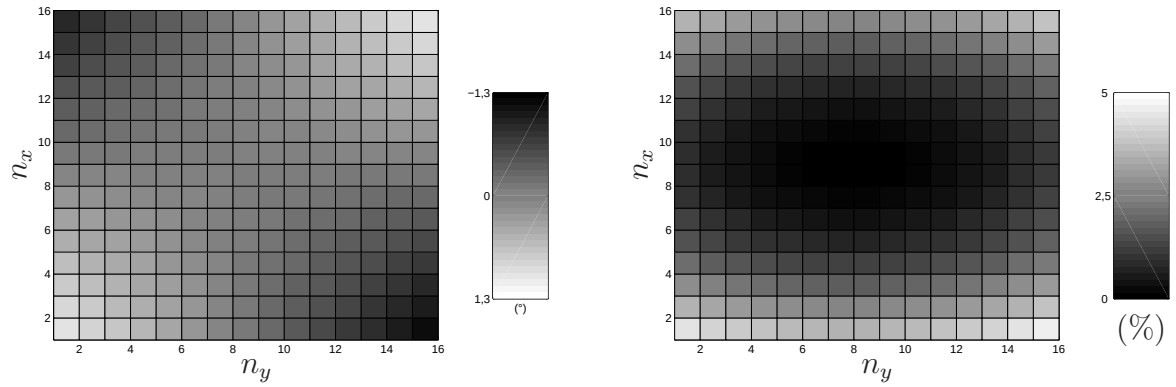
67. Il s'agit d'un masque de verre chromé du type de ceux utilisés en usinage chimique.
68. Nous pourrions aussi bien effectuer cet étalonnage à l'aide du calcul par Régression.
69. Les images obtenues ne sont pas centrées sur l'axe optique. En effet, comme pour la Partie I, nous n'utilisons suivant la direction horizontale que $1024$ pixels sur les $1320$ pixels disponibles sur le capteur CCD.



(a) le réseau est placé horizontalement (b) le réseau est placé verticalement

FIG. 3.31 – *Franges de moiré entre un réseau enregistré et un réseau numérique.*

La modélisation des erreurs expérimentales commises sur le module et sur l'orientation d'un déplacement de corps rigide vertical est représentée par la figure 3.32. Nous obtenons une allure en parfait accord avec les résultats expérimentaux présentés sur la figure 3.29.




(a) erreur sur l'orientation (b) erreur sur la norme

FIG. 3.32 – *Modélisation de l'effet de la distorsion sur le décalage mesuré.*

Ces résultats ont été obtenus avec un zoom macro de focale $18$ mm à $108$ mm que nous utilisons dans ses plus forts grossissements. Dans cette configuration, le coefficient de distorsion mesuré est $C_{2100} = 240$. Notons que nous avons aussi utilisé pour les essais un objectif télécentrique de bien meilleure qualité. Nous mesurons, pour ce dernier, un coefficient $C_{2100} = 110$. Ceci correspond tout à fait à la distorsion de $2\%$ en périphérie donnée par le constructeur.

## 3.7 Bilan du chapitre 3

Une méthode de mesure du champ de déplacements dans le plan, dite de Régression sur la Phase, a été développée. Elle semble donner de meilleurs résultats que les méthodes classiques d'Intercorrélation et de Double TFD, particulièrement en ce qui concerne des décalages du *speckle* image inférieurs à la taille du pixel CCD. Nous estimons la précision d'un vecteur déplacement à $\pm 0{,}03$ pixel après correction des aberrations. Pour prétendre à cette précision, l'optimisation des différents paramètres doit être réalisée avec soin. Le prochain chapitre a pour but de tester le mécanisme de traction associé à la mesure du champ de déplacements dans le plan via des essais réels de traction.

# Chapitre 4

# Validation expérimentale du banc d'essai

La méthode de mesure du champ de déplacements permet d'effectuer plusieurs degrés d'analyse des résultats. On verra que les différentes étapes de cette analyse sont nécessaires pour exploiter correctement les données expérimentales.

Les premiers résultats disponibles sont les champs de déplacements en tant que tels. Ils permettent dans un premier temps de visualiser le comportement des échantillons et le bon déroulement du calcul des vecteurs déplacements.

La seconde phase consiste à calculer les déformations dans le plan. Quelques critères de validité des vecteurs déplacements sont définis et vont permettre de ne pas considérer des données non significatives dans le calcul des déformations.

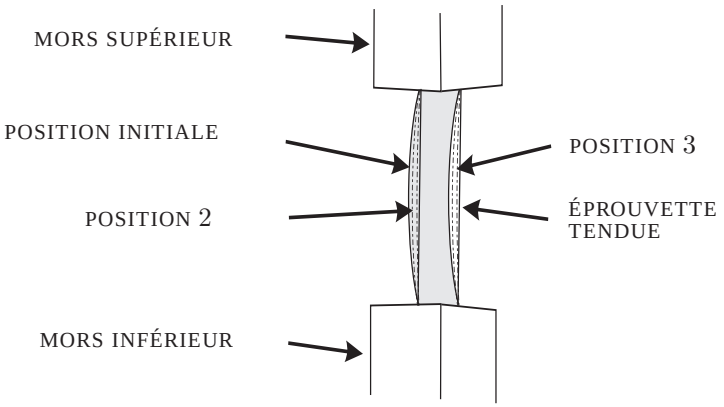
Finalement, par l'analyse des courbes *contraintes en $x$ / déformations en $x$* et *déformations en $y$ / déformations en $x$,* on est en mesure de déterminer le module d'Young puis le coefficient de Poisson du matériau. Les résultats obtenus sur film de cuivre électrodéposé et sur film de silicium monocristallin montrent un fois de plus qu'il n'est pas aisé de réaliser un essai de traction convenable sur des films minces.

## 4.1 Les champs de déplacements

Les premiers résultats intéressants, offerts par la technique adoptée, sont les champs de déplacements relatifs en surface de l'échantillon. On peut par leur visualisation suivre la mise en place du film de traction au cours du chargement. Ils permettent également la détection d'un défaut localisé de l'éprouvette... Trois résultats expérimentaux vont nous permettre de commenter ces remarques.

Les champs de vecteurs[1] de la figure 4.1 montrent l'effet de la mise en place de l'éprouvette dans son plan. Il s'agit d'une éprouvette ayant subi plusieurs charges et décharges successives[2] de contrainte supérieure à la limite élastique du matériau. Elle est par conséquent fortement écrouie et présente dans son état initial – comme le montre la figure 4.1(a) – une courbure si-

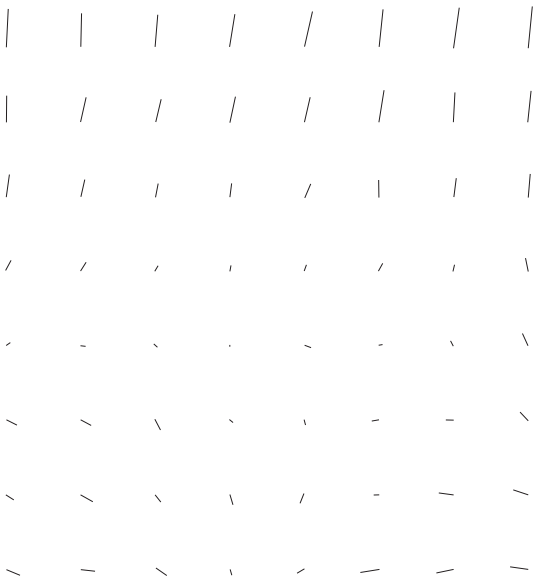
1. Chaque vecteur est représenté par un trait.
2. Lors d'une période de réglages.



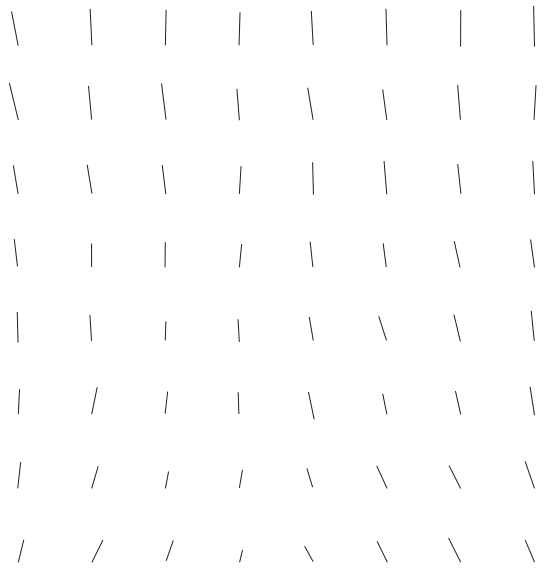

(a) mise en place de l'éprouvette



(b) premier champ calculé



(c) second champ calculé



(d) troisième champ calculé

FIG. 4.1 – *Résultat 1 : éprouvette initialement non tendue.*

gnificative. Les champs de vecteurs sont obtenus durant la phase de positionnement. Le champ représenté par la figure 4.1(b) caractérise le déplacement de l'éprouvette de la position initiale à la position 2. Les champs des figures 4.1(c) et 4.1(d) caractérisent respectivement le déplacement de la position 2 à la position 3 puis de la position 3 à la position tendue. Les champs obtenus par la suite sont typiques d'un essai de traction[3]. On met ici en évidence les erreurs commises, sur

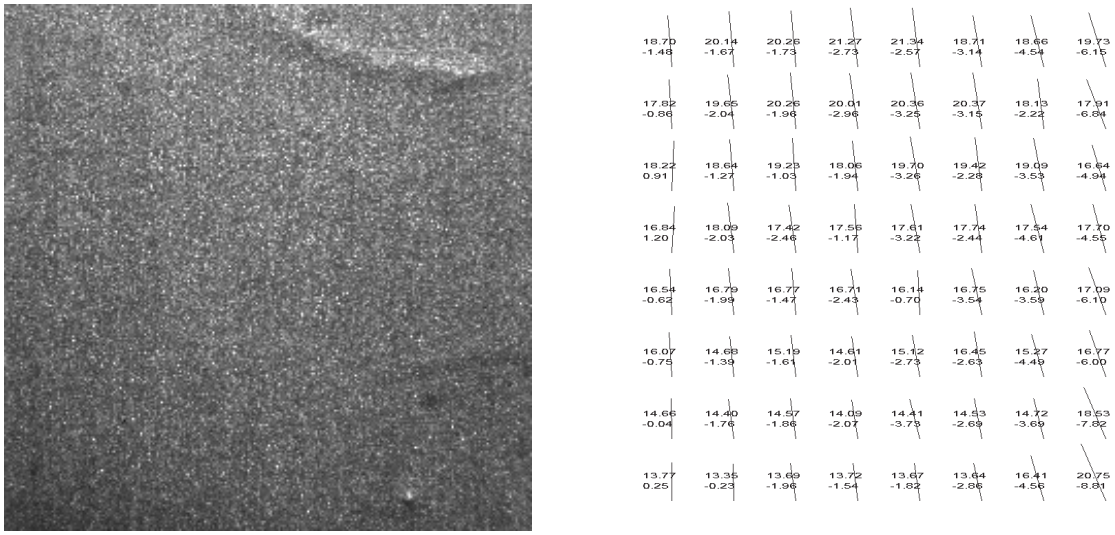
3. Un exemple est donnée par la figure 4.4.

le calcul des vecteurs déplacement dans le plan, lorsque le déplacement de l'objet est tridimensionnel. La relation 3.5 page 137 étant une simplification de l'expression générale du décalage du *speckle* en fonction du déplacement de la surface objet, les composantes $\omega_x$ et $\omega_y$ calculées sont erronées. Elles traduisent principalement le déplacement hors-plan de l'éprouvette lors de sa tension. Deux hypothèses simplificatrices permettant d'obtenir la relation 3.6 page 137 ont été violées :

– le déplacement objet local doit être plan ;

– ce déplacement doit se situer dans la zone de mise au point de l'objectif.

La figure 4.2(b) présente un autre champ de déplacements[4] intéressant obtenu pour une




(a) image de l'éprouvette froissée (b) champ de déplacements calculé

FIG. 4.2 – *Résultat 2 : présence d'un défaut sur un bord de l'éprouvette.*

charge de $18\,\mathrm{N}$ sur un échantillon de cuivre d'épaisseur $18\,\mu$m. L'éprouvette de traction comporte un pli, visible à l'oeil, sur son côté supérieur droit (Photo. 4.2(a)). Ce défaut a provoqué une déformation locale irréversible sur l'échantillon. Lors de la traction, elle agit de manière non négligeable sur le champ de déplacements en décalant la ligne neutre[5] vers le bord gauche.

Enfin, outre la détection d'un défaut, l'étude du champ de déplacements peut permettre l'étude de cas singuliers (fissures, échantillon perforé... ). Nous présentons, sur la figure 4.3, le cas d'une éprouvette de cuivre d'épaisseur $18\,\mu$m dans laquelle nous avons réalisé un poinçonnage circulaire. Le champ de déplacements obtenu est significatif[6]. Il correspond ici à une décharge de $23\,\mathrm{N}$ à $10\,\mathrm{N}$.

4. Les composantes $\omega_x$ et $\omega_y$ sont données en $\mu$m.

5. On appellera « ligne neutre » l'ensemble des points de l'éprouvette qui ne subissent pas de déplacement suivant $y$ durant la traction (voir le paramétrage sur la figure 2.1 en page 122).

6. Les vecteurs situés sur le diamètre horizontal du trou sont inclinés car le mors inférieur est fixe.

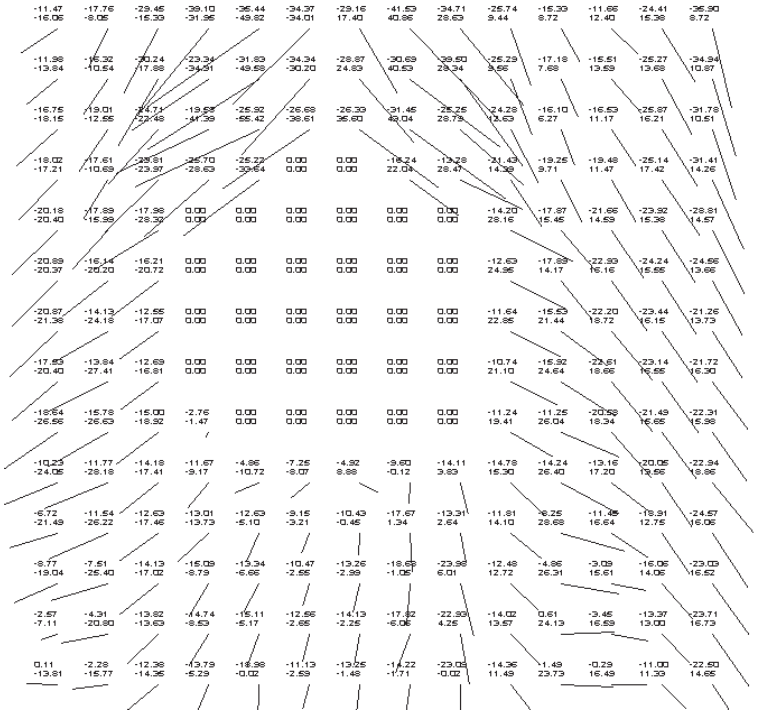


FIG. 4.3 – *Résultat 3 : champ de déplacements d'une éprouvette percée.*

En conclusion, il est important pour chaque essai de visionner les champs de déplacements. Outre la détection de défaut, ceci permet de ne pas prendre en compte les résultats obtenus tant que l'échantillon n'est pas correctement positionné. C'est l'un des avantages d'une extensométrie locale par mesure du champ de déplacements sur une extensométrie par jauges de déformation et sur une extensométrie globale. L'addition des champs de déplacements retenus permet de suivre l'évolution des vecteurs déplacements absolus, de l'instant initial à l'instant final. Nous avons pu suivre par exemple, dans le cas du second résultat expérimental présenté, le centrage de la ligne neutre au fur et à mesure de l'écrouissage[7].

La figure 4.4 représente un champ de déplacements absolus[8] obtenu pour une éprouvette de cuivre en traction[9]. C'est de ce type de champs de déplacements que l'on va tirer l'évolution des déformations dans le plan.

7. Le défaut devenant de moins en moins singulier lorsque tout l'échantillon entre en plasticité.
8. Sur cette représentation, les vecteurs supérieurs sont tronqués. Leurs coordonnées sont données en $\mu$m.
9. Épaisseur $70\,\mu$m, charge $112\,$N.

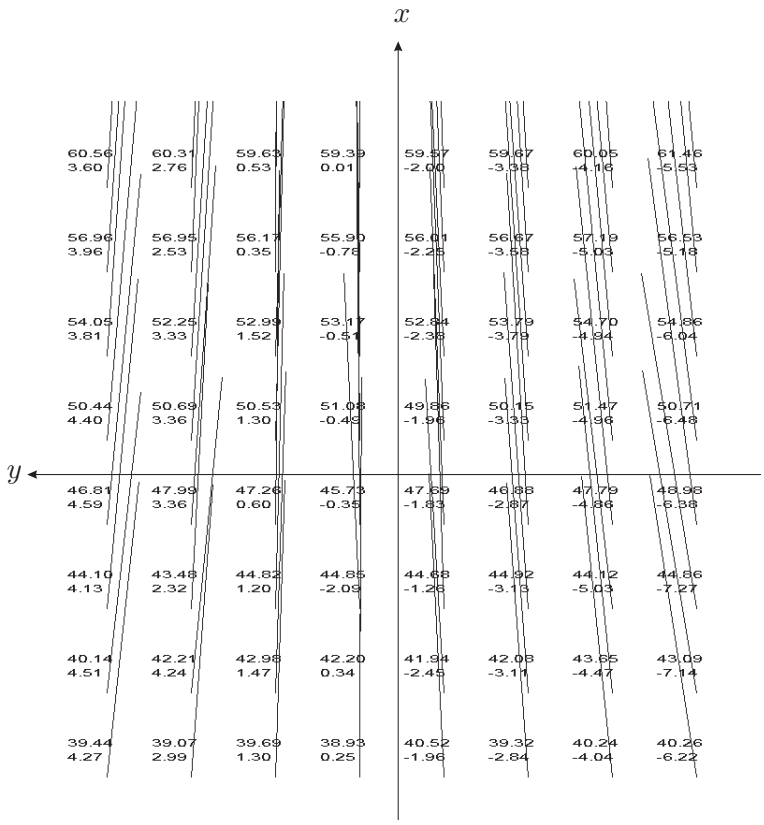



FIG. 4.4 – *Champ de déplacements typique d'une éprouvette de traction.*

## 4.2 Les déformations dans le plan

Le tenseur des déformations, dans le cas de la traction d'un film mince, a été explicité au chapitre 2 page 121. Pour un matériau homogène et isotrope, il semble facile de calculer les élongations unitaires suivant les directions $x$ et $y$ à partir des champs de déplacements. Un champ de $n_x \times n_y$ vecteurs offre respectivement $n_y \cdot C_{n_x}^2$ et $n_x \cdot C_{n_y}^2$ combinaisons de calcul de $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{yy}$.

On pourra éliminer certaines de ces combinaisons suite à l'observation des champs de déplacements. Deux critères importants ont été définis :

1. les colonnes[10] trop proches d'un bord libre et les lignes inférieures et supérieures peuvent être ignorées[11] ;
2. lorsque le gradient de déplacement moyen suivant $y$ entre deux colonnes de vecteurs est inférieur à la précision que l'on peut obtenir sur chaque $\omega_y$, la déformation calculée entre ces deux colonnes ne doit pas être prise en compte, nous définissons un « intervalle de

10. On entend par « colonne » et « ligne » les colonnes et les lignes de vecteurs au sens matriciel.
11. Présence de défauts, zone utile non homogène...

sécurité » pour respecter ce critère[12].

Il reste finalement $(n_x - n_l) \cdot C^2_{(n_y - n_c - n_s)}$ valeurs suivant $y$ dont la moyenne correspond à $\varepsilon_{yy}$ et $(n_y - n_c) \cdot C^2_{(n_x - n_l)}$ valeurs suivant $x$ dont la moyenne correspond à $\varepsilon_{xx}$,

avec $n_x$ : nombre de vecteurs suivant $x$,
$n_l$ : nombre de lignes éliminées à cause de la présence d'un défaut,
$n_y$ : nombre de vecteurs suivant $y$,
$n_c$ : nombre de colonnes éliminées à cause de la présence d'un défaut ou d'un bord libre,
$n_s$ : intervalle de sécurité[13].

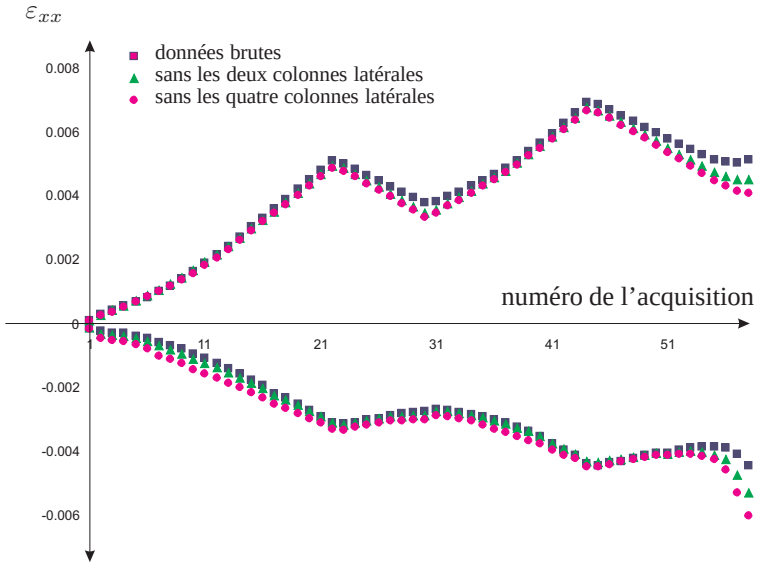
Les tests effectués prouvent l'importance de ces précautions.

Concernant le premier critère, la figure 4.5 montre l'évolution des déformations issues d'un essai de traction lorsqu'on élimine les colonnes latérales. Cette évolution est représentée d'une part pour une éprouvette sans défaut et d'autre part pour l'éprouvette comportant un pli[14]. Pour l'éprouvette sans défaut, supprimer les deux ou les quatre colonnes latérales ne modifie pas de façon significative la valeur des déformations calculées[15]. Pour l'éprouvette contenant le défaut, les résultats bruts offrent une différence non négligeable avec les autres. Dans ce cas, la suppression des colonnes latérales réduit la zone utile mais donne un calcul des déformations plus fiable.

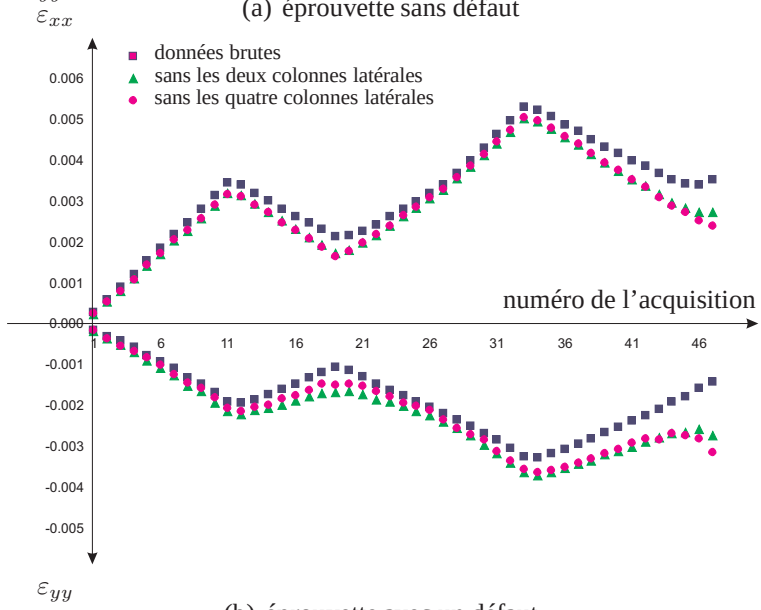
Concernant le second critère, un intervalle de sécurité trop faible suivant $y$ génère des valeurs de $\varepsilon_{yy}$ positives[16]. La valeur moyenne en est légèrement affectée. Les courbes de la figure 4.6 sont issues de trois champs de déplacements successifs. Elles montrent une convergence des déformations lorsque l'intervalle de sécurité augmente. La dispersion des déformations calculées est encore plus sensible à ce paramètre. Les courbes de la figure 4.7 montrent en effet une nette diminution de l'écart-type lorsqu'on augmente l'intervalle de sécurité.

Finalement, nous sommes en mesure de calculer l'évolution des déformations dans le plan avec une assez bonne fiabilité. On choisira, lors du traitement des résultats, un intervalle de sécurité offrant des écarts-type s'étendant de $50\,\%$ de la déformation pour les faibles amplitudes[17] à $5\,\%$ pour les déformations plus importantes (Fig. 4.7(b)). La mesure du champ de déplacements dans les essais de traction sur silicium montrent une sensibilité aux déformations meilleure que $1 \cdot 10^{-4}$. À titre de comparaison, Bruck et al., via une mesure directe de la déformation[18] par un algorithme original de calcul de corrélation, atteignaient il y a dix ans une sensibilité $1 \cdot 10^{-2}$ [149].

12. Par exemple, si la différence de déplacement moyenne entre deux colonnes contiguës est inférieure à $0{,}3\ \mu$m, le calcul de $\varepsilon_{yy}$ sera réalisé entre toutes colonnes éloignées deux à deux d'au moins deux colonnes.
13. Il sera exprimé par la suite en pixel plutôt qu'en nombre de colonne.
14. Présentée au paragraphe précédent.
15. Hormis à la fin du test, lors de la décharge complète du film, celui-ci pouvant éventuellement se déplacer hors du plan initial.
16. Alors que tout matériau isotrope courant présente, sous traction, une contraction suivant $y$ donc un $\varepsilon_{yy}$ négatif.
17. De l'ordre de $2 \cdot 10^{-4}$.
18. Sans calcul du champ de déplacements.




(a) éprouvette sans défaut



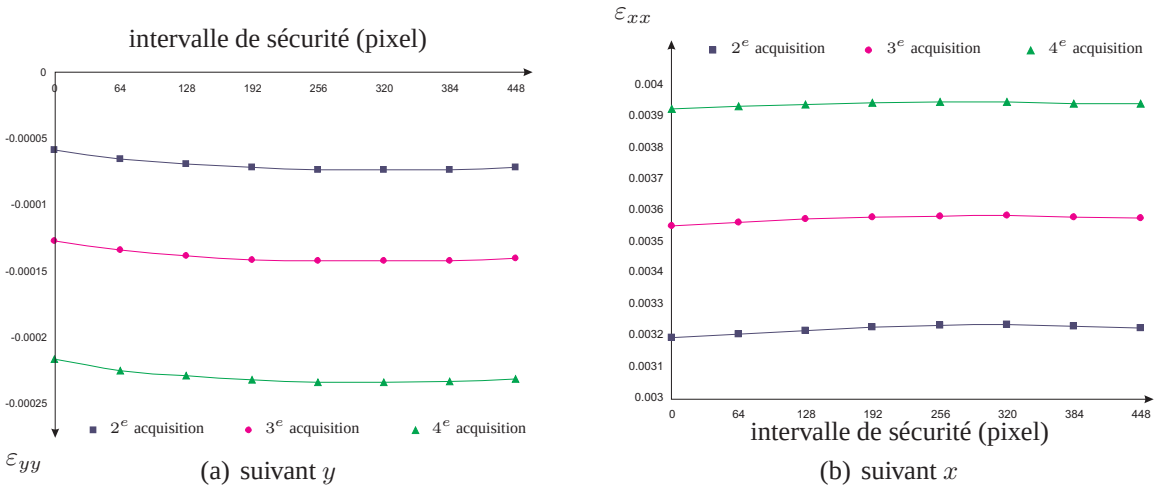

(b) éprouvette avec un défaut

FIG. 4.5 – *Évolution de $\varepsilon_{yy}$ et $\varepsilon_{xx}$ lorsque l'on élimine les colonnes latérales.*

## 4.3 Validation sur matériau ductile : le cuivre électrodéposé

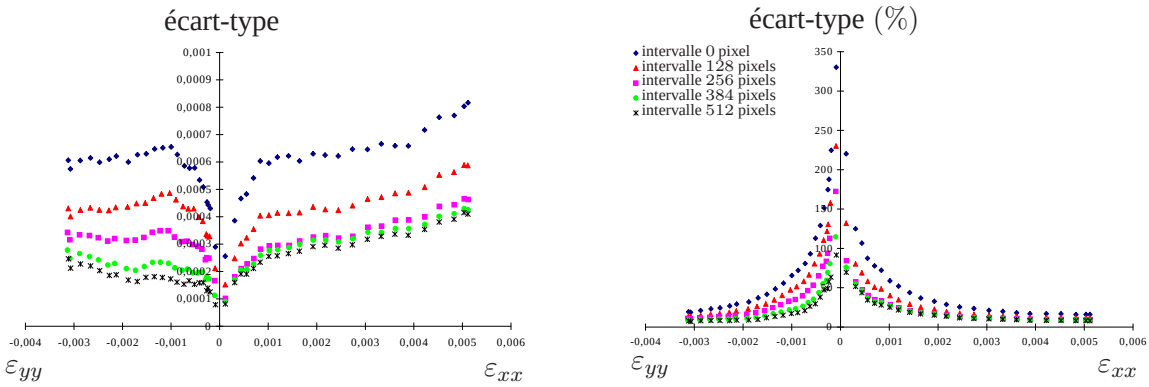
Les échantillons de cuivre électrodéposé présentés au chapitre 2.2.3 ont fait l'objet de deux campagnes d'essais. Les éprouvettes ont une largeur de $10$ mm et une longueur utile de $35$ mm. Des calculs par Éléments Finis montrent que, dans cette configuration[19], la partie centrale est homogène sur une largeur de $8$ mm et sur une hauteur de $12$ mm. Or, l'objectif télécentrique que

19. Et pour une épaisseur de $70$ $\mu$m.




(a) suivant $y$ (b) suivant $x$

FIG. 4.6 – *Évolution de $\varepsilon_{yy}$ et $\varepsilon_{xx}$ lorsque l'on prend en compte le gradient de déplacement.*




(a) écart-type absolu (b) écart-type relatif

FIG. 4.7 – *Dispersion des déformations pour différents intervalles de sécurité.*

nous utilisons couvre justement une surface de $8{\times}8$ mm$^2$ sur l'objet pour $1024{\times}1024$ pixels$^2$ sur le capteur CCD. Tous les vecteurs sont donc pris en compte dans le calcul des déformations [20]. Les gradients de déplacement que nous observons permettent d'adopter un intervalle de sécurité [21] de $256$ pixels. La rugosité des échantillons permet de ne pas pulvériser de poudre sur l'échantillon.

### 4.3.1 Courbes $\sigma_{xx}/\varepsilon_{xx}$ - Module d'Young $E$

La saisie et la conversion *analogique-numérique* de l'effort de traction à chaque acquisition permet d'obtenir l'évolution de la contrainte axiale $\sigma_{xx}$ au cours de l'essai. Nous négligeons les variations de section de l'éprouvette et émettons l'hypothèse que celle-ci ne subit pas de striction dans la phase qui nous intéresse. On est alors en mesure de tracer les courbes

20. Tant que l'éprouvette ne présente pas de défaut.
21. Les courbes de la figure 4.7 sont issues de ces essais.

*contrainte/déformation* suivant l'axe de traction.

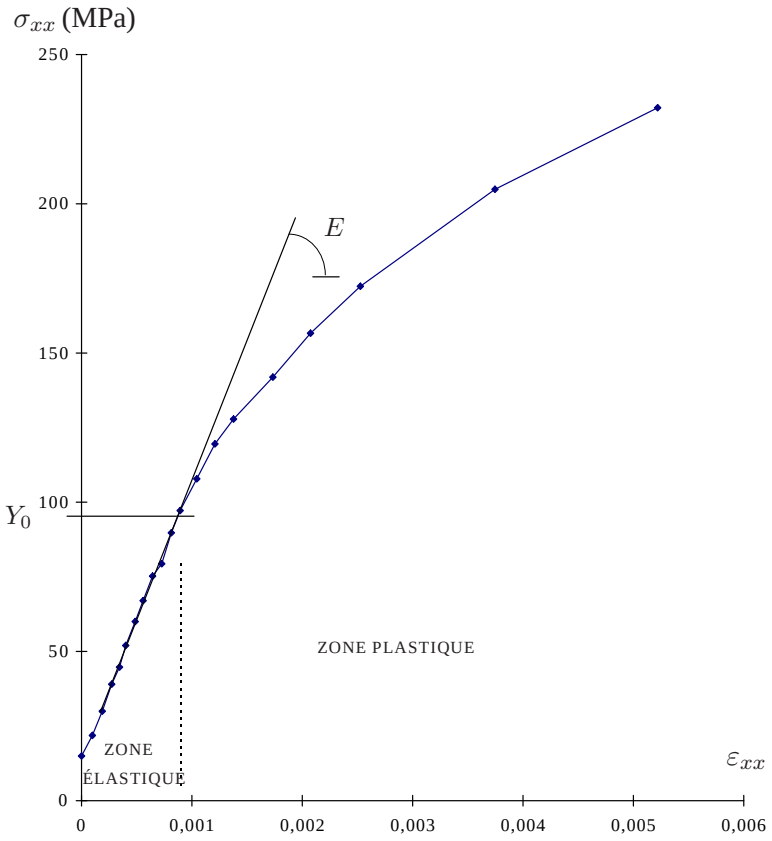



FIG. 4.8 – *Exemple de courbe $\sigma_{xx}/\varepsilon_{xx}$ expérimentale.*

La première campagne d'essais concerne quatre échantillons d'épaisseur $70\ \mu$m. Le chargement a été effectué à la vitesse de traction maximale[22]. À cette vitesse, le calcul des champs de déplacements est différé[23]. La capacité de stockage de notre système informatique limitant à 20 le nombre d'acquisitions, la séquence de traction ne comporte qu'une montée en charge. Les résultats obtenus sont typiques d'un essai d'écrouissage par traction uniaxiale (Fig. 4.8). On distingue nettement une zone linéaire élastique et une zone plastique non linéaire. On en tire le module d'Young[24], $E$, et la limite élastique du matériau non écroui, $Y_0$. La superposition des courbes concernant cette première campagne d'essais montre une assez bonne reproductibilité des résultats (Fig. 4.9).

Une seconde campagne d'essais a été réalisée, en temps réel[25], sur des échantillons de $18\ \mu$m d'épaisseur. La séquence d'essais comporte cette fois-ci $2$ cycles *charge-décharge* sans palier.

22. $V_t = 135\ \mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ soit $\overset{\circ}{\varepsilon}_{xx} \simeq 6{,}4 \cdot 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$.
23. Il est effectué après stockage des images.
24. Qui n'est autre que la pente de la partie linéaire, calculée par moindres carrés.
25. Donc à une vitesse bien inférieure : $V_t \simeq 5\ \mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ soit $\overset{\circ}{\varepsilon}_{xx} \simeq 2{,}4 \cdot 10^{-6}\ \text{s}^{-1}$.

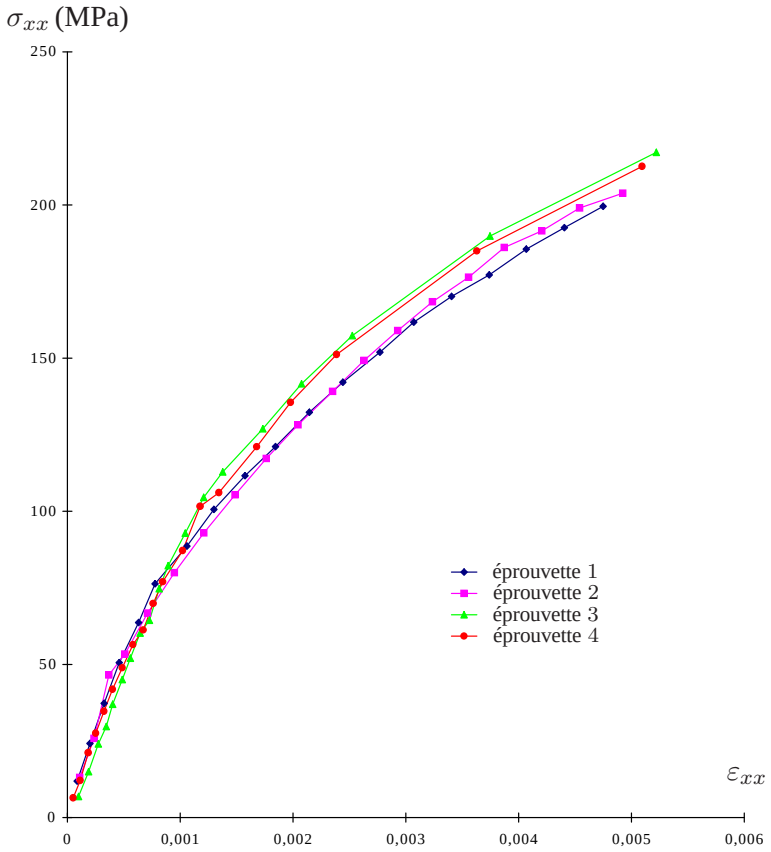



FIG. 4.9 – *Reproductibilité de la première campagne d'essais.*

La figure 4.10 représente une courbe *effort/déplacement* obtenue par voie analogique sur une table traçante, et une courbe *contrainte/déformation* obtenue par reconstitution numérique via le champ de déplacements. On comprend l'intérêt d'effectuer une décharge. La zone élastique est plus étendue après écrouissage, ce qui permet de calculer le module d'Young avec une meilleure précision[26] dans les zones de charge et de décharge élastique.

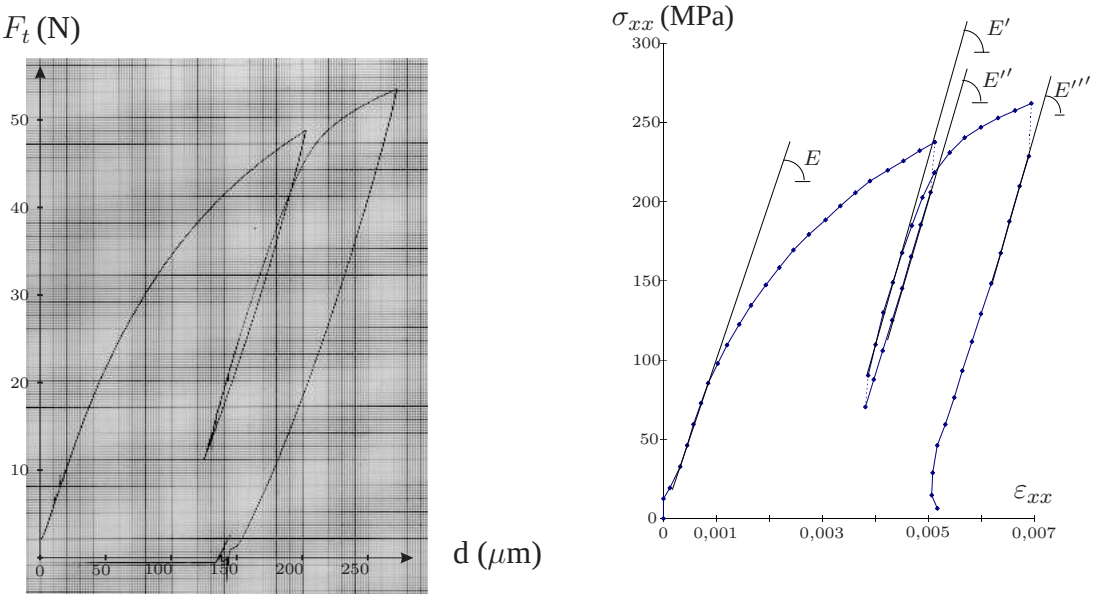
Quelques précautions sont tout de même à prendre dans le tracé et la lecture des courbes *contrainte/déformation* obtenues numériquement :

– l'origine des déformations est inconnue[27] ;
– les dernières acquisitions d'une montée en charge (ou d'une descente) ne correspondent pas à la fin de la montée[28] (ou de la descente).

26. Pour un matériau à faible limite élastique initiale, tel que le cuivre, il n'est jamais facile de mesurer le module d'Young à la première montée en charge.

27. En effet, la première acquisition retenue sert de référence (§4.1) et ne correspond jamais à un état de chargement nul puisque l'éprouvette doit être suffisamment tendue pour obtenir une image *speckle* valable.

28. Le calcul du dernier champ de déplacements de la montée (ou de la descente) est effectué avant le changement




(a) courbe analogique (b) courbe numérique

FIG. 4.10 – *Comparaison des résultats analogiques et numériques.*

Les reconstitutions numériques sont conformes aux courbes analogiques. Ce qui valide *a priori* le banc d'essai. La superposition des deux courbes[29] (Fig. 4.11) permet de faire une remarque intéressante : les pentes relatives aux domaines linéaires sont plus raides dans le cas des résultats numériques que dans celui des résultats analogiques. C'est un autre avantage d'une extensométrie locale sur une extensométrie globale. En effet, dans les systèmes classiques de traction sur échantillon massif, la non « rigidité parfaite » du système de traction conduit à une valeur de module plus faible. Cette remarque prend tout son sens dans les essais de traction sur silicium présentés en cloture à ce mémoire où le module d'Young mesuré par tracé analogique est purement non significatif. Par contre, dans une extensométrie locale, cette souplesse parasite n'entre pas en jeu dans le calcul des champs de déplacements.

### 4.3.2 Courbes $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ - Coefficient de Poisson $\nu$

Outre la mesure du module d'Young, il est intéressant de pouvoir obtenir le coefficient de Poisson, $\nu$. Le calcul des déformations permet en effet, à partir des courbes $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$, d'estimer celui-ci. Un exemple de courbe[30] *contrainte/déformation* qui comporte la déformation suivant $y$ est représenté sur la figure 4.12. On remarque *de visu* dans la zone élastique une déformation

de sens.

29. Après conversion des unités de la courbe analogique.

30. Correspondant à l'essai présenté sur la figure 4.8.

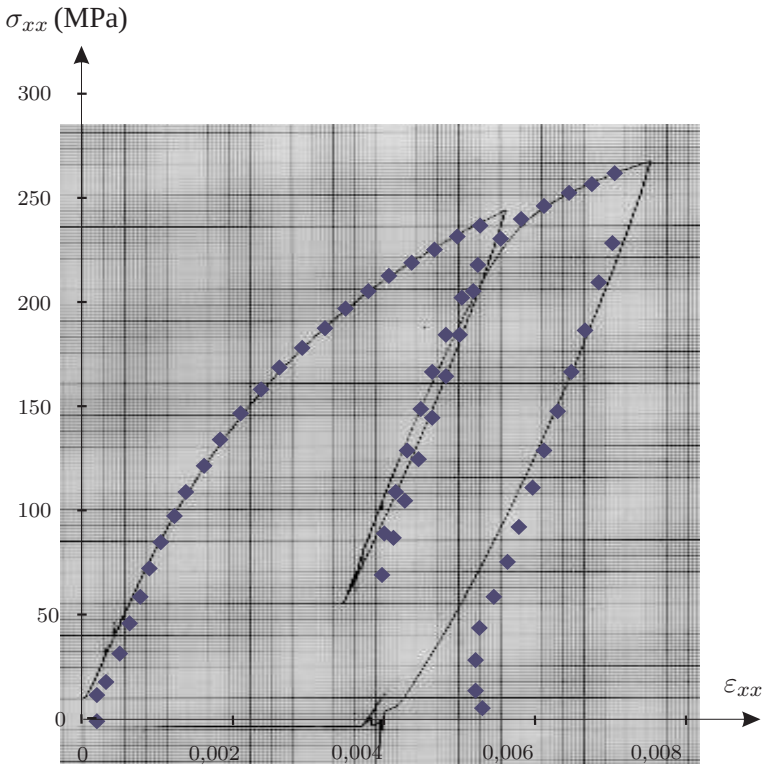



FIG. 4.11 – *Superposition des courbes analogiques et numériques.*

axiale plus importante que la déformation transversale. Ce résultat est typique d'un essai de traction uniaxiale.

La figure 4.13 permet de représenter le rapport des déformations. Une première pente caractérisant la zone élastique puis une seconde pente caractérisant la zone plastique sont nettement identifiable. On en déduit respectivement le coefficient de Poisson élastique, $\nu_e$, et le coefficient de Poisson plastique, $\nu_p$. La figure 4.14 représente les déformations en fonction de la contrainte axiale pour l'essai faisant l'objet de la figure 4.10. Le rapport des déformations est donné par la figure 4.15. Ce type d'essai – avec plusieurs *charge-décharge* – permet d'estimer le coefficient de Poisson à chaque montée et descente. Les changements de pente entre les domaines élastique et plastique sont identifiés de manière remarquable[31]. On observe une détente du film au voisinage de $\sigma_{xx} = 0$ qui, via le déplacement hors-plan, se traduit par quelques points faux en fin de décharge.

L'évolution des déformations encadrées par l'écart-type[32] laisse entrevoir un autre résultat intéressant (Fig. 4.16). Nous observons un accroissement de la dispersion dès que l'éprouvette entre en décharge. En effet, en traçant la dispersion en fonction des déformations, on remarque

31. Il est difficile d'obtenir de tels tracés avec les méthodes extensométriques habituelles.
32. Rappelons que les déformations sont calculées par moyenne statistique de plusieurs valeurs.

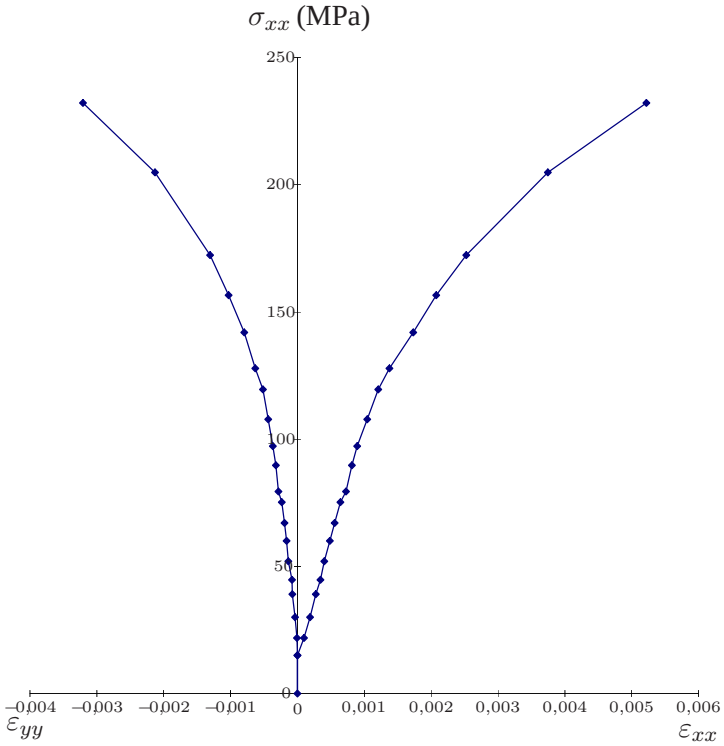



FIG. 4.12 – *Exemple de courbe* contrainte/déformation *expérimentale.*

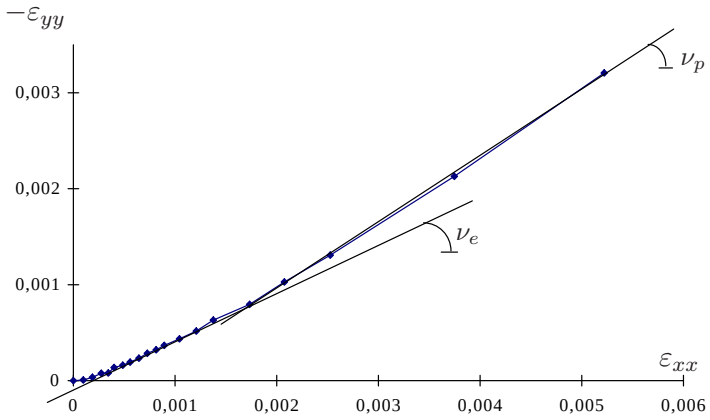



FIG. 4.13 – *Exemple de courbe* $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ *expérimentale.*

qu'elle atteint une valeur maximale au niveau de charge le plus bas[33] puis diminue ensuite (Fig. 4.17). Lorsque l'éprouvette a atteint son niveau de chargement d'avant décharge, le niveau de dispersion retrouve une valeur sensiblement égale à celle mesurée avant décharge.

33. Environ 17% de la déformation pour l'exemple présenté.

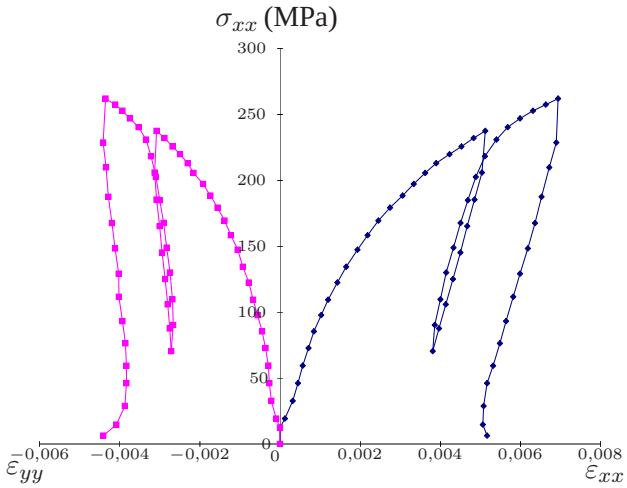



FIG. 4.14 – *Exemple de courbe* contrainte/déformation *expérimentale.*

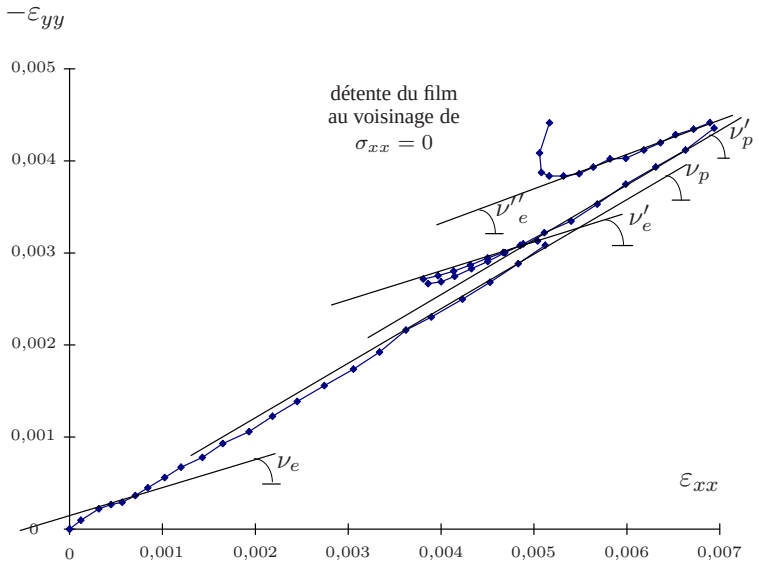



FIG. 4.15 – *Courbe* $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ *pour 2 cycles* charge-décharge.

À l'heure de la rédaction, nous ne proposons pas d'interprétation à ce phénomène. Les champs de déplacements subissent assurément une perte d'homogénéité dans les zones élastiques. Ceci peut traduire une caractéristique intrinsèque du matériau ou être lié à une perte de corrélation des images *speckle*. Une étude en détail des champs de déplacements serait nécessaire pour conclure sur ce point.

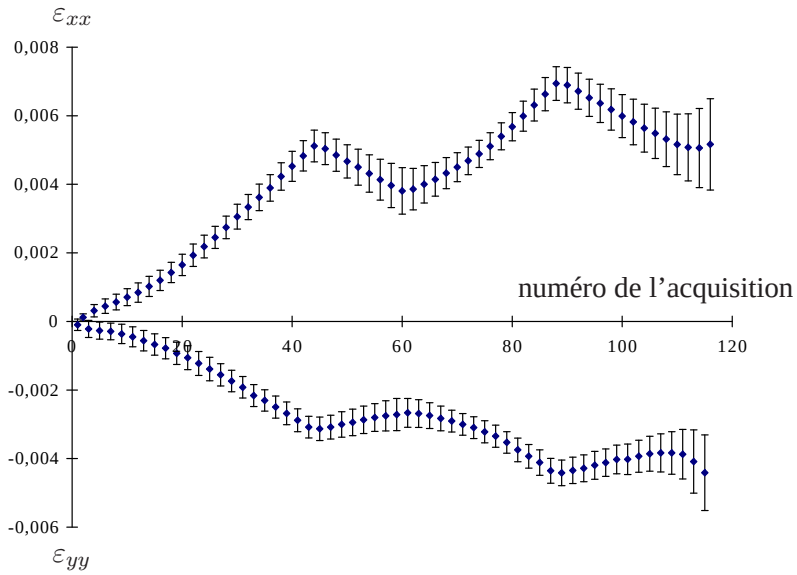



FIG. 4.16 – *Évolution des déformations pour 2 cycles* charge-décharge.

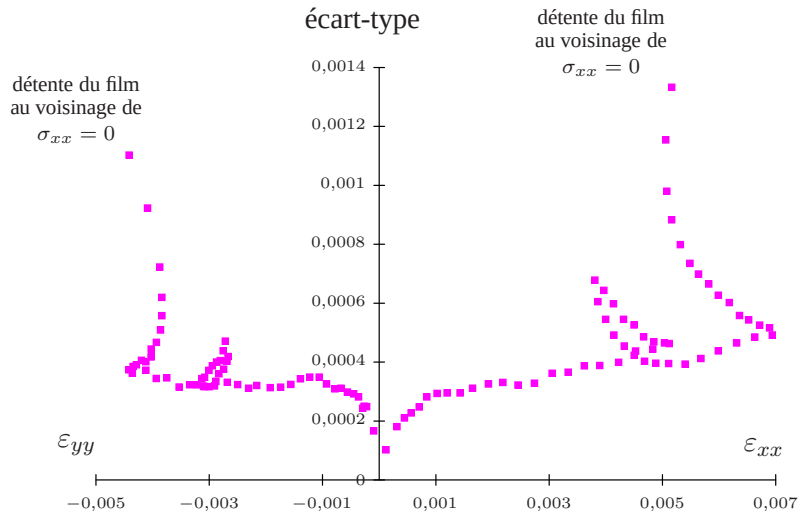



FIG. 4.17 – *Dispersion des déformations pour 2 cycles* charge-décharge.

### 4.3.3 Précision des mesures

Comme pour les analyses de forme de la première partie, nous nous appliquons à encadrer les résultats obtenus. Pour certains paramètres, l'estimation de l'incertitude doit être réactualisée

à chaque campagne d'essais[34].

Les incertitudes sont obtenues soit par étude statistique sur un échantillon de valeurs[35], soit par étude statistique des écarts à une droite de régression par moindres carrés[36], soit par différenciation[37] ou soit par estimation visuelle[38]. Dans tous les cas, la valeur recherchée a $95\,\%$ de chances d'être comprise entre la valeur calculée plus ou moins son incertitude.

Concernant les essais sur le cuivre, on peut retenir les valeurs suivantes[39] :

- déplacement : $\Delta\omega_x = \Delta\omega_y = 0{,}3\,\mu$m sur chaque vecteur déplacement ;
- déformations : l'incertitude est non linéaire, elle passe de $\Delta\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{yy} = \Delta\varepsilon_{xx}/\varepsilon_{xx} = 100\,\%$ de la déformation pour les très faibles amplitudes à $35\,\%$ dans les zones de décharge puis atteint $10\,\%$ pour les déformations importantes (Fig. 4.17) ;
- coefficient de Poisson : $0{,}01 \leq \Delta\nu_e \leq 0{,}13$ et $0{,}01 \leq \Delta\nu_p \leq 0{,}08$ ;
- effort de traction : l'incertitude est non linéaire[40], on peut noter sur la figure 4.18 que

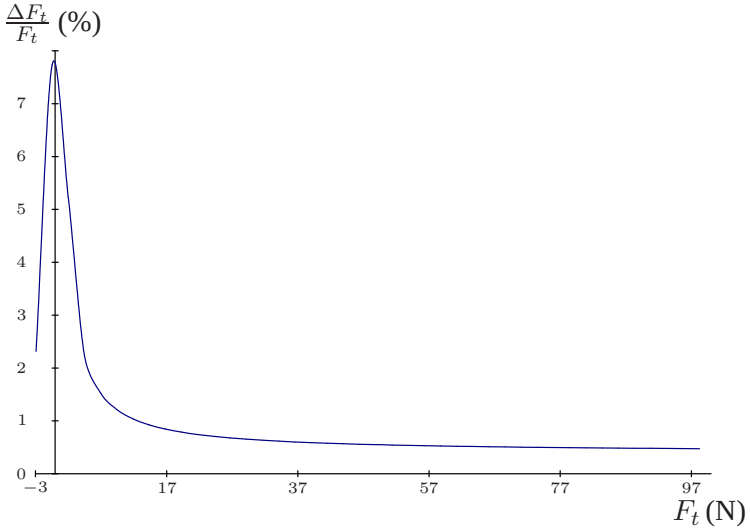



FIG. 4.18 – *Incertitude sur la force.*

$\Delta F_t/F_t$ converge vers $0{,}04\,\%$[41] ;

- limite élastique : $\Delta Y_0/Y_0 = 10\,\%$ ;

34. L'incertitude sur les déformations dépend par exemple des gradients de déplacements observés, donc des caractéristiques du matériau.

35. Cas des déplacements et des déformations...

36. Cas du module d'Young, du coefficient de Poisson, de l'étalonnage du capteur de force et de l'étalonnage du capteur de déplacement.

37. Cas de l'effort de traction et de la contrainte axiale par exemple...

38. Cas de la limite élastique et des pentes mesurées sur les courbes analogiques.

39. Voir tableau 4.1.

40. Elle prend en compte l'incertitude sur la tension de sortie du capteur de force, l'incertitude sur la sortie analogique de l'afficheur et l'incertitude sur la conversion *analogique-numérique*.

41. Incertitude obtenue pour $100\,$N à pleine échelle de la conversion *analogique-numérique*.

– module d'Young : $1\,\text{GPa} \leq \Delta E \leq 19\,\text{GPa}$.

### 4.3.4 Résultats numériques

Les spécificités des films minces font qu'il faut prendre de nombreuses précautions pour réaliser correctement un essai de traction. Pour preuve, en deux campagnes d'essais, nous n'avons pu tester avec succès que $10$ échantillons :

– 5 éprouvettes d'épaisseur $70\,\mu$m (dont une rayée en surface) ;

– 1 éprouvette d'épaisseur $35\,\mu$m (rayée en surface) ;

– 4 éprouvettes d'épaisseur $18\,\mu$m (dont deux comportant un pli).

Le reste des éprouvettes fabriquées – une dizaine – a été soit utilisé pour la mise au point du banc d'essai, soit détérioré avant de pouvoir effectuer un essai. Nous reportons tous les résultats dans le tableau 4.1 page suivante.

Le nombre d'échantillons de chaque épaisseur est insuffisant pour observer une éventuelle influence de celle-ci sur les propriétés mécaniques. Nous notons toutefois une plus grande sensibilité à l'écrouissage cinématique pour les faibles épaisseurs[42] (Fig. 4.19). En effet, la seconde montée en charge se superpose parfaitement à la décharge pour les éprouvettes d'épaisseur $70\,\mu$m ; alors que pour les éprouvettes d'épaisseur $35\,\mu$m et $18\,\mu$m, la zone linéaire est presque inexistante[43].

L'influence des défauts[44] est assez faible. Nous avons su tirer bénéfice des critères de calcul des déformations. L'éprouvette N$^{\text{o}}$ 7, qui possède un pli vertical sur le côté droit, constitue un bon exemple. La figure 4.20(a) permet de suivre l'influence du pli sur le rapport des déformations – donc sur le coefficient de Poisson – en fonction du premier critère[45]. Il en est de même sur la figure 4.20(b) qui représente les courbes *contrainte/déformation* respectives.

La prise en compte de tous les champs de déplacements et de toutes les colonnes aboutit aux courbes foncées. Il est impossible d'en extraire des valeurs représentatives.

42. Ce point est confirmé par les tracés analogiques.
43. Notons que les courbes 4.19(a), 4.19(b) et 4.19(c) ont la même échelle.
44. Rayures, plis, etc...
45. Voir le paragraphe 4.2 page 175.

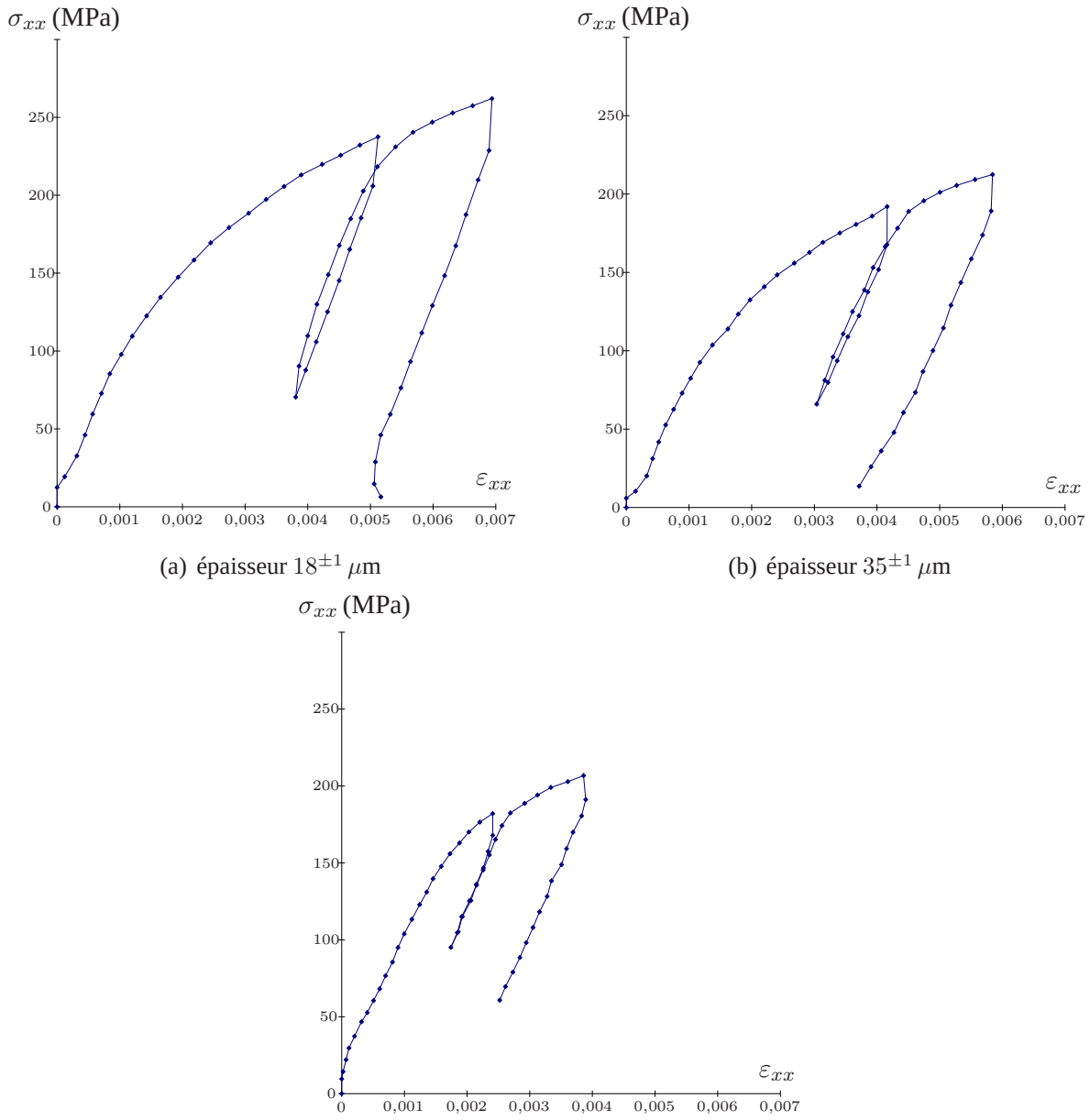
TAB. 4.1 – *Résultats de l'essai de traction sur films minces de cuivre.*

| Séquence | Une montée en charge | | | | 2 cycles *charge-décharge* | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Épaisseur | 70 $\mu$m | | | | | 35 $\mu$m | 18 $\mu$m | | | |
| $N^o$ | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| Rayure | | ♢ | | | | ♢ | | | | |
| Pli | | | | | | | ♢ | | | ♢ |
| $Y_0$ (MPa) | $90^{\pm 10}$ | $80^{\pm 10}$ | $97^{\pm 10}$ | $95^{\pm 10}$ | $95^{\pm 10}$ | $62^{\pm 10}$ | | $80^{\pm 10}$ | $85^{\pm 10}$ | $100^{\pm 10}$ |
| $E$ (GPa) | $96^{\pm 3}$ | $106^{\pm 3}$ | $95^{\pm 1}$ | $91^{\pm 4}$ | $100^{\pm 4}$ | $101^{\pm 6}$ | | $119^{\pm 14}$ | $94^{\pm 11}$ | $82^{\pm 7}$ |
| $E'$ (GPa) | | | | | $106^{\pm 4}$ | $97^{\pm 11}$ | 97 | $106^{\pm 1}$ | $105^{\pm 15}$ | $96^{\pm 4}$ |
| $E''$ (GPa) | | $98^{\pm 1}$ | $89^{\pm 1}$ | $84^{\pm 1}$ | $96^{\pm 3}$ | $97^{\pm 17}$ | | $115^{\pm 8}$ | $107^{\pm 19}$ | $99^{\pm 6}$ |
| $E'''$ (GPa) | | | | | $95^{\pm 4}$ | $102^{\pm 18}$ | $99^{\pm 6}$ | $107^{\pm 2}$ | $107^{\pm 11}$ | $99^{\pm 3}$ |
| $\nu$ | $0{,}33^{\pm 0{,}08}$ | $0{,}37^{\pm 0{,}09}$ | $0{,}46^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}37^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}44^{\pm 0{,}03}$ | | | | | |
| $\nu'_e$ | | | | | $0{,}41^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}52^{\pm 0{,}1}$ | 0,43 | $0{,}44^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}32^{\pm 0{,}08}$ | $0{,}44^{\pm 0{,}13}$ |
| $\nu''_e$ | | | | | $0{,}44^{\pm 0{,}1}$ | $0{,}61^{\pm 0{,}04}$ | $0{,}45^{\pm 0{,}02}$ | $0{,}47^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}35^{\pm 0{,}07}$ | $0{,}52^{\pm 0{,}01}$ |
| $\nu_p$ | $0{,}62^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}62^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}66^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}64^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}61^{\pm 0{,}05}$ | $0{,}61^{\pm 0{,}04}$ | $0{,}70^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}62^{\pm 0{,}01}$ | $0{,}61^{\pm 0{,}06}$ | $0{,}64^{\pm 0{,}04}$ |

RÉSULTATS TIRÉS DU CALCUL NUMÉRIQUE

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $Y_0$ (MPa) | | | | | $52^{\pm 10}$ | $57^{\pm 10}$ | $73^{\pm 10}$ | $54^{\pm 10}$ | $73^{\pm 10}$ | $49^{\pm 10}$ |
| $E$ (GPa) | | | | | $75^{\pm 10}$ | $65^{\pm 10}$ | $81^{\pm 10}$ | $91^{\pm 10}$ | $85^{\pm 10}$ | $89^{\pm 10}$ |
| $E''$ (GPa) | | | | | $79^{\pm 10}$ | $75^{\pm 10}$ | $102^{\pm 10}$ | $102^{\pm 10}$ | $98^{\pm 10}$ | $98^{\pm 10}$ |

RÉSULTATS TIRÉS DES MESURES SUR LES COURBES ANALOGIQUES




(a) épaisseur $18^{\pm 1}$ $\mu$m

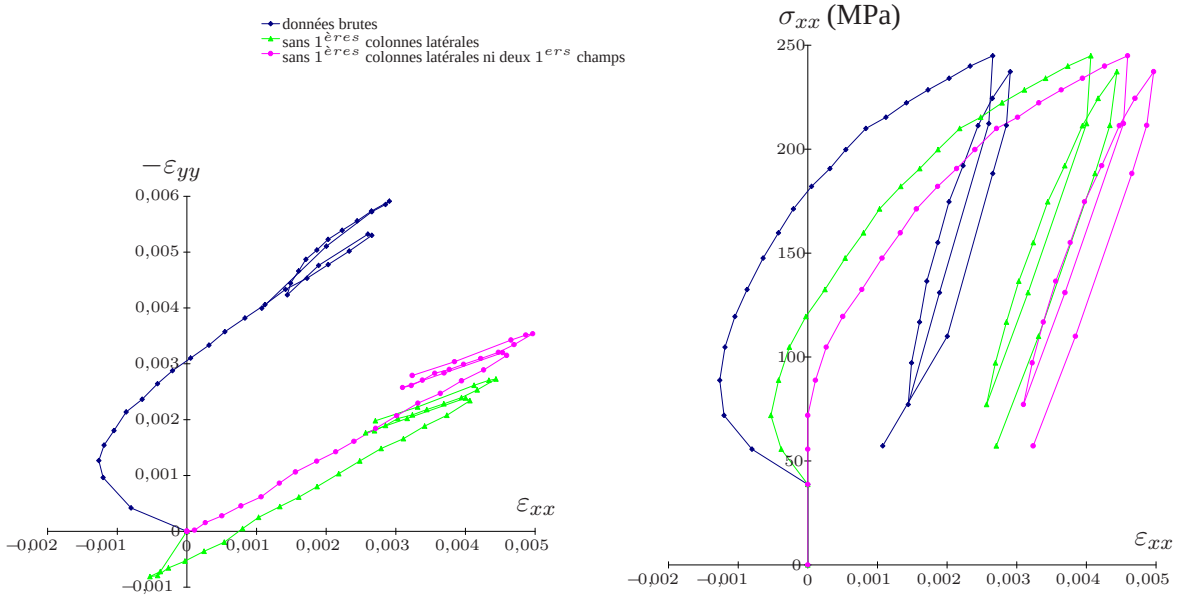
(b) épaisseur $35^{\pm 1}$ $\mu$m

(c) épaisseur $70^{\pm 1}$ $\mu$m

FIG. 4.19 – *Influence de l'épaisseur de l'échantillon.*

Lorsque l'on prend en compte le premier critère, l'élimination des colonnes latérales permet d'obtenir les courbes claires. La zone comportant le défaut semble écartée. Il est, cette fois-ci, possible de mesurer $\nu$ et $E$. Un problème subsiste tout de même au niveau de l'origine. Ce sont les premiers champs de déplacements calculés qui sont en cause[46].

46. L'éprouvette n'est pas suffisamment tendue.




(a) sur les courbes $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ (b) sur les courbes $\sigma_{xx}/\varepsilon_{xx}$

FIG. 4.20 – *Utilisation du 1er critère pour réduire l'influence d'un pli.*

Les dernières courbes représentent le résultat final. Les deux premiers champs de déplacements ont été écartés. Il ne s'agit pas purement d'une translation des courbes claires car chaque champ de déplacements intervient en aval dans le calcul des déformations[47].

On bénéficie désormais de deux éléments pour détecter un défaut :

– la visualisation des champs de déplacements ;

– l'étude des courbes *contrainte/déformation*.

Pour une éprouvette présentant ce type de défaut, les résultats sont – toutes précautions prises – assez proches des valeurs moyennes. Le coefficient de Poisson reste toutefois trop élevé. Le module d'Young est assez mal évalué pour la première montée en charge. Il semble donc primordial pour des matériaux à faible limite élastique d'effectuer plusieurs cycles *charge-décharge*.

Nous obtenons finalement les valeurs moyennes suivantes :

1. En incluant les éprouvettes ayant un défaut :
   – limite élastique $\boxed{Y_0 = 87^{\pm 24}\,\text{MPa}}$ ;
   – module d'Young $\boxed{E = 100^{\pm 8}\,\text{GPa}}$ ;
   – coefficient de Poisson élastique $\boxed{\nu_e = 0{,}43^{\pm 0{,}07}}$ ;
   – coefficient de Poisson plastique $\boxed{\nu_p = 0{,}63^{\pm 0{,}06}}$ .
2. En écartant les éprouvettes ayant un défaut :
   – limite élastique $\boxed{Y_0 = 90^{\pm 7}\,\text{MPa}}$ ;

47. Voir le paragraphe 4.1.

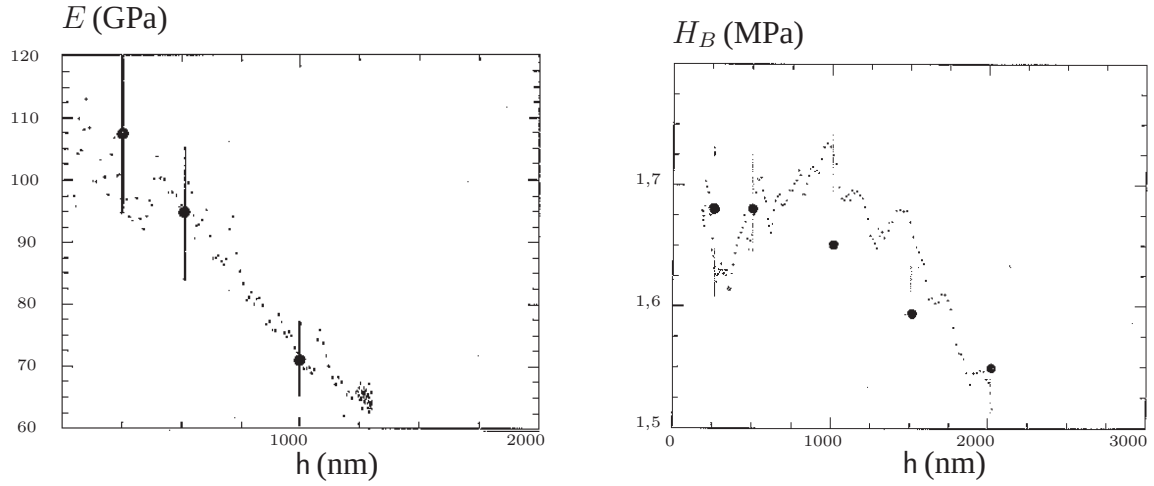
– module d'Young $\boxed{E = 101^{\pm 10}\,\text{GPa}}$ ;

– coefficient de Poisson élastique $\boxed{\nu_e = 0{,}40^{\pm 0{,}06}}$ ;

– coefficient de Poisson plastique $\boxed{\nu_p = 0{,}63^{\pm 0{,}02}}$ .

### 4.3.5 Essais de nano-indentation

Des essais de nano-indentation – identiques à ceux présentés au chapitre 7 de la partie I – ont été effectués sur un échantillon de cuivre d'épaisseur $70\ \mu$m[48]. La technique utilisée est celle de la rigidité continue. Nous cherchons par ces essais à confirmer ou à infirmer les résultats obtenus en traction.




(a) courbe *module/profondeur* (b) courbe *dureté/profondeur*

FIG. 4.21 – *Essais de nano-indentation sur éprouvette d'épaisseur* $70\ \mu m$.

La figure 4.21 présente l'évolution du module d'Young, $E$, et de la dureté, $H_B$, avec la profondeur d'indentation. Les petits points représentent les résultats issus d'une expérience et les gros points associés aux barres d'erreur la moyenne des valeurs obtenues sur cinq indentations. L'importance de ces incertitudes est directement liée à l'état de surface assez médiocre des échantillons.

Contrairement aux indentations réalisées sur les films de polyimide, on observe que $E$ décroît avec la profondeur d'indentation. Le film est collé[49] sur un porte échantillon en aluminium. Les colles possèdent un faible module d'élasticité, on mesure donc la rigidité globale du film, de la colle et du porte échantillon. Dans ces conditions, comme pour les essais d'indentation sur les films de polyimide, on accède aux propres propriétés du cuivre lorsque la profondeur d'indentation tend vers zéro.

48. Ces essais ont été effectués par Patrick Delobelle, L.M.A.R.C.

49. Colle cyanolite.

Les valeurs ainsi mesurées sont :

$$\boxed{\begin{array}{l} E = 110^{\pm 12}\,\text{GPa} \\ H_B = 1{,}7 \pm 0{,}3\,\text{GPa} \end{array}}.$$

La valeur du module d'Young corrobore donc celle obtenue par l'essai de traction.

Nous proposons aussi de comparer l'essai de traction à l'essai de nano-indentation en ce qui concerne la partie inélastique de la déformation. En effet, les courbes de traction peuvent être ajustées à l'aide d'un modèle analytique simple. Il est alors possible avec ce modèle, et par la technique des Éléments Finis, de modéliser la séquence de chargement de nano-indentation. Les résultats numériques obtenus peuvent ainsi être comparés aux résultats expérimentaux.

En considérant le matériau isotrope et suivant une loi à écrouissage isotrope, on écrit la loi de comportement, en notation indicée, sous la forme[50] :

$$\boxed{d\varepsilon_{ij}^T = d\varepsilon_{ij}^e + d\varepsilon_{ij}^p} \tag{4.1}$$

avec $\varepsilon_{ij}^T$ : déformations totales,
$\varepsilon_{ij}^e$ : déformations élastiques,
$\varepsilon_{ij}^p$ : déformations plastiques.

La composante élastique s'écrit[51] :

$$\boxed{d\varepsilon_{ij}^e = \frac{1+\nu}{E} d\sigma_{ij} - \frac{\nu}{E}\delta_{ij} d\sigma_{kk}} \tag{4.2}$$

avec $\varepsilon_{ij}^e$ : déformations élastiques,
$\nu$ : coefficient de Poisson,
$E$ (Pa) : module d'Young,
$\sigma_{ij}$ (Pa) : contraintes,
$\delta_{ij}$ : symbole de Kronecker[52],
$\sigma_{kk}$ (Pa) : $\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}$.

La composante plastique s'écrit :

$$\boxed{\begin{array}{l} d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{3}{2} d\lambda \frac{S_{ij}}{J_2(\sigma)} \\ f = J_2(\sigma) - R - Y_0 \\ dR = b(Q-R)d\overline{\varepsilon^p} \end{array}}; \tag{4.3}$$

dans cette formulation :

- $d\lambda$ est le multiplicateur plastique égal à la déformation plastique cumulée au sens de Von Mises : $d\overline{\varepsilon^p} = (\frac{2}{3}\varepsilon_{ij}^p \varepsilon_{ij}^p)^{1/2} = H(f)\frac{dJ_2(R)}{dR/d\overline{\varepsilon^p}} = H(f)\frac{dJ_2(R)}{b(Q-R)}$ où $H(f)$ est la fonction d'Heaviside ;

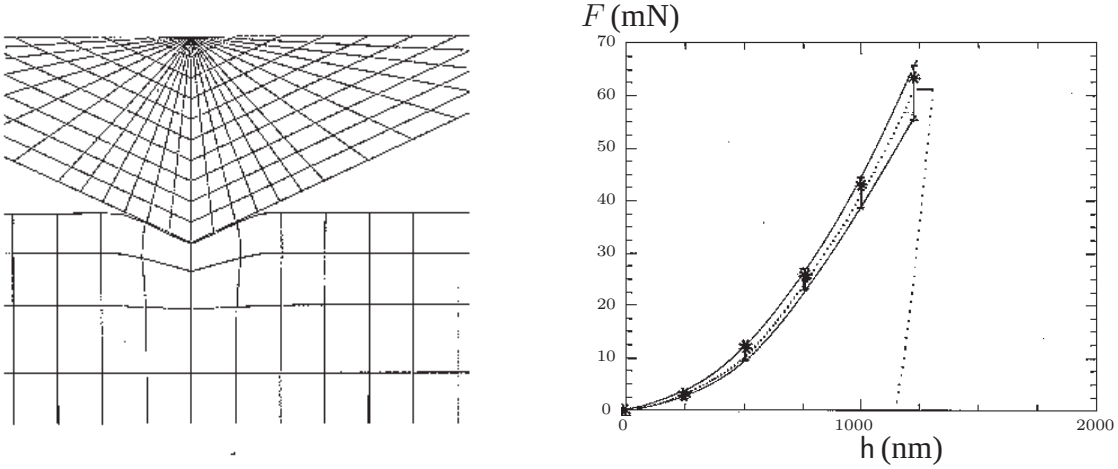
50. Forme classique d'écrouissage isotrope [150].
51. Voir la relation 1.2 page 119.
52. $\delta_{ij} = 0$ si $i \neq j$, $\delta_{ij} = 1$ si $i = j$.

– $J_2(\sigma) = (\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij})^{1/2}$ est la contrainte équivalente au sens de Von Mises ;
– $R$ est la variable scalaire d'écrouissage ;
– $Y_0$ est la limite d'élasticité initiale ;
– $S_{ij} = \sigma_{ij} - (\delta_{ij}/3)\sigma_{kk}$ sont les composantes du déviateur des contraintes.

Ce modèle comporte trois paramètres ajustables $Y_0$, $b$ et $Q$, $E$ et $\nu$ étant connus. La valeur $Q$ représente l'état asymptotique de l'écrouissage.

Si la courbe moyenne d'écrouissage issue de l'ensemble des courbes expérimentales de la figure 4.9 page 180 est ajustée par ce modèle on peut proposer le jeu de paramètres suivant :

$$\boxed{\begin{array}{l} E = 110\,\text{GPa} \\ \nu = 0{,}3 \\ R = 80\,\text{MPa} \\ b = 290 \\ Q = 230\,\text{MPa} \end{array}}\ .$$




(a) maillage Éléments Finis du poinçon et du film (b) courbe *force/profondeur*

FIG. 4.22 – *Simulation d'un essai de nano-indentation par Éléments Finis.*

En réalisant, par la méthode des Éléments Finis, la modélisation de l'essai d'indentation avec ce même jeu de paramètres, on peut calculer la courbe *effort/déplacement* relative à l'indenteur. Un exemple de maillage utilisé est représenté dans un état de décharge[53] sur la figure 4.22(a). Le résultat numérique est reporté sur la figure 4.22(b) par les étoiles. Les résultats expérimentaux sont aussi représentés et associés à leur dispersion. On remarque un bon accord entre la simulation et l'essai lui-même.

Ce résultat tend à montrer que le jeu de coefficients déterminé par l'essai de traction est correcte, d'où la validation *a posteriori* des courbes d'écrouissage obtenues par l'essai de traction.

53. La simulation comporte une charge puis une décharge.

Cependant, on doit noter que les simulations numériques par Éléments Finis sont peu sensibles aux valeurs de $E$ et $\nu$. Les deux grandeurs influençant fortement les résultats sont la limite d'élasticité, $Y_0$, et la valeur asymptotique, $Q$, c'est à dire les deux paramètres relatifs à l'écrouissage. Ceci confirme les conclusions que nous avons tirées à partir de l'essai de flexion sur des poutres de nickel électrodéposé [151].

### 4.3.6 Bilan des essais effectués sur matériau ductile

Les essais de nano-indentation effectués en adoptant la technique de rigidité continue conduisent à :

$$\boxed{E = 110^{\pm 12}\,\text{GPa}}\,.$$

Cette valeur de module est cohérente avec celle obtenue par essais de traction[54] :

$$\boxed{E = 101^{\pm 10}\,\text{GPa}}\,.$$

Pour le cuivre volumique, on trouve dans la littérature :

$$\boxed{\begin{array}{l} 110 \leq E\,(\text{GPa}) \leq 140 \\ \nu_e \simeq 0{,}35 \end{array}}\,.$$

Les coefficients de Poisson que nous mesurons en traction uniaxiale sont :

$$\boxed{\begin{array}{l} \nu_e = 0{,}40^{\pm 0{,}06} \\ \nu_p = 0{,}63^{\pm 0{,}02} \end{array}}\,.$$

Au laboratoire, ces coefficients ne peuvent être confrontés – à l'heure actuelle – à d'autres essais expérimentaux. Ils sont *a priori* trop élevés pour un matériau isotrope, on s'attend plutôt à $\nu_e \simeq 0{,}33$, valeur courante pour les matériaux isotropes, et à $\nu_p \simeq 0{,}5$ compte tenu de l'hypothèse d'incompressibilité dans le domaine plastique. Notons que par opposition à ces résultats, à l'aide d'une méthode de diffraction sur grilles imprimées par photolithographie, une équipe de recherche a mesuré des coefficients de Poisson inférieurs aux valeurs attendues [152].

Notons simplement que nous n'avons pas de connaissances précises sur les caractéristiques mécanique du matériau testé[55]. Notons aussi que le calcul des déformations est très sensible à la qualité des éprouvettes, ce qui conditionne fortement la mesure des coefficients de Poisson. Des calcul par la méthode des Éléments Finis ont par ailleurs été effectués pour vérifier l'influence d'un mauvais alignement de l'éprouvette sur l'axe de traction. Pour un écart d'alignement de $2^o$, les déformations sont homogènes sur toute la surface d'observation, la mesure du coefficient de Poisson est donc peu sensible à un éventuel écart d'alignement.

54. Les essais de nano-indentation conduisent fréquemment à des modules trop élevés du fait de la mesure en surface.

55. Il est électrodéposé et peut donc présenter une certaine forme d'anisotropie.

La conclusion la plus honnête que nous puissions offrir est qu'une campagne d'essais de traction sur film mince doit comporter un nombre élevé d'échantillons. La séquence d'acquisition et les paramètres expérimentaux doivent être optimisés correctement, selon le matériau à caractériser. La visualisation de l'évolution des champs de déplacements est impérative pour chaque essai effectué.

Ces remarques vont être confirmées par les quelques essais effectués sur des éprouvettes de silicium monocristallin présentés ci-après.

## 4.4 Validation sur matériau fragile : le silicium monocristallin

Un peu par curiosité, et pour tester les limites de l'instrumentation, nous avons effectué des essais de traction monotone sur silicium monocristallin à température ambiante. Compte tenu de la fragilité du silicium monocristallin sous forme de film mince, ces expériences sont *a priori* très délicates. Nous adoptons les mêmes procédures que pour les échantillons de cuivre. Les premiers dépouillements de cette campagne d'essais sont instructifs.

Quatre *wafers* $< 100 >$ ont été usinés [56] pour réaliser les éprouvettes de traction de $5{\times}10\,\text{mm}^2$ de surface selon trois épaisseurs :

1. épaisseur $20\mu$m, 2 *wafers*, 10 échantillons ;
2. épaisseur $15\mu$m, 1 *wafer*, 5 échantillons ;
3. épaisseur $12\mu$m, 1 *wafer*, 5 échantillons.

Compte tenu de l'usinage anisotrope des *wafers*, tous les échantillons de traction ont des orientations cristallographiquement équivalentes. L'axe de traction, $x$, comporte en effet une direction de type $< 110 >$ [57].

La technique utilisée pour fixer les éprouvettes au mécanisme de traction est présentée au paragraphe 2.2.3. La fixation par collage de l'échantillon demande quelques jours de durcissement après lesquels le cadre en silicium est parfaitement solidaire des rondelles d'appuis. Une opération prévue a cependant due être abandonnée. Il s'agit du clivage des parties latérales du cadre après collage.

Pour des raisons technologiques [58], le clivage des ces zones s'est avéré très délicat sans rupture directe de l'éprouvette. Nous effectuons donc les clivages avant la mise en place de l'échantillon sur les rondelles. Cette opération engendre un taux de perte d'environ $50\%$ [59]. Une photographie d'un échantillon fixé sur les mors est proposé à la figure 4.23.

Parmi les échantillons à notre disposition, cinq ont pu être montés sur le banc d'essai sans rupture. Trois d'épaisseur $20\,\mu$m et deux d'épaisseur $15\,\mu$m. Le premier a permis de régler les

56. Merci à Pascal Blint, CETEHOR, pour les usinages chimiques.

57. Voir la figure 4.6 page 55.

58. D'une part, la colle est très fluide et relie les deux parties du cadre si on n'y prend garde et d'autre part, le jeu dans les roulements est trop important pour permettre un clivage sans flexion de l'échantillon.

59. Pour des épaisseurs de silicium inférieures ou égales à $20\,\mu$m.

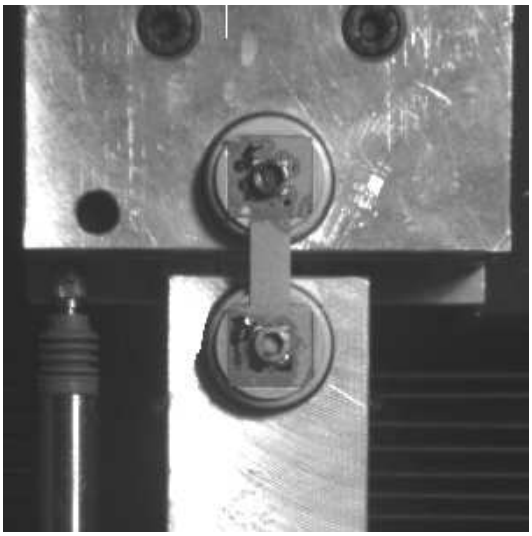


FIG. 4.23 – *Photographie d'une éprouvette de silicium fixée sur le banc d'essai.*

paramètres de traction. Cette fois ci, l'aspect poli-miroir des échantillons rend la pulvérisation de poudre nécessaire. L'objectif utilisé est le zoom macro, présentant des aberrations importantes, réglé au grandissement $G_T = 1{,}2$[60]. Le temps de pose de la caméra est fixé à $100$ ms.

D'un point de vue mécanique, la fréquence de rotation choisie pour le moteur est de $1$ kHz ce qui correspond à une vitesse de traction très lente : $V_t = 1{,}5\,\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ soit $\overset{\circ}{\varepsilon}_{xx} \simeq 2{,}5\cdot 10^{-6}\,\text{s}^{-1}$. C'est l'une des conditions pour réussir un essai sur matériau fragile. À cette vitesse de traction, le calcul des vecteurs décalage du *speckle*[61] image est effectué en temps réel. Des images sont saisies toutes les trois minutes durant environ six heures.

### 4.4.1 Mesure du module d'Young

#### Courbes analogiques

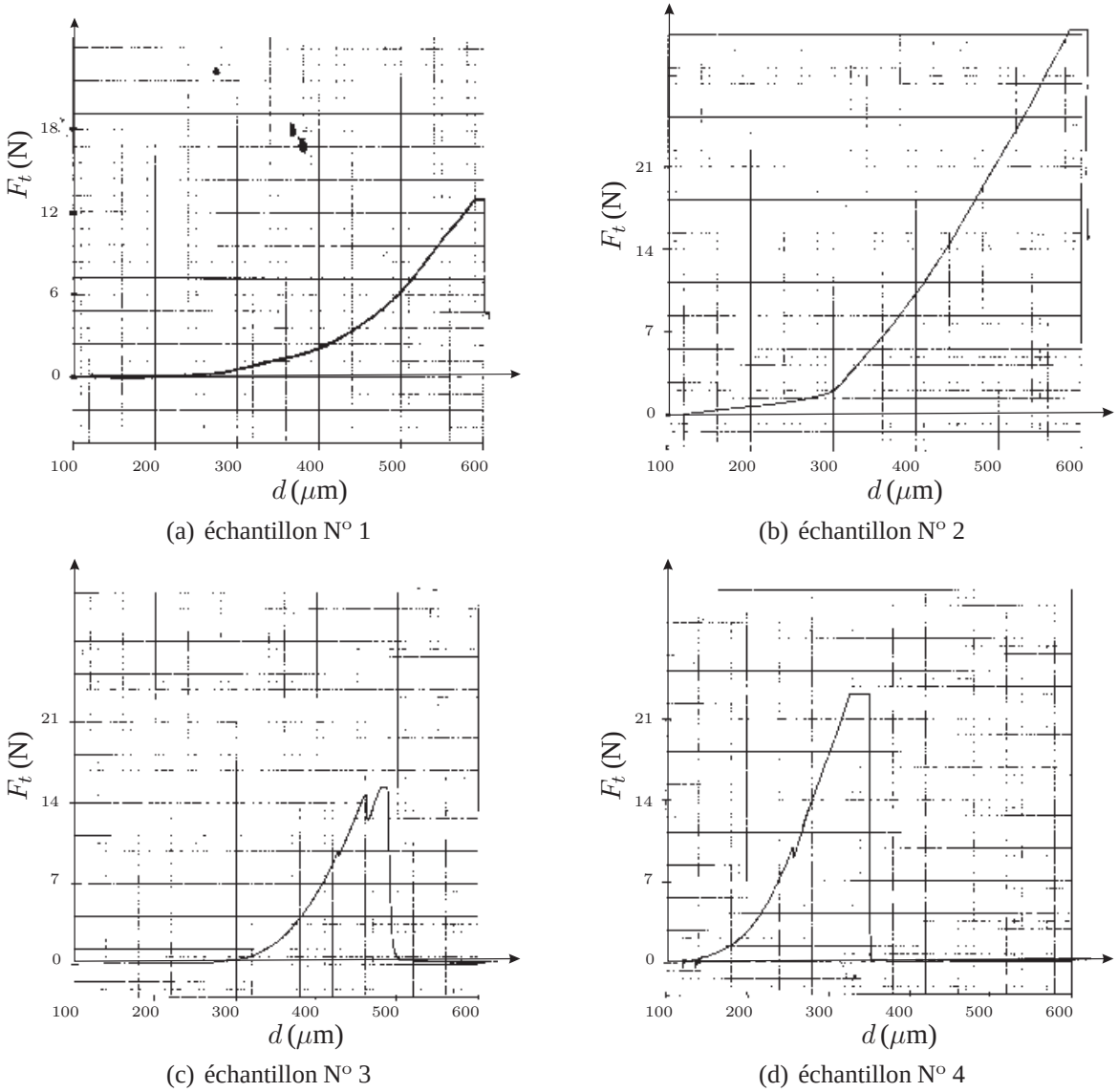
Les courbes analogiques obtenues sont reportées sur la figure 4.24. Les résultats sont présentés suivant leur chronologie. Les paramètres de traction sont ajustés au fil des essais.

On remarque dès le premier essai le potentiel du banc d'essai. L'éprouvette a rompu sous une charge axiale de $12{,}5$ N. La courbe *effort/déplacement* converge vers une zone linéaire dont la pente , rapportée en *contrainte/déformation*, est de $8{,}4$ GPa, c'est à dire nettement inférieure à la valeur théorique du module d'Young (Fig. 4.24(a)).

La seconde courbe présente deux zones linéaires. La première zone correspond à la mise en place des mors, c'est à dire principalement des roulements. L'effort de traction augmente peu

60. Le diaphragme adopté n'a pas été relevé.

61. Le calcul des champs de déplacements est effectué *a posteriori* via le grandissement et la prise en compte des aberrations.




(a) échantillon N° 1

(b) échantillon N° 2

(c) échantillon N° 3

(d) échantillon N° 4

FIG. 4.24 – *Courbes* effort/déplacement *analogiques.*

durant cette phase. Lorsque un équilibre cinématique est atteint, la traction réelle sur l'éprouvette est effective. Durant la première zone, les champs de déplacements mesurés traduisent un déplacement de corps rigide couplé avec une légère entrée en déformation de l'échantillon.

Le troisième et le quatrième essai viennent confirmer cette dernière remarque[62] en ajoutant un élément supplémentaire. Des sauts – ou décrochements – sont observés sur la phase de chargement. Nous pensons qu'il s'agit du positionnement des billes des roulements sous l'action de la charge. En l'occurrence, ces sauts ont assez peu d'influence sur les pentes des courbes

62. Les paramètres de traction sont toutefois ajustés pour ne pas acquérir de champs de déplacements inutiles durant le positionnement des mors.

*contrainte/déformation* présentées au prochain paragraphe du fait de la mesure locale .

Finalement, le calcul du module d'Young à partir des tracés analogiques est vain. Ceci était tout à fait prévisible puisqu'on mesure la rigidité du système mécanique complet – conduisant à $E_\Sigma$ – situé entre le socle du banc d'essai et le rail de guidage[63]. Cette rigidité inclut notamment celle des deux roulements.

Les résultats mesurés par voie analogique sont reportés dans le tableau 4.2. Il montrent une

TAB. 4.2 – *Caractéristiques mesurées sur les tracés analogiques.*

| Échantillon | | Module | Rupture | |
|---|---|---|---|---|
| N° | Épaisseur ($\mu$m) | $E_\Sigma$ (GPa) | $F_R$ (N) | $\sigma_R$ (MPa) |
| 1 | 20 | 8,5 | 12,5 | 125 |
| 2 | 20 | 11 | 31 | 308 |
| 3 | 15 | 21 | 14,5 | 192 |
| 4 | 15 | 24 | 22 | 288 |

rigidification du système d'amarrage au fur et à mesure des essais. Les efforts de traction maximaux mesurés prouvent qu'on est en mesure d'effectuer une traction du film avant rupture.

**Courbes numériques**

Les courbes *contrainte/déformation* obtenues pour les quatre échantillons sont reportées sur la figure 4.25. Trois courbes sont assez représentatives d'un essai de traction. Seul le résultat de l'essai N° 3 est incohérent. La déformation calculée est assurément fausse pour une grande partie de l'essai. Seule la fin de la montée en charge est orientée correctement. Nous ne sommes pas en mesure d'interpréter ce résultat pour l'instant.

On peut noter l'influence du décrochement de la charge sur la figure 4.25(d). Nous avons interpolé le champ de déplacements calculé durant ce décrochement avant d'effectuer le calcul des déformations. Son influence est ainsi pratiquement nulle sur les résultats numériques. Les valeurs de module d'Young calculées à partir de ces courbes sont reportées dans le tableau 4.3[64].

Les deux essais les plus significatifs permettent de proposer une valeur du module d'Young de :

$$E \simeq 132\,\text{GPa}\,.$$

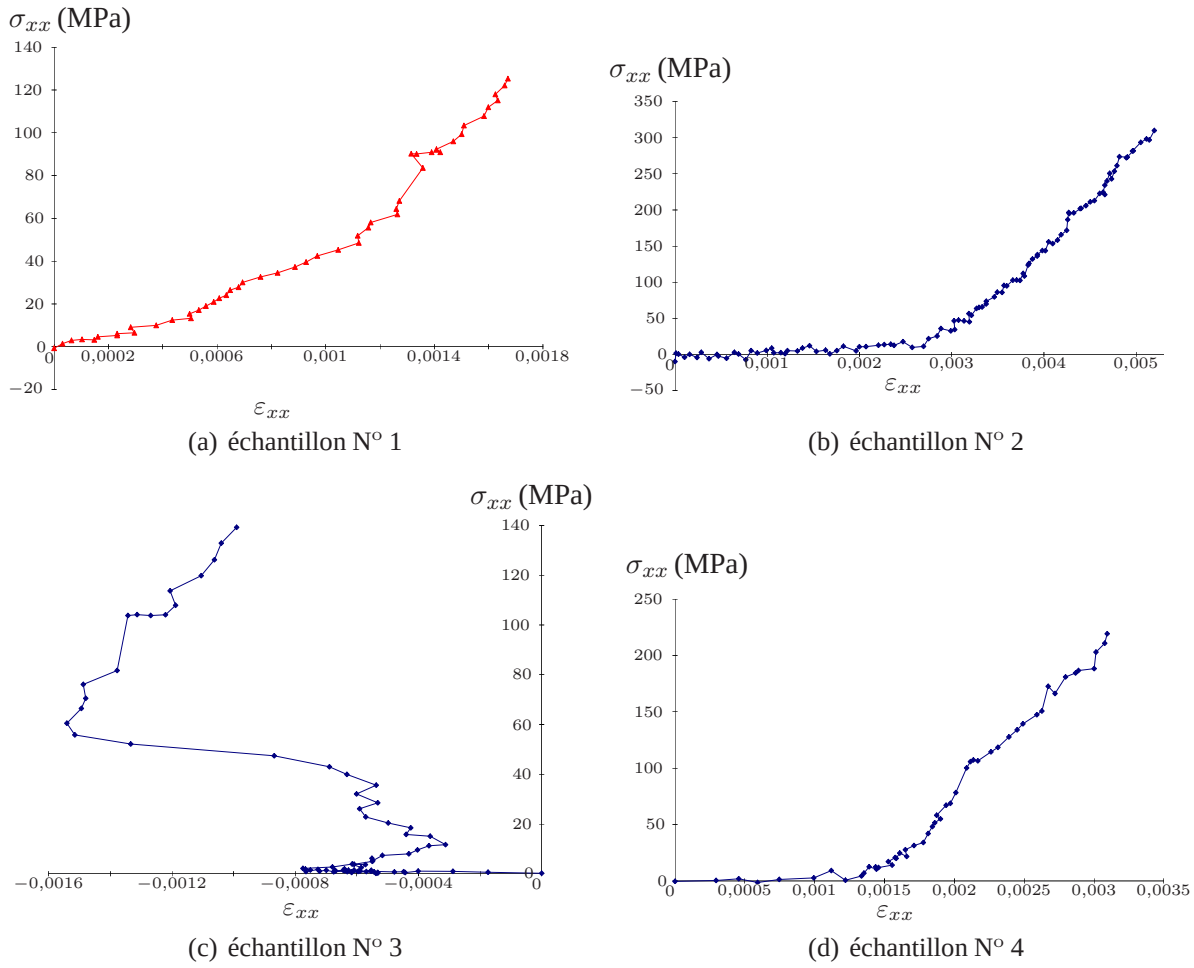
Nous n'encadrons pas ce résultat.

Le module d'Young théorique dans les directions $<110>$ des *wafers* $<100>$ est calculé au chapitre 4 page 47. Il est de :

$$\boxed{E = 169\,\text{GPa}}\,.$$

63. Voir la figure 2.8 en page 128.

64. Ils sont calculés classiquement par régression linéaire par moindres carrés passant par les points significatifs, c'est à dire les zones linéaires situées avant la rupture.




(a) échantillon N° 1 (b) échantillon N° 2

(c) échantillon N° 3 (d) échantillon N° 4

FIG. 4.25 – *Courbes* contrainte/déformation *numériques.*

TAB. 4.3 – *Module d'Young mesuré sur les courbes numériques.*

| Échantillon | | Module |
|---|---|---|
| N° | Épaisseur ($\mu$m) | $E$ (GPa) |
| 1 | 20 | 113 |
| 2 | 20 | 135 |
| 3 | 15 | X |
| 4 | 15 | 130 |

Les résultats expérimentaux montrent donc une valeur inférieure à celle attendue. À l'aide d'une mesure de la déformation par méthode globale, Ding et al. aboutissent à la même conclusion. Ils proposent, pour une direction cristallographique équivalente, une valeur de 125 GPa et attribuent cette différence au taux de dopant[65] [15]. Le faible nombre d'éprouvettes que nous avons testées

65. Voir la note de bas de page 21.

ne nous permet pas de confirmer cette hypothèse.

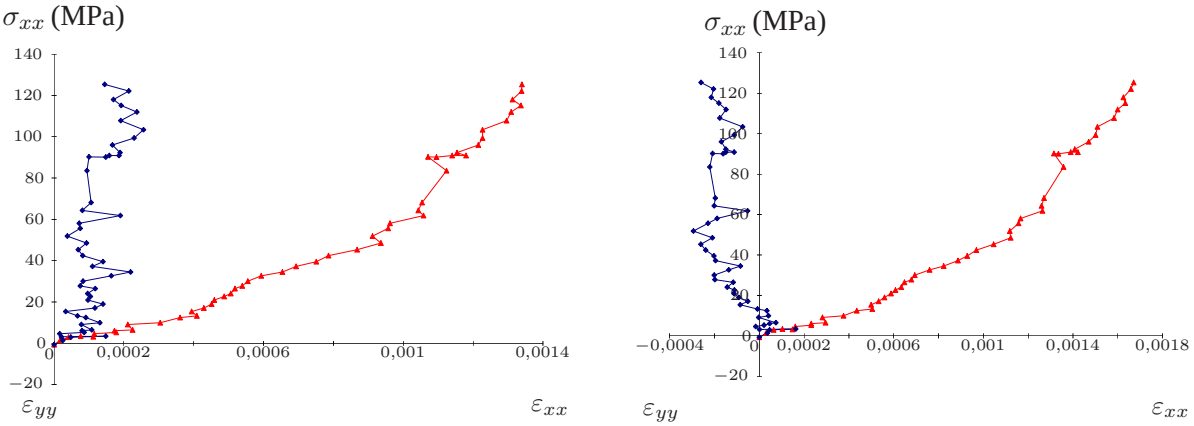
### 4.4.2 Coefficient de Poisson

En tant que dernier élément de ce travail de thèse, nous présentons les résultats relatifs à la mesure du coefficient de Poisson du silicium monocristallin par traction à la température ambiante. Cette mesure est assez symbolique puisque les caractéristiques mécaniques du silicium suivant l'orientation d'observation ne s'y prêtent pas du tout.

C'est en effet suivant la direction $<110>$ que le coefficient de Poisson est le plus faible :

$$\boxed{\nu = 0{,}064}\,.$$

La figure 4.26 présente deux courbes *contrainte/déformation* obtenues avec l'échantillon N$^{o}$ 1[66]. Deux paramètres expérimentaux diffèrent dans le calcul des déformations représentées par ces courbes. Une seule série de champs de déplacements images est à la base du calcul des




(a) $C_{2100} = 240$, intervalle de sécurité : 256 (b) $C_{2100} = 300$, intervalle de sécurité : 512

FIG. 4.26 – *Courbes* contrainte/déformation, *échantillon N$^{o}$ 1*.

déformations. Ces paramétrages peuvent donc être effectués *a posteriori*.

1. Le premier paramètre est l'intervalle de sécurité défini au paragraphe 4.2. Il est fixé à 256 pour la courbe de la figure 4.26(a) et à 512 pour la courbe de la figure 4.26(b). Les tests montrent que ces deux valeurs aboutissent aux mêmes valeurs de déformations.
2. Le second paramètre, que nous n'avons pas évoqué depuis le précédent chapitre, est le coefficient de distorsion $C_{2100}$. Si celui-ci a fait l'objet d'une mesure correcte pour l'objectif télécentrique[67] et pour le zoom macro au grossissement utilisé lors des essais de déplacements de corps rigide[68], il n'en est pas de même pour le même zoom utilisé à son

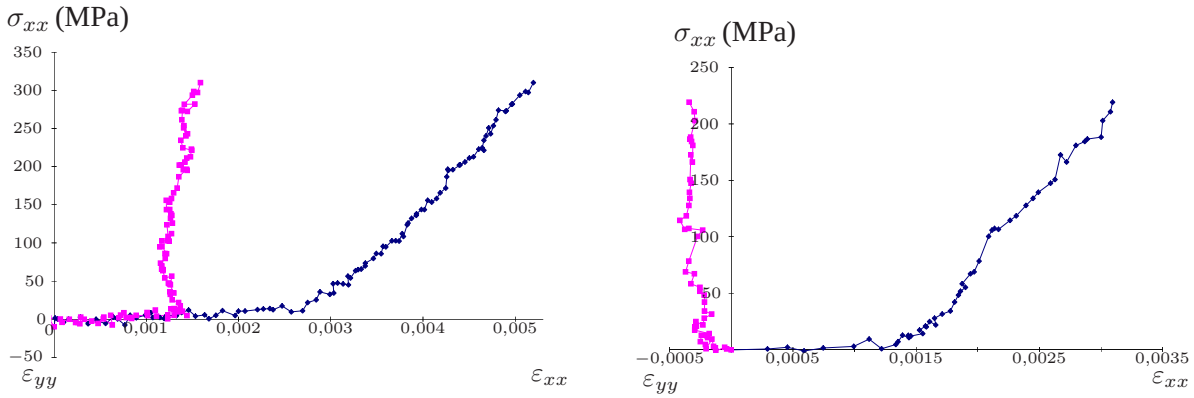
66. On ne présente pas de courbe $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$ ici – comme celle de la figure 4.13 par exemple – car elles sont très peu parlantes.

67. Utilisé pour les campagnes d'essais de traction sur film de cuivre présentés ci-avant.

68. Et lors de la mise au point des premiers essais de traction sur film de cuivre.

grossissement maximal. En effet, c'est dans cette zone que les zooms présentent les plus fortes aberrations. Nous avons en l'occurrence estimé rapidement le coefficient de distorsion à $C_{2100} = 300$. La courbe de la figure 4.26(a) a été obtenue avec le coefficient de correction non adapté mesuré préalablement, $C_{2100} = 240$.

Cette négligence montre que le coefficient de distorsion est un paramètre très important dans l'exploitation des résultats. Ceci est d'autant plus vrai pour les essais présentés ici que, du fait de la faible rigidité des mors, les déplacements objets mesurés sont presque exclusivement verticaux. La distorsion étant une aberration axisymétrique, elle aurait peu d'influence sur le coefficient de Poisson si l'amplitude des déplacements suivant $x$ et l'amplitude des déplacements suivant $y$ était du même ordre de grandeur. Ces conditions idéales ne se présentent pas ici.




(a) échantillon N° 2, int. de sécurité : 384 (b) échantillon N° 4, int. de sécurité : 256

FIG. 4.27 – *Courbes* contrainte/déformation.

Les courbes de la figure 4.27 illustrent bien la difficulté de la mesure de $\varepsilon_{yy}$. Seuls les deux résultats significatifs sont reportés. La pente $\sigma_{xx}/\varepsilon_{yy}$ relative à la traction du film est positive pour l'échantillon N° 4 et négative pour l'échantillon N° 2. Les coefficients de Poisson mesurés suivent donc cette loi (Tab. 4.4). Le coefficient de Poisson mesuré est voisin de zéro. Nous ne

TAB. 4.4 – *Coefficient de Poisson mesuré sur les courbes numériques.*

| Échantillon | | $\nu$ |
|---|---|---|
| N° | Épaisseur ($\mu$m) | |
| 1 | 20 | X |
| 2 | 20 | $-0{,}07$ |
| 3 | 15 | X |
| 4 | 15 | 0,06 |

pouvons cependant pas prétendre que ces valeurs soient significatives.

D'autres essais sur des échantillons parfaitement caractérisés et avec un objectif télécentrique adapté permettront de mieux commenter les résultats.

### 4.4.3 Bilan des essais effectués sur matériau fragile

Les essais de traction effectués sur le silicium monocristallin montre les limites du banc d'essai. Les courbes *contrainte/déformation* obtenues ne sont cependant pas quelconques.

Le module d'Young mesuré dans la direction $<110>$ pour les deux essais représentatifs est :

$$\boxed{E = 132\,\text{GPa}}\,,$$

alors que la valeur théorique calculée au chapitre 4 de la première partie est :

$$\boxed{E = 169\,\text{GPa}}\,.$$

Le coefficient de Poisson mesuré est proche de zéro. La valeur théorique attendue est :

$$\boxed{\nu = 0{,}064}\,.$$

## 4.5 Bilan du chapitre 4

Le montage de traction présenté au chapitre 2 de cette seconde partie a fait l'objet de deux campagnes d'essais. Ces procédures expérimentales ont montré les limites du banc d'essai actuel. Quelques points importants ont été dégagés :

- le grandissement transversal et le coefficient de distorsion sont des paramètres importants qui peuvent biaiser le calcul des déformations donc influer sur la mesure des coefficients d'élasticité, ils doivent être mesurés correctement ;
- les champs de déplacements constituent une première indication sur la validité d'un essai, ils doivent impérativement être observés ;
- deux critères intervenant dans le calcul des déformations ont été définis : le premier permet de ne pas prendre en compte les colonnes et les lignes trop proches d'un bord libre ; le second définit un intervalle de sécurité qui prend en compte la précision accordée aux déplacements locaux de l'éprouvette.

Les courbes *contrainte/déformation*, $\sigma_{xx}/\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$, obtenues durant les deux premières campagnes d'essais sont assez significatives. Elles peuvent permettre de mesurer les coefficients élastiques d'un matériau isotrope. Le module d'Young du cuivre a été semble-t-il calculé avec pertinence. Le coefficient de Poisson est légèrement trop élevé. Les premiers résultats obtenus avec le silicium sont assez prometteurs.

# Chapitre 5

# Résumé et discussion sur la seconde partie

Nous nous sommes attachés, dans cette seconde partie du travail de thèse, à concevoir un banc d'essai pour caractériser les films minces par traction dans le plan. Ce nouvel outil d'investigation rhéologique n'a pu être réalisé qu'après avoir résolu partiellement deux problèmes :

– comment solliciter un film mince en traction pure ?

– comment mesurer les déformations dans le plan du film mince ?

La présente étude s'articule donc naturellement autour de ces deux questions. Les deux premières campagnes d'essais effectuées permettent de tirer des conclusions sur le travail réalisé.

Les premiers chapitres ont tenté de répondre correctement aux problèmes technologiques rencontrés lors de la traction sur film mince en proposant des solutions viables. Sur la base d'un mécanisme de traction précis et modulaire à vitesse de traction très lente, deux solutions ont été apportées pour fixer le film mince.

La première concerne les matériaux ductiles, et d'une façon générale les matériaux que l'on peut fixer par pincement. Le choix technologique proposé est, semble-t-il, correct puisque les champs de déplacements mesurés avec ce système sont symétriques.

Nous n'avons pas pu donner d'estimation des éventuels déplacements hors-plan de l'échantillon durant la traction. Pour vérifier ce point, nous envisageons dans un bref délai une observation en temps réel par holographie électro-optique. Ce point semble important car la mesure des vecteurs déplacements objet ne prend pas en compte le décalage hors-plan du *speckle* image. La fiabilité de la mesure du coefficient de Poisson en dépend.

Nous n'avons, en outre, pas observé d'ondulations asymétriques des échantillons de cuivre après décharge (qui prouverait un chargement désaxé). La pertinence des champs de vecteurs déplacements confirme ce fait.

La seconde solution envisagée s'applique à des matériaux fragiles. Ils présentent l'inconvénient ne pas résister à une fixation par pincement, la contre partie étant qu'ils sont « facilement » manipulables et qu'ils peuvent être collés sans subir de froissement ou autre déchirure. Des essais de gonflement – non présentés dans ce mémoire – sur des alliages de *nickel-titane* à mémoire de forme ont montré la difficulté de coller des matériaux souples sans détérioration.

Cette seconde configuration technologique a montré ses faiblesses. Le système d'amarrage manque de rigidité. Les roulements utilisés n'ont pas fait l'objet d'une étude approfondie et

engendrent des sauts dans les courbes *effort/déplacement* qui se répercutent légèrement sur la mesure des déformations. Nous pensons actuellement qu'il serait préférable d'utiliser des roulements rigides à deux rangées de billes, voire des coussinets correctement lubrifiés.

Le second problème étudié dans cette partie fait l'objet du chapitre principal du mémoire de thèse. C'est aussi le point qui a été le plus analysé. Il s'agit de la mesure du champ de déplacements dans le plan.

Les premiers tests effectués par Double TFD ont donné des résultats peu intéressants. Cette méthode est limitée à des déplacements supérieurs à 5 pixels images (35 $\mu$m avec un grandissement unitaire). La méthode d'Intercorrélation d'images a été testée avec plus de succès mais présente des résultats discrets dont la résolution est fonction du degré d'interpolation choisi. Ces résultats ont motivé l'adaptation au calcul du décalage du *speckle* d'une nouvelle méthode d'analyse très rapide, la Régression sur la Phase, qui a offert des résultats très performants dans le calcul du centre de symétrie d'images bidimensionnelles. Nous concluons, suite à une étude comparative, qu'elle est tout à fait adaptée aux décalages images inférieurs au pixel. Finalement un algorithme hybride a été choisi, qui permet de calculer avec succès les vecteurs décalage entre 0 et le quart de la taille des sous-images.

Une phase de développement, postérieure au travail de thèse, permet de visualiser des champs de déplacements de $8$ vecteurs $\times 8$ vecteurs à la fréquence de $0{,}33$ Hz, le calcul étant effectué en temps réel. Cette nouvelle potentialité du banc d'essai devra être approfondie et va permettre d'engager des voies de recherches intéressantes.

# Conclusions générales et perspectives

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire apporte quelques outils supplémentaires aidant à la caractérisation du comportement mécanique des matériaux pour les microtechniques.

Le Laboratoire de Mécanique Appliqué de Besançon dispose désormais d'un banc d'essai de flexion de micro-poutre, d'un banc d'essai de gonflement de membrane, d'un nano-indenteur, puis du dispositif de traction sur film mince présenté dans la seconde partie de ce mémoire. Ces bancs d'essai n'auraient pu être conçus sans le concours de l'Institut des Microtechniques de Franche-Comté et sans les collaborations qui en découlent, particulièrement avec le Laboratoire d'Optique de Besançon.

Les outils proposés dans ce travail sont basés en premier lieu sur l'utilisation et l'évolution du banc d'essai de gonflement. Outre dans son cadre d'application initiale, la méthode de Projection de Franges en lumière cohérente développée avec cet essai est utilisée pour analyser la forme d'échantillons de $50$ mm de diamètre. Pour cette application précise, elle a fait l'objet d'une adaptation ; l'implémentation d'un algorithme de déroulement de la phase de type Stetson applicable à des images de forme quelconque. Via ce dispositif, nous nous sommes intéressés à l'analyse des contraintes résiduelles dans les films minces.

La seconde classe d'outils est liée à la mise au point de l'essai de traction uniaxiale de film mince. Le banc d'essai est globalement satisfaisant. L'amarrage de l'éprouvette de traction est traité via deux exemples et reste un sujet d'étude. La technique développée pour calculer les déformations dans le plan est basée sur la mesure du champ de déplacements par calcul du décalage d'images *speckle* via un algorithme de Régression sur la Phase.

La technique de mesure des déplacements hors-plan par projection de franges est finalisée et permet d'effectuer une campagne d'essais dans un délai assez bref. Les perspectives mécaniques de ce banc d'essai sont nombreuses. Elles vont de la simple analyse de forme – à l'image des deux premières études présentées ici – à la caractérisation mécanique par l'essai de gonflement – objet de la troisième étude présentée .

Concernant ce dernier point, l'asservissement de la pression de gonflement devrait bientôt être opérationnel. Ceci permettra de réaliser des études de caractérisation des phénomènes plastiques et visqueux dans les films minces. Cette voie de recherche est assez peu explorée actuellement. Les premiers résultats obtenus par gonflement de films en polymère à mémoire de forme sont très encourageants. L'exploitation des résultats est en cours de développement.

Nous sommes aussi en mesure de compléter ce banc d'essai par une analyse de déformée par holographie électro-optique en temps réel. Cette analyse est complémentaire à la projection de franges puisqu'elle permet de mesurer des flèches d'amplitude inférieure à $0{,}1$ micromètre. Elle se substitue aux mesures réalisées par interférométrie holographique qui n'ont pas été renouvelées depuis le développement du banc d'essai de gonflement [1]. Les premières applications envisagées sont l'observation en temps réel de l'évolution de la forme des membranes bicouches aux bords encastrés lors de l'amincissement du substrat, et la quantification d'une éventuelle composante de déplacement hors-plan lors de la traction d'un film mince.

Concernant la mesure des déformations dans le plan proposée en seconde partie, nous pensons que la phase de validation de l'algorithme de calcul du décalage du *speckle* image est terminée. Par contre, nous ne sommes pas en mesure d'affirmer la validité des déformations mesurées suivant la direction transverse $y$. Nous n'avons, pour l'instant, pas trouvé la cause des

erreurs conduisant à une surestimation du coefficient de Poisson du cuivre électrodéposé. Elle peut trouver son origine dans le matériau lui-même, ou dans le calcul des déplacements objets et des déformations.

Le potentiel de la seconde partie est double.

Il passe déjà par des essais de traction de film minces et par l'étude des propriétés inélastiques des matériaux en faible épaisseur. La réalisation d'essais de traction sur des multicouches est aussi tout à fait envisageable. Peut-être est-ce une nouvelle voie de caractérisation des contraintes résiduelles.

Il passe également par l'adaptation de la mesure d'une carte de déplacements dans le plan à d'autres types d'essais ; essai de traction multiaxiale, essai de cisaillement dans le plan par exemple... Notons qu'il semble possible d'effectuer des mesures de champs de déplacements sur des surfaces de $1\,\mathrm{mm}^2$ moyennant un système optique adapté. Tout essai autre que l'essai de traction uniaxiale sur matériau isotrope devra, bien sûr, faire l'objet d'une étude des déformations dans le plan à partir des champs de déplacements.

Finalement, les travaux conduits au sein de l'Institut des Microtechniques de Besançon sur la caractérisation mécanique des matériaux pour les microtechniques depuis maintenant presque une dizaine d'années portent leurs fruits. L'extensométrie des bancs d'essai développés fait appel à des mesures de déplacements, ou de déformée, par voie optique.

Les confrontations effectuées jusqu'à maintenant entre les résultats obtenus par gonflement, par nano-indentation, par flexion et par traction sont généralement satisfaisantes. Les dispositifs mis en place ont, semble-t-il, un bel avenir.

# Bibliographie


[1] É Bonnotte. *Étude des propriétés mécaniques des films minces. Application au silicium monocristallin.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, 1994.

[2] B Trolard. *Étude Par Interférométrie de la Déformation de Membranes Silicium et Calcul de Filtres Numériques Ou Optiques Adaptés Au Traitement Des Interférogrammes.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, 1996.

[3] A Sergent. *Caractérisation Mécanique Des Matériaux Pour Les Microsystèmes Par L'essai de Flexion.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, 1997.

[4] D S Campbell. *Mechanical Properties of Thin Films*, chapter 12. McGraw-Hill, New York, 1970.

[5] R W Hoffman. The mechanical properties of thin condensed films. *Physics of thin films*, 3 :211, 1966.

[6] G G Stoney. The tension of metallic films deposited by electrolysis. volume A82, pages 172–175, London, February 1909. Proc. Roy. Soc.

[7] J Å Schweitz. Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques. *MRS Bulletin*, pages 34–45, July 1992.

[8] K E Petersen. Silicon as a mechanical material. In *Proceeding of the IEEE*, 1982.

[9] J L Lebrun. Contraintes résiduelles et hétérogénéités de structures et de déformations : Classification et méthodes expérimentales de détermination. In *Mécanisme et Mécanique Des Matériaux Multifonctionnels*, page 41, 1997.

[10] K Inal and J L Lebrun. Approches numériques et expérimentales du passage micro-macro dans des aciers austéno-ferritiques. In *40e Colloque de Métallurgie.*, volume 8, pages 69–74, Saclay, France, 1998. J. Phys. IV France.

[11] J Zhang. Two-dimensional in-plane electronic speckle pattern interferometer and its application to residual stress determination. *Opt. Eng.*, 37(8) :2402–2409, August 1998.

[12] M J Pechersky, R F Miller, and C S Vikram. Residual stress measurements with laser speckle correlation interferometry and local heat treating. *Opt. Eng.*, 34(10) :2964–2971, October 1995.

[13] Y-L Shen and S Suresh. Thermal cycling and stress relaxation response of si-al and si-al-$SiO_2$ layered thin films. *Acta Metall. Mater.*, 43(11) :3915–3926, 1995.

[14] P S Alexopoulos and T C O'Sullivan. Mechanical properties of thin films. *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 20 :391–420, 1990.

[15] X Ding, W H Ko, and J M Mansour. Residual stress and mechanical properties of boron-doped $p^+$ silicon films. *Sensors and Actuators*, pages 866–871, 1990.

[16] S E Rosenberg, P Y Wong, and I N Miaoulis. Analysis of deposition stress during thin-film growth on a relaxing substrate. *J. Appl. Phys.*, 77(12) :6273–6277, June 1995.

[17] J Turlo. Measuring thin film stress in metallizations and passivations. *Solid state technology*, pages 3–9, September 1996.

[18] A G Evans and J W Hutchinson. The thermomechanical integrity of thin films and multilayers. *Acat Metall. Mater.*, 43(7) :2507–2530, 1995.

[19] M F Doerner, W C Oliver, G M Pharr, and F R Brotzen, editors. *Thin Films : Stresses and Mechanical Properties II*, volume 188. Materials Research Society, 1990.

[20] G H Schwuttke and J K Howard. X-ray stress topography of thin films on germanium and silicon. *J. Appl. Phys.*, 39(3) :1581–1591, February 1968.

[21] Ph Goudeau, K F Badawi, A Naudon, and G Gladyszewski. Determination of the residual stress tensor in Cu/W multilayers by X-ray diffraction. *Appl. Phys. Lett.*, 62(3) :246–248, January 1993.

[22] I De Wolf, J Vanhellemont, and H E Maes. Non-destructive assesment of thin film stresses and crystal quality of silicon on insulator materials with Raman spectroscopy. In M F Doerner, W C Oliver, G M Pharr, and F R Brotzen, editors, *Thin Films : Stresses and Mechanical Properties II*, pages 53–58. Materials Research Society, 1990.

[23] S Boultadakis, S Logothetidis, A Papadopoulos, N Vouroutzis, Ph Zorba, D Girginoudi, and A Thanailakis. Spectroscopic ellipsometry studies of very thin termally grown $SiO_2$ films : Influence of oxidation procedure on oxide quality ans stress. *J. Appl. Phys.*, 78(6) :4164–4173, September 1995.

[24] W Daum, H-J Krause, U Reichel, and H Ibach. Identification of strained silicon layers at $Si-SiO_2$ interfaces and clean $Si$ surfaces by nonlinerar optical spectroscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 71(8) :1234–1237, August 1993.

[25] C M Su and M Wuttig. In situ mechanical relaxation of $Cu$ films growing on a $Si$ substrate. *Appl. Phys. Lett.*, 63(25) :3437–3439, December 1993.

[26] R K Ulrich and G Zhao. A new appartus for measuring the ultimate strain of thin films. *Thin Solid Films*, 224 :63–68, 1993.

[27] S C H Lin and I Pugacz-Muraskiewicz. Local stress measurement in termal $SiO_2$ films on $Si$ substrates. *J. Appl. Phys.*, 43(1) :119–125, January 1972.

[28] M Mehregany, R T Howe, and S D Senturia. Novel microstructures for the *in situ* measurement of mechanical properties of thin films. *J. Appl. Phys.*, 62(9) :3579–3584, November 1987.

[29] S Hong, T P Weith, J C Bravman, and W D Nix. The determination of mechanical parameters and residual stresses for thin films using micro-cantilever beams. In JC Bravman, W D Nix, D M Barnett, and D A Smith, editors, *Thin Films : Stresses and Mechanical Properties*, pages 93–98. Materials Research Society, 1989.

[30] S Roy, S Furukawa, and M Mehregany. Determination of Young's modulus ans residual stress of electroless nickel using test structures fabricated in a new surface micromachining process. *Microsys. Tech. 2*, pages 92–96, 1996.

[31] M Boutry. *Étude de Microdispositifs de Test Pour la Caractérisation de Propriétés Mécaniques de Films Minces Métalliques.* PhD thesis, Université de Paris-Sud, 1997.

[32] M Elwenspoek. On the mechanism of anisotropic etching of silicon. *J. Electrochem. Soc.*, 140(7) :2075–2080, July 1993.

[33] D E Gray. *Handbook of Physics*. McGraw-Hill, 1972.

[34] S Johansson, F Ericson, and J-Å Schweitz. Influence of surface coatings on elasticity, residual stresses, and fracture properties of silicon microelements. *J. Appl. Phys.*, 65(1) :122–128, January 1989.

[35] S M Sze. *Semi-Conductor Devices, Physics and Technologie*. Willey, 1985.

[36] E H Yang, S S Yang, and S H Yoo. A technique for quantitative determination of the profile of the residual stress along the depth of $p+$ silicon films. *Appl. Phys. Lett.*, 67(7) :912–914, August 1995.

[37] J R Varner. Holographic contouring methods. In H J Caufield, editor, *Handbook of optical holography*, pages 595–600. Academic Press, 1979.

[38] G K Jaisingh and F P Chiang. Contouring by laser speckle. *Appl. Opt.*, 20(19) :3385–3387, October 1981.

[39] Y Zou, H Diao, X Peng, and H Tiziani. Geometry for contouring by electronic speckle pattern interferometry based on shifting illumination beams. *Appl. Opt.*, 31(31) :6616–6621, November 1992.

[40] R Rodríguez-Vera, D Kerr, and Mendoza-Santoyo. Electronic speckle contouring. *J. Opt. Soc. Am. A*, 9(11) :2000–2008, November 1992.

[41] O Kafri and I Glatt. High-sensitivity reflection-transmission moiré deflectometer. *Appl. Opt.*, 27(2) :351–353, January 1988.

[42] J-M Burry. Contouring in real time with moiré interference. *Optics Commun.*, 41(4) :243–248, April 1982.

[43] G Sansoni, S Corini, S Lazzari, R Rodella, and F Docchio. Three-dimentionnal imaging based on gray-code light projection : Characterization of the measuring algorithm and development of a measuring system for industrial applications. *Appl. Opt.*, 36(19) :4463–4472, July 1997.

[44] P Jacquot, X Colona de Lega, and P M Boone. Common-path holographic interferometer for flatness testing. In C Goreki and R W Preater, editors, *Optical Measurements and Sensors for the Process Industries*, volume 2248, pages 125–135, Frankfurt, June 1994. SPIE, The International Society for Optical Engineering.

[45] W Jaerisch and G Makosch. Interferometric surface mapping with variable sensitivity. *Appl. Opt.*, 17(5) :740–743, March 1978.

[46] P J Groot. Grating interferometer for flatness testing. *Opt. Lett.*, 21(3) :228–230, February 1996.

[47] É Bonnotte, P Delobelle, L Bornier, B Trolard, and G Tribillon. Two interferometric methods for the mechanical characterization of thin films by bulging tests. Application to single cristal of silicon. *J. Mater. Res.*, 12(9) :2234–2248, 1997.

[48] X C De Lega and P Jacquot. Deformation measurement with object-induced dynamic phase shifting. *Appl. Opt.*, 35(25) :5115–5121, September 1996.

[49] K Creath and J C Wyant. Comparison of interferometric contouring techniques. In C P Grover, editor, *Optical Testing and Metrology II*, volume 954, pages 174–182. SPIE, The International Society for Optical Engineering, June 1988.

[50] D J Bone, H-A Bachor, and R J Sandeman. Fringe-pattern analysis using a 2-D Fourier Transform. *Appl. Opt.*, 25(10) :1653–1660, May 1986.

[51] C Quan, H M Shang, and P J Bryanston-Cross. Application of the holographic carrier fringe and FFT technique for deformation measurement. *Opt. and Laser Tech.*, 28(1) :7–13, 1996.

[52] G Lai and T Yatagi. Use of the Fast Fourier Transform method for analyzing linear and equispaced Fizeau fringes. *Appl. Opt.*, 33(25) :5935–5940, September 1994.

[53] K Creath. Phase-shifting speckle interferometry. *Appl. Opt.*, 24 :3053–3058, 1985.

[54] P Hariharan, B F Oreb, and T Eiju. Digital phase-shifting interferometry : A simple error-compensating phase calculation algorithm. *Appl. Opt.*, 26(13) :2504–2506, July 1987.

[55] K A Stetson. Phase-step interferometry of irregular shapes by using an edge-following algorithm. *Appl. Opt.*, 31(25) :5320–5325, September 1992.

[56] V Gorel. Caractérisation optique et élastoplastique d'un capteur interférométrique de pression intégré sur silicium. Master's thesis, Université de Franche-Comté, 1996.

[57] C P Brophy. Effect of intensity error correlation on the computed phase of phase-shifting interferometry. *J. Opt. Soc. Am. A*, 7(4) :537–541, April 1990.

[58] J J Wortman and R A Evans. Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio in silicon and germanium. *J. Appl. Phys.*, 36(1) :153–156, 1965.

[59] D H Chung and W R Buessem. The elastic anisotropy of crystals. *J. Appl. Phys.*, 38(5) :2010–2012, April 1967.

[60] W A Brantley. Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices. *J. Appl. Phys.*, 44(1) :534–535, January 1973.

[61] D Baral, J E Hilliard, J B Ketterson, and K Miyano. Determination of the primary elastic constants from thin foils having a strong texture. *J. Appl. Phys.*, 53(5) :3552–3559, May 1982.

[62] R J Jaccodine and W A Schlegel. Measurement of strains at $Si-SiO_2$ interface. *J. Appl. Phys.*, 37(6) :2429–2434, May 1966.

[63] E Van de Riet. Deflection of a substrate induce by an anisotropic thin-film stress. *J. Appl. Phys.*, 76(1) :584–586, July 1994.

[64] J H Jou and L Hsu. Stress analysis of elastically anisotropic bilayer structures. *J. Appl. Phys.*, 69(3) :1384–1388, February 1991.

[65] B Boley and J H Weiner. *Theory of Thermal Stresses*. Wiley, New York, 1960.

[66] K Röll. Analysis of stress and strain distribution in thin films and substrates. *J. Appl. Phys.*, 7(47) :3224, July 1976.

[67] P H Townsend, D M Barnett, and T A Brunner. Elastic relationships in layers composite media with approximation for the case of thin films on a thick substrate. *J. Appl. Phys.*, 62(11) :4438–4444, December 1987.

[68] J Å Schweitz. A new and simple micromechanical approach to the stress-strain characterization of thin coatings. *J. Micromech. Microeng.*, 1 :10–15, 1991.

[69] A Witvrouw and F Spaepen. Dertermination of the plane stress elastic constants of thin films from subsrate curvature measurements : Application to amorphous metal. *J. Appl. Phys.*, 73(11) :7344–7350, June 1993.

[70] A E Ennos. Stresses developed in optical film coatings. *Appl. Opt.*, 5(1) :51–61, January 1966.

[71] Y Tsukamoto, H Yamaguchi, and M Yanagisawa. Mechanical properties of thin films : Measurements of ultramicroindentation hardness, Young's modulus and internal stress. *Thin Solid Films*, 154 :171–181, 1987.

[72] H Miura, H an Ohta and N Okamoto. Crystallisation-induced stress in silicon thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 60(22) :2746–2748, June 1992.

[73] D S Gardner and P A Flinn. Mechanical stress as a function of temperature in aluminium films. *IEE Trans. Elec. Dev.*, 35(12) :2160–2169, December 1988.

[74] G J Leusink, T G M Oosterlaken, B C A M Janssen, and S Radelaar. In situ sensitive measurement of stress in thin films. *Rev. Sci. Instrum.*, 63(5) :3143–3146, May 1992.

[75] A K Sinha, H J Levinstein, and T E Smith. Thermal stresses and cracking resistance of dielectric films ($SiN$, $Si_3N_4$, and $SiO_2$) on $Si$ substrates. *J. Appl. Phys.*, 49(4) :2423–2426, April 1978.

[76] A Witvrouw and F Spaepen. Determination of elastic constants and viscosity of amorphous thin films from substrate curvature. In *Thin Films : Stresses and Mechanical Properties II*, volume 188, pages 147–152. Material Research Society, 1990.

[77] W T Tjhen, T Tamagawa, C P Ye, C-C Hsueh, P Schiller, and D L Polla. Properties of piezoelectric thin films for micromechanical devices and systems. *IEEE*, pages 114–119, 1991.

[78] W Fang and J A Wickert. Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers. *J. Micromech. Microeng.*, 6 :301–309, 1996.

[79] P Vretenar. Mechanical stresses in oxide thin films. *Vacuum*, 43(5-7) :727–729, 1992.

[80] A Plata. *Algorithmes de Détection de Phase Dédiés À L'interférométrie En Lumière Polychromatique : Application et Apport Des Systèmes Adaptatifs À la Profilométrie.* PhD thesis, Université de Franche Comté, 1997.

[81] P Sandoz, R Devillers, and A Plata. Unambigous profilimetry by fringe-order identification in white-light phase-shifting interferometry. *J. Mod. Opt.*, 44(3) :519–534, 1997.

[82] C B Masters, N J Salamon, and D E Fahnline. Deflection shapes due to intrinsic stress in thin films. In M F Doerner, W C Oliver, G M Pharr, and F R Brotzen, editors, *Thin Films :*

*Stress and Mechanical Properties II*, pages 21–27, Pittsburg, 1990. Material Research Society.

[83] A Permuy. Capteurs microélectroniques. In *Traité Électronique*, page E2 315. Techniques de l'Ingénieur, 1993.

[84] W A Pliskin and E E Conrad. For thermally grown $SiO_2$ films observed perpendicularly under daylight fluorescent lighting. *IBM J. of R.&D.*, 8(43), 1964.

[85] F Pourahmadi, P Barth, and K Petersen. Modeling of thermal and mechanical stresses in silicon microstructures. *Sensors and Actuators*, pages 850–855, 1990.

[86] C Poilâne, P Delobelle, L Bornier, P Mounaix, X Melique, and D Lippens. Determination of the mechanical properties of thin polyimide films deposited on GaAs substrate by bulging and nanoindentation tests. *Mat. Sci. Eng. A*, 262(1–2) :101–106, 1999.

[87] P Salzenstein, O Dupis, M Helal, E Lheurette, O Vanbésien, P Mounaix, and D Lippens. Coplanar waveguides on dielectric membranes micromachined on AsGa substrate. *Electr. Let.*, 32 :821, 1996.

[88] S Timoshenko and S Woinowsky-Krieger. *Theory of Plates and Shells*. Mc Graw-Hill, New York, 1959.

[89] T Tsakalakos. The bulge test : A comparison of theory and experiment for isotropic and anisotropic films. *Thin Solid Films*, 75 :293–305, 1981.

[90] O Tabata, K Kawahata, S Sugiyama, and I Igarashi. Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes. *Sensors and Actuators*, 20 :135–141, 1989.

[91] P Lin and S D Senturia. The *in-Situ* measurement of biaxial modulus and residual stress of multi-layer polymeric thin films. In M F Doerner, W C Oliver, G M Pharr, and F R Brotzen, editors, *Thin Films : Stresses and Mechanical Properties II*, volume 188, pages 41–46, Pittsburgh, Pennsylvania, 1991. Material Research Society.

[92] M K Small and W D Nix. Analysis of the accuracy of the bulge test in determining the mechanical properties of thin films. *J. Mater. Res.*, 7(6) :1553–1563, 1992.

[93] D Maier-Schneider, J Maibach, and E Obermeier. A new analytical solution for the load-deflection of square membranes. *J. Microelectromech. Sys.*, 4(4) :238–241, December 1995.

[94] P Boisse. *Modèles Mécaniques et Numériques Pour L'analyse Non-Linéaire Des Structures Minces*. Thèse d'habilitation à diriger les recherches, Université de Besançon, 1994.

[95] S Paletto and G Fantozzi. Nanoindentation : Théorie et applications. *Revue des Composites et des Matériaux avancés*, 3(2) :139–160, 1993.

[96] W C Oliver and G M Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mat. Res.*, 7 :1564, 1992.

[97] I N Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.*, 3 :45–57, 1965.

[98] K E Petersen and C R Guarnieri. Young's modulus measurements of thin films using micromechanics. *J. Appl. Phys.*, 50(11) :6761–6766, November 1979.

[99] D Schneider, T Schwarz, and B Schultrich. Determination of elastic modulus and thickness of surface layer by ultrasonic surface waves. *Thin Solid Films*, 219 :92–102, 1992.

[100] A Sergent, L Robert, P Delobelle, and L Bornier. Caractérisation mécanique de micropoutres par l'essai de flexion associé à une technique d'imagerie. *J. Phys. III France*, 7 :2107–2129, November 1997.

[101] C Poilâne. Détermination du déplacement dans le plan d'une éprouvette mince par métrologie \textit{speckle}. Master's thesis, Université de Franche-Comté, 1994.

[102] D A Hardwick. The mechanical properties of thin films : A review. *Thin Solid Films*, 154 :109–124, 1987.

[103] A Jankowski and T Tsakalakos. Enhanced elastic modulus in composition modulated copper-nickel-iron foils. *J. Appl. Phys.*, 57(6) :1835–1838, March 1985.

[104] I C Noyan and G Sheikh. X-ray tensile testing of thin films. *J. Mater. Res.*, 8(4) :764–770, April 1993.

[105] D T Read and J W Dally. A new method for measuring the strength and ductility of thin films. *J. Mat. Res.*, 8(7) :1542–1549, 1993.

[106] H Ogawa, Y Ishikawa, and T Kitahara. Micro tensile testing of small-sized thin sheet metals. In *2nd Japan-France Congress on Mechatronics*, pages 465–467, Takamatsu, Japan, nov 1997.

[107] S Nakadate, T Yatagai, and H Saito. Electronic speckle pattern interferometry using digital image processing techniques. *Appl. Opt.*, 19(11) :1879–1883, June 1980.

[108] L Pirodda. Conjugate wave holographic interferometry for the measurement of in-plane deformations. *Appl. Opt.*, 28(10) :1842–1844, May 1989.

[109] J N Butters and J A Leendertz. A double exposure technique for speckle pattern interferometry. *J. Phys. E*, 4 :277–279, 1971.

[110] E Archbold and A E Ennos. Displacement measurement from double-exposure laser photograph. *Optica Acta*, 19(4) :253–271, 1972.

[111] A Oulamara, G Tribillon, and J Duvernoy. Subpixel speckle displacement measurement using a digital processing technique. *J. Mod. Opt.*, 35(7) :1201–1211, 1988.

[112] D D Ducan, S J Kirkpatrick, F F Mark, and L W Hunter. Transform method of processing for speckle strain rate mesurements. *Appl. Opt.*, 33(22) :5177–5186, August 1994.

[113] C Joenathan, B Franze, P Haible, and H J Tiziani. Large in-plane displacement measurement in dual-beam speckle interferometry using temporal phase measurement. *J. Mod. Opt.*, 45(9) :1975–1984, 1998.

[114] J S Sirkis and T J Lim. Displacement and strain measurement with automated grid methods. *Exp. Mech.*, pages 382–388, December 1991.

[115] M Tu, J McKelvie, F-L Dai, and D Post. Grating speckle method for in-plane displacement measurement. *Appl. Opt.*, 28(15) :3354–3357, August 1989.

[116] C A Sciammarella and G Bhat. High resolution computer aided moiré. In *Moiré Techniques, Holographic Interferometry, Optical NDT, and Applications to Fluid Mechanics*, volume 1554B, pages 163–173, 1991.

[117] J W Goodman. Statistical properties of laser speckle patterns. In J C Dainty, editor, *Laser Speckle and Related Phenomena*, pages 9–74. Springer-Verlag, 1975.

[118] P Jacquot. *Photographie de speckle*, pages 149–204. Presses Polytechniques Romandes, 1982.

[119] Q B Li and F P Chi. Three-dimentionnal dimension of laser speckle. *Appl. Opt.*, 31(29) :6287–6291, October 1992.

[120] J M Huntley. An image processing system for the analysis of speckle photographs. *J. Phys. E*, 19 :227–233, 1986.

[121] D J Chen and F P Chiang. Optimal sampling and range of measurement in displacement-only laser-speckle correlation. *Experimental Mechanics*, pages 145–153, June 1992.

[122] J C Dainty. *Laser Speckle and Related Phenomena*, volume 9 of *Topics in Applied Physics*. Springer-Verlag, 1975.

[123] R K Erf. *Speckle Metrology*. Quantum Electronics, 1978.

[124] M Françon. *La Granularité Laser (speckle) et ses Applications*. Masson, 1978.

[125] D W Robinson. Automatic fringe analysis with a computer image-processing system. *Appl. Opt.*, 22(14) :2169–2176, July 1983.

[126] F Ansari and G Ciurpita. Automated fringe measurement in speckle photography. *Appl. Opt.*, 26(9) :1688–1692, May 1987.

[127] J S Kim. Range and accuracy of speckle displacement measurement in double-exposure speckle photography. *J. Opt. Soc. Am. A*, 6(8) :665–681, May 1989.

[128] D J Chen and F P Chiang. Computer-aided speckle interferometry using spectral amplitude fringes. *Appl. Opt.*, 32(2) :225–236, January 1993.

[129] N Deng and I Yamaguchi. Automatic analysis of speckle photographs with extended range and improved accuracy. *Appl. Opt.*, 29(2) :296–303, January 1990.

[130] W Pei and F Song. Automatic specklegram fringe analysis by using symetry evaluation of the $\theta$ scanning function. *Appl. Opt.*, 31(5) :665–669, February 1992.

[131] V A Shapiro, V I Kavardjikov, and S A Atanassov. Approach to automatic analysis of Young's fringes in speckle photography. *Appl. Opt.*, 32(23) :4378–4387, August 1993.

[132] J M Huntley. Speckle photography fringe analysis : Assesment of current algorithms. *Appl. Opt.*, 28(20) :4316–4322, October 1989.

[133] G B Smith and K A Stetson. Heterodyne readout of specklegram halo interference fringes. *Appl. Opt.*, 19(18) :3031–3033, September 1980.

[134] G H Kaufmann and P Jacquot. Phase shifting of whole-field fringes in dual-plate speckle photography. *Appl. Opt.*, 31(17) :3201–3203, June 1992.

[135] G H Kaufmann. Numerical processing of speckle photography data by Fourier Transform. *Appl. Opt.*, 20(24) :4277–4280, December 1981.

[136] Y Kobayashi, T Takemori, N Mukohzaka, N Yoshida, and S Fukushima. Real-time velocity measurement by the use of a speckle-patttern correlation system that incorporates a ferroelectric liquid-crystal spatial light modulator. *Appl. Opt.*, 33(14) :2785–2794, May 1994.

[137] M Sjödahl. Electronic speckle photography : Increased accuracy by nonintegral pixel shifting. *Appl. Opt.*, 33(28) :6667–6673, October 1994.

[138] S Mguil. Mesure des déformations par corrélation directe d'images numériques. In Y Berthaud, M Cottron, F Morestin, P Moucheront, and M Taroni, editors, *Étude du Comportement des Matériaux et des Structures*, pages 361–368. G.A.M.A.C, 1998.

[139] M Sjödahl and L R Benckert. Electronic speckle photograpy : Analysis of an algorithm giving the displacement with subpixel accuracy. *Appl. Opt.*, 32(13) :2278–2284, May 1993.

[140] M Sjödahl. Accuracy in electronic speckle photography. *Appl. Opt.*, 36(13) :2875–2885, May 1997.

[141] T Takemori, K Fujita, and I Yamaguchi. Resolution improvement in speckle displacement and strain sensor by correlation interpolation. In *Laser Interferometry IV : Computer-Aided Interferometry*, volume 1553, pages 137–148. SPIE, The International Society for Optical Engineering, December 1991.

[142] D J Chen, F P Chiang, Y S Tan, and H S Don. Computer-aided speckle interferometry (CASI) : Part II. An alternate approach using spectral amplitude and phase information. In F P Chiang, editor, *Speckle Techniques, Birefringence Methods, and Applications to Solid Mechanics*, pages 706–717. SPIE, The International Society for Optical Engineering, 1991.

[143] J Max and J L Lacoume. *Méthodes et Techniques de Traitement du Signal et Application aux Mesures Physiques*, volume 1. Masson, 1996.

[144] É Lantz. Subpixel signal centering and shift measurement using a recursive spectral phase algorithm. *Signal Processing*, 17(4) :365–372, August 1989.

[145] L Oriat and É Lantz. Subpixel detection of the center of an object using a spectral phase algorithm on the image. *Pattern Recognition*, 31 :761–771, 1998.

[146] J Gu and F Chen. Fourier-transformation, phase-iteration, and least-square-fit image processing for Young's fringe pattern. *Appl. Opt.*, 35(2) :232–239, January 1996.

[147] A Ogiwara and J Ohtsubo. Accuracy of peak detection in speckle clipping correlation. *Appl. Opt.*, 29(17) :2632–2639, June 1990.

[148] J P Pérez. *Optique, Fondements et Applications*. Masson, 1996.

[149] H A Bruck, S R McNeill, M A Sutton, and W H Peters. Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction. *Exp. Mech.*, pages 261–267, September 1989.

[150] J Lemaitre and J L Chaboche. *Mécanique Des Matériaux Solides*. 2. Dunod, Paris, 1988.

[151] A Sergent, C Poilâne, L Robert, and P Delobelle. La nano-indentation, le gonflement de film et la flexion de poutre ; trois essais complémentaires pour caractériser les propriétés

mécaniques des matériaux en faibles épaisseurs. Application au cas du nickel électrodéposé. In *40e Colloque de Métallurgie.*, volume 8, pages 259–265, Saclay, France, 1998. J. Phys. IV France.

[152] J A Ruud, D Josell, F Spaepen, and A L Greer. A new method for tensile testing of thin films. *J. Mater. Research*, 8(1) :112–117, January 1993.